

廃棄物資源循環学会規格（原案）

JSMCWM-0101（2008-03-31）

**再生製品等に含まれる無機物質を対象とする
酸性およびアルカリ性環境における最大溶出可能量試験方法**

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。

この規格は、以下の規格を参考に、試験操作の追加や変更を施して作成した。

NEN 7371

NT ENVIR 003

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が、酸性およびアルカリ性環境に暴露された際の溶出量を評価するために行う化学物質の溶出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、ふっ素、ほう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

4. 用語の定義

- 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 固液分離 液相と固相の分離操作。ろ過、遠心分離、等
- 4.8 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
- 4.9 ろ液 固液分離後の液相を主体とする画分
- 4.10 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
- 4.11 溶出濃度 目的成分の検液中の濃度 (mg/L)
- 4.12 溶出量 溶出濃度を乾燥試料質量あたりに換算した値 (mg/kg)

5. 試験方法の概要

5.1 試験操作の流れ 試験操作は「酸系列」、「アルカリ系列」の2系列から成る。1つの系列では、分取した1つの試験画分に対して溶媒の混合と分離を2回行う（1回目、2回目をそれぞれステップ1、ステップ2と呼ぶ）。最終的に、1系列につき2検液、合計4検液が得られる。図1に試験操作の流れを示す。

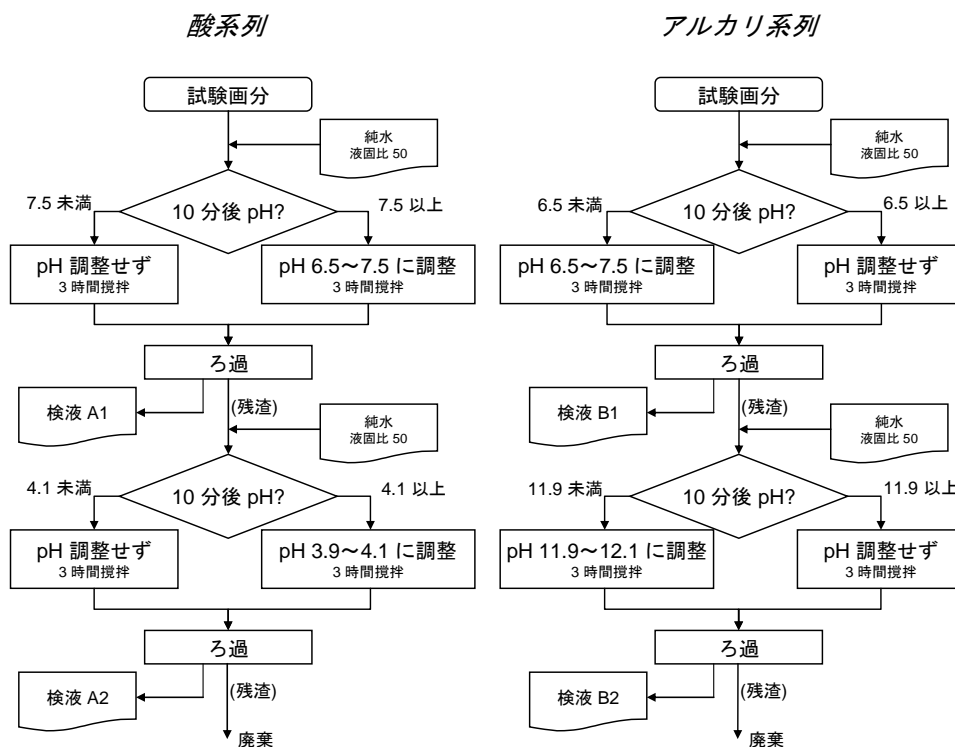


図1 試験操作の流れ

JSMCWM-0101 環境最大溶出可能量試験方法（原案）

- 5.2 酸系列、アルカリ系列共通事項 試料は、粒径 125 μm 以下に微粉碎したものをを用いる。試験は $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ で行う。各ステップ開始の際の液固比は 50 L/kg とする。各ステップで得られる各検液はそれぞれ適切に保存し、目的とする無機成分の溶出濃度を測定する。環境最大溶出可能量 (mg/kg-dry) は、系列ごとに、ステップ 1 とステップ 2 の合計値 (mg/kg) として表す。
- 5.3 酸系列
- 5.3.1 ステップ 1 試料と純水を混合し直ちに攪拌を開始する。攪拌開始から懸濁液の pH を常時観測する。10 分後から 3 時間経過するまでの間、懸濁液の pH が 7.5 を越えた場合は硝酸を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように常時調整し、3 時間攪拌を継続する。7.5 以下の場合は pH の調整は行わずに、3 時間攪拌を継続する。3 時間経過後、固液分離を行う。
- 5.3.2 ステップ 2 ステップ 1 の残渣と純水を混合し直ちに攪拌を開始する。攪拌開始から懸濁液の pH を常時観測する。10 分後から 3 時間経過するまでの間、懸濁液の pH が 4.1 を越えた場合は硝酸を滴下して pH を 3.9 以上 4.1 以下の範囲内となるように常時調整し、3 時間攪拌を継続する。4.1 以下の場合は pH の調整は行わずに、3 時間攪拌を継続する。3 時間経過後、固液分離を行う。
- 5.4 アルカリ系列
- 5.4.1 ステップ 1 試料と純水を混合し直ちに攪拌を開始する。攪拌開始から懸濁液の pH を常時観測する。10 分後から 3 時間経過するまでの間、懸濁液の pH が 6.5 未満となった場合は水酸化ナトリウム溶液を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように常時調整し、3 時間攪拌を継続する。6.5 以上の場合 pH の調整は行わずに、3 時間攪拌を継続する。3 時間経過後、固液分離を行う。
- 5.4.2 ステップ 2 ステップ 1 の残渣と純水を混合し直ちに攪拌を開始する。攪拌開始から懸濁液の pH を常時観測する。10 分後から 3 時間経過するまでの間、懸濁液の pH が 11.9 未満となった場合は水酸化ナトリウム溶液を滴下して pH を 11.9 以上 12.1 以下の範囲内となるように常時調整し、pH が 11.9 以上の場合 pH の調整は行わずに、3 時間攪拌を継続する。3 時間経過後、固液分離を行う。

6. 試薬

- 6.1 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。
- 6.2 硝酸 JIS K 8541 に規定する特級、又はそれと同等の品質のもの。
- 6.3 試験用硝酸 6.2 を適切な濃度に希釈し、あらかじめ標定したもの。必要に応じて複数段階の濃度のものを用意する。
- 6.4 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定する特級、又はそれと同等の品質のもの。
- 6.5 試験用水酸化ナトリウム溶液 6.4 を水に溶解し、適切な濃度に希釈し、あらかじめ標定したもの。必要に応じて複数段階の濃度のものを用意する。

JSMCWM-0101 環境最大溶出可能量試験方法（原案）

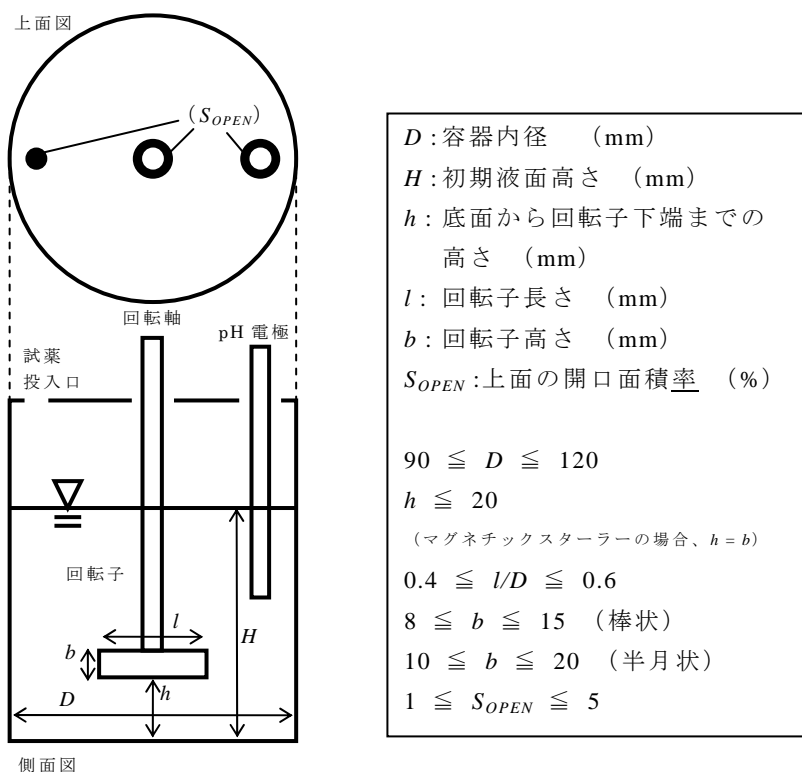


図2 攪拌容器、攪拌装置の概要

7. 装置・器具

7.1 共通事項

- 7.1.1 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。
- 7.1.2 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。

7.2 天秤 10 mg 単位まで測定できるもの。

7.3 攪拌容器 1 L 容量のもの。サイズは図2を参照のこと。

7.4 攪拌棒 手操作によって容器に試料を分散する際に用いる。

7.5 自動攪拌装置 次のいずれかとする。回転数表示機能を持つものが望ましい。

- a) マグネチックスターラー + 回転装置
- b) 回転翼 + つり下げ式回転装置

7.6 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。

7.7 試薬滴下装置又は器具 次のいずれかとする。試薬滴下位置は pH 電極から十分に離すこと（図2参照）。

- a) pH メーターと連動する自動調整装置
- b) ビュレット、ピペット等

7.8 ろ紙 孔径 0.45 μm メンブランフィルターとする。

7.9 吸引ろ過器

7.10 保存容器

7.11 遠心分離装置

8. 試料

8.1 試料の分取 実験室試料からの試料の分取は、JIS M 8100 に準じて行う。

8.2 試験試料の調整 分取した試料を 40℃以下で乾燥し⁽¹⁾、95%以上（乾燥質量割合）の粒子が JIS Z 8801-1 に準拠した 125 μm ふるいを通過するように微粉碎したものを試験試料とする⁽²⁾。試験試料から 16 ±1.6 g を 2 点分取し、試験画分とする（それぞれ X_A、X_B と呼ぶ）。これと別に、試験試料から 5 g 以上を 1 点分取し、JIS A 1125 に基づき含水率を測定する。

注⁽¹⁾ 乾燥時の温度は、溶出挙動に影響を及ぼす可能性のある成分の揮散や化学組成の変化を抑えるために 40℃以下とすること。

注⁽²⁾ 粉碎は、対象成分が汚染されない方法で行うこと。

9. 試験操作

9.1 共通事項

9.1.1 温度 試験は 20 ±5℃で行う。

9.1.2 pH の測定 試薬を滴下している間の pH 値の記録は、試薬滴下直後から 20 秒程度以上経過後に行う。試薬滴下の間隔が短い場合は、pH の測定に際して、試薬滴下の操作を一時的に停止して良い。

9.1.3 固液分離 原則として、遠心分離を行う。毎分約 3000 回転で 20 分間を原則とする。その後、0.45 μm メンブランで吸引ろ過を行う。なおステップ 1 では懸濁液を可能な限り全量ろ過する。ステップ 2 では、分析に必要な量のろ液が確保されれば、懸濁液を全てろ過する必要は無い。

9.2 酸系列

9.2.1 ステップ 1

(1) 試料質量 X_A (g) を 10 mg 以上の精度で秤量する。

(2) 水を 50 × X_A (mL) (=V_{AW}) 攪拌容器に入れ、これに試料を加え、攪拌棒で試料を十分に分散させる。

(3) 自動攪拌装置と pH 電極を設置し、毎分 200 ±20 回転で攪拌を開始する。溶出挙動に対する攪拌強度の影響は大きいため、攪拌装置に回転表示機能が無い場合も回転数を実測し記録する。

(4) 攪拌開始から 10 ±1 分後の pH (pH_{API}) を記録する。10 ±1 分経過後において、pH が 7.5 を越えた場合は、硝酸を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように調整する。pH が 7.5 以下の場合は、途中、pH が 7.5 を越えた場合のみ、硝酸を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように調整する（9.1.2 参照）。以上の pH 調整は 3 時間後の攪拌停止まで継続して行う。用意した硝酸の濃度ごとに滴下量を記録する。滴下量の合計は V_{AW} の 10% を超えないこと。水酸化ナトリウム溶液を滴下してはならない。

(5) 攪拌開始から 3 時間 ±5 分後に pH (pH_{AFI}) を記録し、攪拌を停止する。20

JSMCWM-0101 環境最大溶出可能量試験方法（原案）

±5 分間静置した後、固液分離を行う（9.1.3 参照）。続くステップ 2 での初期液固比を 50 L/kg に可能な限り近づけるために、できるだけ全ての懸濁液をろ過する。分析に必要な量のろ液を保存容器に取り分け、硝酸で pH 2 以下に調整したものを検液 A₁ とする。

- (6) 水を V_{AW} (mL) 用意する。ろ紙やろ過装置に付着した残渣は、用意した水を用いて元の攪拌容器へ洗い入れ、最終的に、残渣と水を全て攪拌容器に移す。ただし、ろ紙は取り除き、廃棄する⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ ろ紙の廃棄に伴う試料の減少の影響が懸念される場合は、ろ紙を乾燥し、付着残渣量を計量して報告する。

9.2.2 ステップ 2

- (1) 攪拌棒で試料を十分に分散させた後、毎分 200±20 回転で攪拌を開始する。溶出挙動に対する攪拌強度の影響は大きいいため、攪拌装置に回転表示機能が無い場合も実測して回転数を記録する。
- (2) 攪拌開始から 10±1 分後の pH (pH_{AP2}) を記録する。10±1 分経過後において、pH が 4.1 を越えた場合は、硝酸を滴下して pH を 3.9 以上 4.1 以下の範囲内となるように調整する。pH が 4.1 以下の場合は、途中、pH が 4.1 を越えた場合のみ硝酸を滴下して pH を 3.9 以上 4.1 以下の範囲内となるように調整する（9.1.2 参照）。以上の pH 調整は 3 時間後の攪拌停止まで継続して行う。用意した硝酸の濃度ごとに滴下量を記録する。添加量の合計は V_{AW} の 10% を超えないこと。水酸化ナトリウム溶液を滴下してはならない。
- (3) 攪拌開始から 3 時間±5 分後の pH (pH_{AF2}) を記録し、攪拌を停止する。20±5 分間静置した後、固液分離を行う（9.1.3 参照）。分析に必要な量のろ液を保存容器に取り分け、硝酸で pH 2 以下に調整したものを検液 A₂ とする。

9.3 アルカリ系列

9.3.1 ステップ 1

- (1) 試料質量 X_B (g) を 10 mg 以内の精度で秤量する。
- (2) 水を 50×X_B (mL) (=V_{BW}) 攪拌容器に入れ、これに試料を加え、攪拌棒で試料を十分に分散させる。
- (3) 自動攪拌装置と pH 電極を設置し、毎分 200±20 回転で攪拌を開始する。溶出挙動に対する攪拌強度の影響は大きいいため、攪拌装置に回転表示機能が無い場合も回転数を実測し記録する。
- (4) 攪拌開始から 10±1 分後の pH (pH_{BP1}) を記録する。10±1 分経過後において、pH が 6.5 未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように調整する。pH が 6.5 以上の場合は、途中、pH が 6.5 未満となった場合のみ、水酸化ナトリウム溶液を滴下して pH を 6.5 以上 7.5 以下の範囲内となるように調整する（9.1.2 参照）。以上の pH 調整は 3 時間後の攪拌停止まで継続して行う。用意した水酸化ナトリウム溶液の濃度ごとに滴下量を記録する。滴下量の合計は V_{BW} の 10% を超えないこと。硝酸を滴下してはならない。
- (5) 攪拌開始から 3 時間±5 分後に pH (pH_{BF1}) を記録し、攪拌を停止する。20±5 分間静置した後、固液分離を行う（9.1.3 参照）。続くステップ 2 での初期液固比を 50 L/kg に可能な限り近づけるために、できるだけ全ての懸濁液をろ過する。分析に必要な量のろ液を保存容器に取り分け、硝酸で pH 2 以

JSMCWM-0101 環境最大溶出可能量試験方法（原案）

下に調整したものを検液 A1 とする。

- (6) 水を V_{BW} (mL) 用意する。ろ紙やろ過装置に付着した残渣は、用意した水を用いて元の攪拌容器へ洗い入れ、最終的に、残渣と純水を全て攪拌容器に移す。ただし、ろ紙は取り除き、廃棄する⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ ろ紙の廃棄に伴う試料の減少の影響が懸念される場合は、ろ紙を乾燥し、付着残渣量を計量して報告する。

9.3.2 ステップ 2

- (1) 攪拌棒で試料を十分に分散させた後、毎分 200 ± 20 回転で攪拌を開始する。溶出挙動に対する攪拌強度の影響は大きいため、攪拌装置に回転表示機能が無い場合も実測して回転数を記録する。
- (2) 攪拌開始から 10 ± 1 分後の pH (pH_{BP2}) を記録する。 10 ± 1 分経過後において、pH が 11.9 未満の場合は、水酸化ナトリウム溶液を滴下して pH を 11.9 以上 12.1 以下の範囲内となるように調整する。 pH_{BP2} が 11.9 以上の場合は、途中、pH が 11.9 未満となった場合のみ、水酸化ナトリウム溶液を滴下して 11.9 以上 12.1 未満の範囲内となるように調整する (9.1.2 参照)。以上の調整は 3 時間後の攪拌停止まで継続して行う。用意した水酸化ナトリウム溶液の濃度ごとに滴下量を記録する。滴下量の合計は V_{BW} の 10% を超えないこと。硝酸を滴下してはならない。
- (3) 攪拌開始から 3 時間 ± 5 分後の pH (pH_{BF2}) を記録し、攪拌を停止する。 20 ± 5 分間静置した後、固液分離を行う (9.1.3 参照)。ろ液は、分析に必要な量を保存容器に取り分け、硝酸で pH 2 以下に調整したものを検液 B2 とする。

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、試料を用いない空試験を適切な頻度で実施する。

11. 分析

検液の分析は JIS K 0102、または公的に確立された方法に準拠して行う⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 測定濃度の定量下限値は、一般に、環境基準値の 1/10 程度以下が望ましい。

12. 結果の報告

12.1 結果の表示

表 1 にしたがって結果を表示する。

表 1 環境最大溶出可能量試験 結果の整理

試料名		(試料名)				定量 下限
系列		酸系列		アルカリ系列		
添加試薬		硝酸		水酸化ナトリウム 水溶液		
ステップ		ステップ 1	ステップ 2	ステップ 1	ステップ 2	
含水率	%					
試験試料量	g					
初期水量	mL					
試薬(1)濃度	mol/L					
試薬(2)濃度	mol/L					
試薬(1)累積滴下 量	mL					
	mol/kg					
試薬(2)累積滴下 量	mL					
	mol/kg					
pH (10 分後)	-					
pH (3 時間後)	-					
溶出 濃度	○○	mg/L				
	△△	mg/L				
	□□	mg/L				
	××	mg/L				
溶出 量	○○	mg/kg				
	△△	mg/kg				
	□□	mg/kg				
	××	mg/kg				
最大 溶出 可能 量	○○	mg/kg				
	△△	mg/kg				
	□□	mg/kg				
	××	mg/kg				

12.2 試験条件の表示

以下の試験条件を表示する。

- 12.1 容器条件（容器内径、初期液面高さ、底面から回転子上端までの高さ、容器上面の開口面積割合）
- 12.2 pH 電極校正点（4, 7, 9, 12 など）
- 12.3 攪拌方法（マグネチックスターラー、プロペラ攪拌 など）
- 12.4 回転子の形状、幅、高さ
- 12.5 滴下方法（自動ビュレット、手動ビュレット、手動ピペット など）
- 12.6 回転子回転数と誤差範囲
- 12.7 測定前処理（硝酸添加、硝酸加熱 など）および測定方法

定量下限値を含む場合の表記方法（案）

最大溶出可能量は、第 1 段階と第 2 段階の 2 液の溶出量の合計値で表す。

ここで 2 液のいずれかが定量下限未満であった場合について、合計値としての最大溶出可能量の計算・表記方法を以下に示す。

- a) 2 液いずれも定量下限未満：定量下限値を合計し、その数値の前に定量下限未満であることを示す“<”を付す。
- b) 1 液のみが定量下限未満：定量下限値を他方（定量下限以上の値）に足し合わせることにし、最終的に有効数字で四捨五入する。
 - b-1) このとき、定量下限値の寄与が残る場合は、数値の右肩に“*”を付す。
各ステップの測定値を括弧内に併記することを推奨する。
 - b-2) 寄与が残らない場合は特に記号を付さない。

定量下限値を採用する考え方はオランダ規格 NEN 7375 拡散溶出試験における方法を参考にした。ただし NEN 7375 では特別な記号は残さず、定量下限値をそのまま定量値として積算に使用している。

	定量下限	Step 1	Step 2	最大溶出可能量の 表記方法	備考
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	
a)	0.1	定量下限未満	定量下限未満	<0.2	
b-1)	0.1	定量下限未満	1.4	1.5* 1.5* (<0.1 + 1.4)	記号“*”は必須 括弧書きは推奨
b-2)	0.1	定量下限未満	28	28	定量下限値の寄 与が有効数字と して残らない