

規格私案

再生製品等に含まれる無機物質を対象とする シリアルバッチ試験方法

1. 序文

この規格は、廃棄物や副産物等の循環資源、および、それらを材料とする再生製品の、人及び環境への安全性を評価するために適用できる統一的な試験方法を規定したものである。

2. 適用範囲

この規格は、廃棄物や副産物等の循環資源、および、それらを材料とする再生製品からの化学物質の溶出特性を、溶液の交換を繰り返すバッチ条件において把握するための試験方法について規定する。この試験方法が対象とする化学物質は、鉛、カドミウム、水銀、ヒ素、フッ素、ホウ素などの無機物質である。

3. 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS A 1125	骨材の含水率試験方法及び含水率に基づく表面水率の試験方法
JIS K 0102	工場排水試験方法
JIS K 8541	硝酸
JIS K 8576	水酸化ナトリウム
JIS M 8100	粉塊混合物—サンプリング方法通則—
JIS Z 8801-1	試験用ふるい—第1部：金属製網ふるい
JIS Z 8802	pH 測定方法

シリアルバッチ試験方法（私案）

4. 用語と定義

- 4.1 実験室試料 (laboratory sample) 実験室へ届いた試料 [IUPAC, 1997]
- 4.2 試験試料 (test sample) 実験室試料から試験用に分取した試料 [IUPAC 1998]
- 4.3 試験画分 (test portion) 実際に試験に適用するために、試験試料から分取し、質量等を把握した試料[IUPAC 1990]
- 4.4 溶媒 試験画分と混合される液体
- 4.5 液固比 (L/S) 液相の体積 (L) と固相の質量 (kg) との比 (L/kg)
- 4.6 懸濁液 試験画分と溶媒を混合した液
- 4.7 平衡状態 pH の変化が、チェック期間の間にある値よりも小さくなった際の状態
- 4.8 固液分離 液相と固相の分離操作。ろ過、遠心分離、等
- 4.9 残渣 固液分離後の試料で、主に固相から成り、少量の液相を含む
- 4.10 ろ液 固液分離後の液層を主体とする画分
- 4.11 検液 分析に供するために、ろ液に保存用の試薬を添加した溶液
- 4.12 溶出濃度 目的成分の検液中の濃度 (mg/L)
- 4.13 溶出量 溶出濃度を乾燥試料重量当たりに換算した値 (mg/kg)

5. 試験方法の概要

- 5.1 試験試料は、未破碎、未乾燥のものを用いることを基本とする。大型の成型体を評価しようとする場合は、それと同じ組成・配合の供試体を使用して良い。
- 5.2 試験画分を容器に入れ、所定の期間、溶媒に浸漬する。その間、攪拌操作を行って良い。
- 5.3 所定の期間が経過したら、溶液の一部または全部を採取すし、直ちに、採取したものと同量の溶媒を容器に入れる。
- 5.4 溶媒の種類、溶液の入れ替え量、入れ替え時間、および、攪拌操作は試験の目的に応じて選択する。

6. 試薬および装置・器具等

- 6.1 共通事項
 - 6.1.1 材質 懸濁液や検液と直接接触する部分は、それ自体から目的成分を溶出し
ないものを使用する。目的成分に応じて、PTFE 製やガラス製などを適宜使
い分けること。
 - 6.1.2 洗浄 懸濁液や検液と直接接触する部分は、あらかじめ濃度 1 mol/L 以上の
硝酸を用いて洗浄した後に、水で十分にすすぎを行い、清澄な状態で乾燥・
保管したものであること。
- 6.2 天秤 10 mg 単位以下まで測定できるもの
- 6.3 電気伝導度計 測定精度 0.1mS/s
- 6.4 水 JIS K 0557 に規定する A3 の水、又はそれと同等の品質のもの。
- 6.5 ガラスまたはプラスチック製容器； 材質は HDPE、PP、PTFE、PET のいずれか

シリアルバッチ試験方法（私案）

で、ねじ込み蓋付きのもの。流出液の採取や保存に用いる。

- 6.6 ろ紙 孔径 0.45 μm のメンブランフィルター
- 6.7 pH 電極 JIS Z 8802 pH 測定方法に基づいて校正されていること。
- 6.8 チューブ類 プラスチック製のもの
- 6.9 プレフィルター 孔径 1.5 μm ～8 μm のもの
- 6.10 その他 水に試薬を加えた溶媒を用いる場合はその試薬（ブランク値として測定要）

7. 試料

7.1 試料準備

- 7.1.1 試験試料は、未破砕、未乾燥のものを用いる。質的变化を極力避けるために、低温（4℃）で保存することが望ましい。乾燥を行った場合は、報告書に記述する。大型の成型体を評価しようとする場合は、それと同じ組成・配合の供試体を使用して良い。
- 7.1.2 目的に応じて試験画分量を決定し、試験試料から分取する。＜最低必要量＞試験画分と別に、含水率測定用試料を試験試料から分取する。
乾燥残留率 JIS A 1125 に基づき含水率を測定する。

8. 操作

- 8.1 温度 試験における温度は $20 \pm 5^\circ\text{C}$ とする。実験室の温度と溶媒、その他器具の温度を管理する。
- 8.2 準備 試験容器を硝酸と水で十分に洗浄する。試験容器の重量を測定し、0.1 g 単位まで記録する。
- 8.3 試験の開始
 - 8.3.1 容器に試料を置き、重量を記録する。成型体試料の場合、容器と試料との接触面積を小さくするために、必要に応じて、試料底面に最小限の接触面積を持ったスペーサーを入れる。
 - 8.3.2 溶媒を、所定の浸漬溶媒体積比／試料表面積比に相当する量を加え、重量と時刻を記録する。
 - 8.3.3 必要に応じて、攪拌装置に容器を設置し、攪拌を開始する。
- 8.4 溶液の交換
 - 8.4.1 所定の期日が来たら、容器を静置し、上澄み液を所定量採取し、ろ過する。攪拌を行わない場合は、溶液を十分に攪拌してから静置し、同様の操作を行う。
 - 8.4.2 ろ過後、直ちにろ液の pH と電気伝導度を測定する。（任意で、酸化還元電位 Eh [mV]を測定する）。ろ液を保存容器に取り分け、硝酸で pH 2 以下に調整し、検液とする。
 - 8.4.3 初期重量となるまで、新たな溶媒を容器に加える。
 - 8.4.4 計画にしたがい、8.4.1 から 8.4.3 までの操作を繰り返す。

シリアルバッチ試験方法（私案）

10. 空試験

試験環境や試験装置・器具などによる目的成分の汚染が生じていないことを確認するために、空試験を適切な頻度で実施する。

11. 結果の整理

（溶出濃度 mg/L の変化を確認）

（溶出量 mg/kg の変化を確認）溶出濃度測定値（mg/L）から、各画分における溶出量を求める。溶液の一部のみを入れ替える場合は、前画分までの溶出量を差し引くこと。

参考資料 A 試験条件の選択肢

試験条件の選択は、試験の目的を明確にした上で適切に行う必要がある。

試験の目的の例として以下が挙げられる：シナリオベース挙動モデルのパラメータ獲得、平衡濃度を知る、 <未>

A.1 溶媒

溶媒は、想定する環境条件を参考に決定する。例として、次の溶媒が考えられる。

水

曝気水

pH 4 希硝酸

海水（人工海水）

酸性やアルカリ性の高い溶媒やイオン強度の大きい溶媒は、溶出を促進する可能性がある。

A.2 浸漬液固比と交換液固比

粒状物の場合、浸漬液固比（L/kg）は、2 または 10 から選択する。成型体の場合、浸漬液固比（m³ 溶媒/m² 試料）は 5 または 10 とする。出来る限り実環境に近い条件で行いたい場合は、海洋や河川など大量の溶媒との接触を想定する場合を除いて、浸漬液固比は小さい方の値を選択する。実環境として大量の溶媒との接触を想定する場合は、浸漬液固比は大きい方の値を選択する。

交換液固比は、浸漬液固比の 1/4（25%）、1/2（50%）、1/1（100%）の中から選択する。実環境に近い条件として浸漬液固比 2 を選択した場合は、浸漬液固比は 1/4 または 1/2 を推奨する。同・浸漬液固比 10 を選択した場合は、浸漬液固比は 1/1 を推奨する。

A.3 交換時刻

交換時刻は、一定間隔（例えば、1 日間隔や 7 日間隔）、または等倍間隔（1 日、2 日、4 日、8 日、16 日、32 日、・・・）から選択する。

A.4 攪拌方法

シリアルバッチ試験方法（私案）

成型体の場合、プロペラ攪拌、吊り下げスターラー攪拌、攪拌なし、の中から選択する。攪拌を行う場合の回転速度は 150 rpm とする。

粒状試料の場合、プロペラ攪拌、吊り下げ式スターラー攪拌、容器回転式攪拌、反復振とう、攪拌なし、の中から選択する。プロペラ攪拌または吊り下げ式スターラー攪拌の場合、回転速度は 150 rpm とする。容器回転式攪拌の場合は 10 rpm 程度、反復振とうの場合は 50 回/分程度とする。