

# S1-07 上向流カラム通水試験の国際標準化への取組状況(4)

保高徹生<sup>1</sup>・〇着倉宏史<sup>2</sup>・田本修一<sup>3</sup>・ISO/TC190部会<sup>4</sup>

<sup>1</sup>産業技術総合研究所・<sup>2</sup>国立環境研究所

・<sup>3</sup>土木研究所寒地土木研究所・<sup>4</sup>土壌環境センター

## 1. はじめに

カラム通水試験はバッチ溶出試験よりも多くの労力・コストを要するが、土質材料からの汚染物質の溶出挙動についてバッチ溶出試験よりも多くの情報が得られ、また、より直感的に妥当性の高い評価を行うことも可能であることから、バッチ溶出試験を補完する役割が期待される。そこでカラム通水試験をツール化するにはあたっては標準化が極めて重要である。

上向流カラム通水試験はISO/TC 190 “Soil quality” SC 7 “Soil and site assessment”において、ISO/TS 21268-3 “Leaching procedure for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials Part 3: Up-flow percolation test”<sup>1)</sup>として示されているが、現状は正式な標準ではなく、技術仕様 (Technical Specification, TS) にとどまっている。

わが国では、ISOとしてすでに標準が存在する場合、JISはISOに整合させる必要がある。カラム通水試験は上述のように正式な標準ではないため、将来の標準化を待つのではなく、わが国が主導して標準化を進める方向としたところである。この取組は2014年のISO/TC 190ベルリン総会から開始され、2018年5月にはドラフト版 (Draft International Standard, DIS) がコメント付きで承認されたため、ほぼ最終段階に到達した<sup>2-4)</sup>。本稿では、これまでの取組内容を総括する。

## 2. ISO/TS 21268-3の内容

目下、改正作業を行っているISOドラフトのベースとなった技術仕様ISO/TS 21268は、ISO/TC 190/SC 7/WG 6 “Leaching”により2007年に制定された。この技術仕様は4部構成となっており、Part 3が上向流カラム通水試験である。なおPart 1は液固比2のバッチ溶出試験、Part 2は液固比10のバッチ溶出試験、Part 4は酸/アルカリ添加によるpH依存性試験であり、Part 1および2はドイツが、Part 4はオランダが主導で、Part 3と同時に正式ISO化に向けた改正作業が行われている。

なお、上向流カラム通水試験は、短期/長期の溶出挙動に関する情報を得ることを目的とした “Basic characterization test”として位置づけられており、参照値 (基準値) 等と比較するための試験である “Compliance test”とは異なる位置づけである。なお “Compliance test”の役割は、主にバッチ溶出試験が担っている。

ISO/TS 21268-3「上向流カラム通水試験」の概要を表-1、図-1および図-2に示す。試験装置は、溶媒タンク、ポンプ、カラム、採水タンクから構成され、10~15 mL/hで濃度1 mmol/Lの塩化カルシウム溶液を通水し、液固比10 L/kgまで通水を行う。採水は表-1に示した頻度で7画分に分けて行い、それぞれの画分について対象物質を分析することにより、対象汚染土壌からの汚染物質の溶出特性を評価する。

表-1 TS 21268-3 Up-flow percolation testの概要

サンプルの状態	湿潤 (含水により破碎できない場合には乾燥することも認める。)
試料の最大粒径	95%が4 mm以下であること
カラム直径	5 cm or 10 cm
カラム高	30 ± 5 cm
通水速度	15 ± 2 cm/d (5 cmカラムの場合、10~15 mL/hに相当)
充填方法	15層に分割して充填する。3層を充填するごとに、125g (直径5cmカラム) もしくは250g (直径10cmのカラム) のランマーを用いて、20cmの高さから3回落下させることで締固めを行う
溶媒	1 mmol/L CaCl <sub>2</sub> 溶液を用いる
採取頻度	L/S (液固比) 0.1、0.2、0.5、1、2、5、10

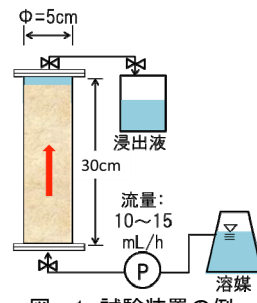


図-1 試験装置の例



図-2 カラム通水試験装置の例

## 3. これまでの取組の概要

### 3.1 国内体制

規格化に向けた国内の体制としては、産業技術総合研究所 地圏資源環境研究部門が中心となり、国立環境研究所、寒地土木研究所、電力中央研究所、福岡大学、京都大学等と連携して、土壌環境センターISO/TC 190部会、地盤工学会 (TC 190国内審議団体)、大学、民間企業等のバックアップを受け検討を進めている。

### 3.2 2014年ベルリン総会

2014年10月ベルリン総会において、ISO/TS 21268-3の技術仕様を正式ISOとするための作業着手を提案し、その結果、日本がプロジェクトリーダーとして推進することが決定された。プロジェクト期間は、2014年10月から2017年9月までの3年間であり、実施予定事項は精度評価試験、規格の内容の見直しである。

### 3.3 2015年ウィーン総会

日本が実施した精度評価試験の結果に基づき、現行のISO/TS 21268-3規格は、正式な標準として十分な精度を持っていることを説明した。続いて、以下の4項目についてISO/TS 21268-3の内容の修正に関する提案を日本から行った。

□流速：現行規格では、試験流速は12 mL/hであるが、試験期間の短縮を目的として日本が実施した影響評価試験の結果より、通水流速を12~36 mL/hの範囲で認めるようにすることを提案した。

□初期飽和時間：現行規格では、初期飽和は48時間以上であるが、試験期間の短縮を目的として日本が実施した影響評価試験の結果より、16時間以上とするを提案した。

□通水溶媒種：現行規格では、通水溶媒は1 mmol/Lの塩化カルシウム溶液であるが、イオン交換水も認めるように提案を行った。

□その他：液固比10 L/kgの採水時の誤差範囲、サンプリングを実施する液固比の柔軟性に関する表記、カラム直径、溶存有機態炭素 (DOC) の測定に関して提案を行った。

これらの提案に対して、参加国からは基本的に前向きなコメントを受けたが、影響評価試験に用いた土壌が1種類のみであることから、追加試験の必要性が指摘された。そこで2016年3月末までに日本からISO/TC 190/SC 7/WG 6に追加試験案を提出し、4月末までにWG 6内で試験内容を審議することとなった。日本はこの審議結果を受けて、追加試験を実施し、その結果を受けて次回総会までに再提案を実施することとなった。

### 3.4 2016年パリ総会

ISO/TS 21268-1および2のバッチ試験とともに議論が行われた。バリデーショndataの内容について概ね合意がなされたが、バッチ試験で1 mmol/L塩化カルシウム溶液だけでなく脱イオン水の使用も認める、というドイツからの提案に対して、脱イオン水は反応性が高く、コロイドの影響も低減できないとの反対意見がオランダから出された (ドイツ、日本、韓国は脱イオン水を使用)。そこで、日本が取得している1 mmol/L塩化カルシウム溶液と脱イオン水の比較データを会議中に紹介した。また、過去に実施した日本での試験結果を (日本の実施機関の合意を得た上で) 共有し、議論をすることで合意がなされた。Committee Draft (CD) の登録までの期間が2017年末に延長され、2017年早々に21268-1、2はドイツより、21268-3は日本より、それぞれ提案することになった。

### 3.5 2017年ソウル総会

ISO/CD 21268-1、2、3については、2017年7月から9月にかけてCDの投票が行われ、ISO/CD 21268-1は、賛成11、コメント付賛成3、棄権7、ISO/CD 21268-2は、賛成11、コメント付賛成3、棄権7、ISO/CD 21268-3は、賛成10、コメント付賛成4、棄権7であった。本会議では、CD投票結果およびコメントへの対応について議論がなされ、特に土壌試料の粒径について、2 mm以下か5 mm以下で意見が分かれたが、2 mm以下としてDIS案を作成することとなった。その他、TSからの主な変更点として以下が挙げられる。

□1 mmol/L塩化カルシウム溶液に加えて、脱イオン水も溶媒として使用可とする

□カラム内径は5 cmまたは10 cmであったものを5~10 cmとする

□通水速度は30 cm/dも可とする

□妥当性確認試験結果の掲載

DIS案は2017年11月15日までにプロジェクトリーダーより事務局に提出され、投票は2018年2月に開始され、5月に締め切られた。その結果、賛成14 (6)、反対1 (1)、棄権6 (1)で承認された (カッコ内の数値はコメント付き投票数)。各国から寄せられたコメントについては、チェコのブルノで予定されている2018年総会にて議論が重ねられ、その後、最終ドラフト (Final Draft International Standard, FDIS) 投票、ISO投票へと進む予定である。

## 4. おわりに

ISO/TC 190は2018年1月にやや規模の大きな再編が行われ、SC 7/WG 6はSC 7/WG 8 “Bioavailability”と統合され、新WG 6 “Transfer and mobility of components”として再スタートすることとなった。コンビナーは引き続きRob Commans氏が務めることとなり、これまでの流れを引き継いで標準化を進めていくこととなる。その中で、2018年総会は大きな山場を迎えると思える。

汚染物質の溶出挙動を正確に把握するためには、上向流カラム通水試験やシリアルバッチ試験のような特性化試験が必要である。これらの試験方法の標準化は、試験自体の精度確保、試験方法の普及、さらには結果の評価方法の観点から極めて重要である。ISO化に向けた取り組みについては、今後も関係機関と連携して進めるとともに、定期的に情報を開示していきたい。

## 5. 謝辞

本提案を進めるにあたり、井野場誠治氏 (電力中央研究所)、渡邊保貴氏 (電力中央研究所)、藤川拓朗氏 (福岡大学)、竹尾美幸氏 (京都大学)、Naka Angelica氏 (国立環境研究所)、染矢雅之氏 (東京都環境科学研究所)、東野和雄氏 (東京都環境科学研究所) には精度評価試験、影響評価試験への参加および貴重な助言を頂いた。ここに記して感謝する。また、精度評価試験の実施にあたり、上記メンバーに加え、伊藤健一氏 (宮崎大学)、隅倉光博氏 (清水建設)、根岸昌範氏 (大成建設)、海野円氏 (大成建設)、伊藤圭二郎氏 (鹿島建設)、三浦俊彦氏 (大林組)、宮口新治氏 (応用地質)、中條邦英氏 (応用地質)、加藤雅彦氏 (岐阜大学、現明治大学) 小川翔平氏 (岐阜大学、現電力中央研究所)、平田桂氏 (MC エパテック)、龍原毅氏 (パシフィックコンサルタンツ)、千田智之氏 (PCER)、小島淳一氏 (東海技術センター) に精度評価試験に参画頂いた。ここに記して感謝を申し上げます。

- 1) International Organization for Standardization: ISO/21268-3, Soil quality – Leaching procedure for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and materials, Part 3: Up-flow percolation test, TECHNICAL SPECIFICATION, 2007
- 2) 保高徹生, 着倉宏史, 田本修一, ISO/TC190 部会 (2015)上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況(1)、第21 回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会講演要旨集
- 3) 保高徹生, 着倉宏史, 田本修一, ISO/TC190 部会 (2016)上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況(2)、第22 回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会講演要旨集
- 4) 保高徹生, 着倉宏史, 田本修一, ISO/TC190 部会 (2017)上向流カラム通水試験の国際標準化への取組み状況(3)、第23 回地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会講演要旨集