

S4-22 液固比 2 L/kg 及び 10 L/kg によるバッチ溶出試験 (ISO 21268-1,-2)について

○肴倉宏史^{1,2}・平田桂¹・松村光夫¹・加洲教雄¹・ISO/TC190部会¹
¹土壌環境センター、²国立環境研究所

はじめに

ISO 21268シリーズ：地盤材料の化学試験及び生態毒性試験のための溶出操作
Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil-like materials

ISO/TC 190 Soil quality/SC 7 Impact assessment/WG 6 Transfer and mobility of componentsにて規格化

規格番号	名称	類型
ISO 21268-1	液固比2 L/kgによるバッチ試験	判定試験
ISO 21268-2	液固比10 L/kgによるバッチ試験	判定試験
ISO 21268-3	上向流カラム通水試験	特性化試験
ISO 21268-4	初期の酸/アルカリ添加によるpH依存性試験	特性化試験
ISO/WD 21268-5	好気条件および嫌気条件によるバッチ試験	特性化試験

- 第1部～第4部：2007年に技術仕様として発行され、2019年に正式規格へ格上げされた。
- 第3部(上向流カラム通水試験)：日本がプロジェクトリーダーとなって正式規格化された。
- 第5部(好気/嫌気バッチ試験)：2018年より検討開始、規格化が現在も進められている。

本報告

ISO 21268-1およびISO 21268-2に着目し、内容を検討

原案・・・第1部：ドイツ、第2部：フランスの国内規格

- 日本の土壌溶出試験である平成3年環境庁告示46号(環告46号)と同様の単一バッチ試験である。
- シリアルバッチ試験や液固比バッチ試験などのあらゆるバッチ試験の基礎となる。
- バッチ試験に関するノウハウが多く記述されており、参考となる。
- 第1部と第2部両者の相違点は液固比のみである。

液固比の相違は試験結果に明らかな違いをもたらすため、統一できなかった可能性がある。因みに、廃棄物を対象とする欧州標準化委員会のバッチ試験シリーズ EN 12457は、液固比と最大粒径の異なる4つの試験方法が示されている。

規格の概要

- 1章 目的
 - 2章 引用規格
 - 3章 用語と定義
 - 4章 原理
 - 5章 試薬
 - 6章 試験器具
 - 7章 試料調製
 - 8章 試験手順
 - 9章 計算
 - 10章 報告
 - 11章 定量
 - 12章 性能特性
- 付属書(参考)

※下線部以外は原稿をご参照ください

目的

- この規格で規定する条件における溶出試験データを提供すること
- 地盤材料から放出される無機物質および有機物質を評価対象物質とする。
- 生態毒性試験に使用するための溶出液を得るために適用しても良い。
- 揮発性物質は試験できない。
- 乾燥質量率(dry matter content)33%未満の材料には適用できない。

注記) 適切な試験条件をあらゆる測定対象物質に対して同時に設定することは困難であり、適切な試験条件の設定は無機物質よりも有機物質の方が難しい。特に、非極性非水溶性の有機物質は試験装置への吸着に注意する必要がある。

原理

- 2 mm以下に調製した試験試料を1 mM CaCl₂または脱塩水に規定の条件で接触させる。
- 液相と固相の間で平衡もしくは準平衡に到達しているとの仮定に基づく。
- pH、EC、必要に応じてDOC(溶存有機炭素)、ORP、濁度を記録する。

注記) pH等の測定の重要性、1 mM CaCl₂はDOCの移動性を最小化する。この試験方法は有機物質を想定してより厳密な規定を行っているため、無機物質のみを測定する場合は、条件を緩和可能。

試験器具

- 容器：容積1 Lのホウケイ酸ガラス製を基本
- 攪拌装置：縦回転攪拌機(5～10回転)またはローラーテーブル(10回転)
- ろ過装置：吸引ろ過(2.5～4.0 ka)または加圧ろ過(<0.5 MPa)
- ろ紙：0.45 μmメンブランフィルター。測定対象物質の吸着や溶出がないもの
- ふるい：目開き2 mmのもの ※汚染に注意する。
- 遠心分離装置：20000 G～30000 G(Gは重力加速度)に設定可能なもの

注記) 無機物質のみ(Hg除く)を対象とする場合は、HDPE製やPP製も可。有機物質の分解を避けるために着色ガラス製のものを用いる、アルミ箔で覆う、暗室で実施する、等の対応、などがある。高品質ガラスであれば、有機物質、無機物質のどちらにも適用可。

本文) 試料の過度のすり減りを避けることができる。

本文) 同等の結果が得られれば、他の装置も可。半揮発性物質は、吸引ろ過は不可。

材質の指定はない。

本文) 遠沈管はPFA、FEPなど、有機無機両方に対して不活性なもの。冷却機能付きで2000 G～3000 Gの装置でもよい(遠心分離時間を増やす)。

試料調製

- 2 kg以上を入手し、密封して低温(4℃)で保存する。
- 篩い分けを行い、ふるい上に残留したものは種類と量を記録して廃棄する。
- 二分器または四分法によって縮分する。
- 乾燥質量率を測定する(ISO 11465)。
- 乾燥質量として350 g(ISO 21268-1)または100 g(ISO 21268-2)を取り分けて試験に使用する。分析のための必要液量によっては分取量を増やす。

本文) 先に少量の試料を適用してからその試料を廃棄するなどして汚染の影響を緩和する(8章ブランク試験)。

本文) 人工的な材料は2 mm以上も試験対象として良い。試料が均一化されていない場合や、篩い分けできない場合は、30℃未満で乾燥して良い。

自然含水状態での試験が基本。乾燥質量率は、液固比の計算・調整に必要。

容器容積を1 Lに対してヘッドスペースを最小化している。

試験手順

- 22±3℃で実施する。
- 溶媒は、1 mM CaCl₂を基本とする。
- 試料に対して、溶媒を2 ± 0.04 L/kg(ISO 21268-1)または10 ± 0.2 L/kg(ISO 21268-2)となるように加え、24 ± 0.5 時間、攪拌する。
- 15 ± 5分静置後、上澄みを遠沈管へ移し、20000 G～30000 Gの場合は30分、2000 G～3000 Gの場合は5時間、遠心分離を行う。温度は22 ± 3℃に保つ。
- 固液分離後、上澄みを容器に移し、pHおよび酸化還元電位を測定し、さらに他の分析用、生態毒性試験用などに保管する。
- ブランク試験は定期的実施するのが望ましい。

注記) 生物分解しやすい材料は低温(例：4℃)で、遮光した環境で行う。

本文) CaやClに着目する場合、試料のみの影響を調べたい場合は、水(脱塩水)も可。注記) 脱塩水を用いると濁度が高くなる場合があり、コロイドに吸着した物質の、ろ紙通過による濃度上昇につながる可能性がある。生態毒性試験に用いない場合は、アジ化ナトリウムを0.1%となるように添加して有機物の微生物分解を防いでも良いこととしている。

本文) 平衡または準平衡を示せる場合、もしくは品質管理等で迅速性が求められる場合には、6時間も可。※日本からの提案に基づき規定された。

本文) 実際の試験結果からブランク試験値は減算しない。

本文) 無機物質のみ測定する場合は、遠心分離は省略可。

おわりに

ISO 21268-1および21268-2にはバッチ試験に関するノウハウが多く記述されており、参考となる。振とう時間や溶媒など、日本からの提案によって規定された部分も多い。今後の定期見直しにおいても注意深く関わっていくことが重要である。