

**廃棄物資源循環学会規格（草案）**  
JSMCWM-TS0102 (2008-03-31)

**再生製品等に含まれる無機物質を対象とする  
連続調整方式による pH 依存性試験方法**

**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。

CEN TS 14997

**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暴露される pH の影響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、フッ素、ホウ素などの無機物質である。この試験方法は JSMCWM-0103「再生製品等に含まれる無機物質を対象とした試薬初期添加方式による pH 依存性試験方法」とは異なる。

**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 平衡状態 試験の最終 4 時間に加えられた酸/アルカリの量が、試験全体で加えられた酸/アルカリの総量の 2% 以下である状態
- 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あたりに換算した値 (mg/kg)

#### **5. 試験方法の概要**

- 5.1 原則として 8 系列以上のバッチ試験を実施する。
- 5.2 1 つの系列における溶出操作は、試薬（酸またはアルカリ）を連続的に添加して、pH 設定値を約 48 時間保持することで完了する。
- 5.3 pH 設定値は、最小値 4 以下、最大値 12 以上、直近の pH 値の差は 1.5 以内を原則とする<sup>(1)</sup>。
- 5.4 試料は 1 mm ふるい通過分画を用いる（粉砕可）。
- 5.5 平衡状態は、各系列の最終段階で確認する。
- 5.6 各系列の液固比は、最終的な溶媒の総体積で  $10 \pm 1$  L/kg とし、最終的な添加試薬体積は液固比 1 L/kg 以内とする。
- 5.7 各検液は適切に保存し、目的とする無機成分の溶出濃度 (mg/L) を測定する。
- 5.8 最終的な結果は溶出濃度 (mg/L) で表す<sup>(2)</sup>。
- 5.9 各試薬の消費量から、酸/アルカリ中和容量曲線を求めることができる。中和容量曲線は、各々の pH に対して加えられた試薬の量 (mol/kg) で表す。

注<sup>(1)</sup> 試料と特性や目的に応じて、系列数や pH 範囲は減じて良い。この pH 範囲をカバーするために必要な試薬量の範囲は、予備滴定試験、他の入手可能なデータなどから予測する。

注<sup>(2)</sup> 他の単位での表現 (mg/kg など) も可能である。ただし、この試験は平衡状態すなわち溶解度制御下での溶出濃度の把握を目的としていることから溶出濃度 (mg/L) が最も適当である。

## 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 濃硝酸 JIS K 8541 に規定されたもの
- 6.3 硝酸 濃硝酸を適切な濃度に調製したもの<sup>(1)</sup>
- 6.4 水酸化ナトリウム溶液； JIS K 8576 に規定されたものを適切な濃度に調製したもの<sup>(1)</sup>  
注<sup>(1)</sup> あらかじめ標定しておくことが望ましい。

## 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  
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 単位以下まで測定できるもの
- 7.3 破碎装置
- 7.4 ふるい 目開き 1 mm のもの
- 7.5 攪拌容器 試料 15 g に対しては 250 mL、30 g に対しては 500 mL、60 g に対して  
は 1 L の容器を用意する。CO<sub>2</sub> の流入を防ぐために、容器の開口部はできるだけ  
小さいことが望ましい<sup>(1)</sup>。ただし pH 電極と試薬滴下部の設置、発生ガス放出のため  
の小孔が必要である<sup>(2)</sup>。
- 7.6 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 + つり下げ式攪拌装置
- 7.7 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。
- 7.8 pH 連動型自動試薬滴下装置 (pH コントローラ) 酸またはアルカリを自動滴下  
し、pH 値 0.1 以上の精度で pH を制御できること。
- 7.9 ろ紙 孔径 0.45 μm のメンブランフィルター
- 7.10 吸引ろ過器
- 7.11 保存容器
- 7.12 遠心分離装置  
注<sup>(1)</sup> 特に高アルカリ性側では CO<sub>2</sub> の溶解が進行し結果に重大な影響を与える場  
合がある。必要に応じて、窒素雰囲気下で試験を行う。  
注<sup>(2)</sup> 試料によってはガス (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> など) が発生する場合がありますので、予備試験  
などであらかじめ確認しておくこと。必要に応じて、ドラフト内で試験操作  
を行うこと。

## 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<sup>(1)</sup>、95%以上（乾燥質量割合）の粒子が JIS Z 8801-1 に準拠した 1 mm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<sup>(2)</sup>。試料分取器もしくは四分法で、母試料を 8 分画以上に分ける。1 分画は 15 g, 30 g, または 60 g のいずれかとする（乾燥重量、許容誤差±10%以内）<sup>(1)</sup>。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<sup>(1)</sup> 破碎による新たな試料表面は時間経過とともに状態が変化する可能性があるため、破碎後はできるだけ迅速に試験を実施することが望ましい。特に高アルカリ性の試料は空気との接触により炭酸化が進行する可能性があるため、乾燥後は密閉保管し、破碎は必要に応じて窒素雰囲気下で行うことが望ましい。

## 9. 準備計算

- 9.1 系列数と pH 設定値の決定
- 9.1.1 試験は原則として、pH 設定値の異なる 7 系列以上および自己 pH 値を求めるための 1 系列の、合計 8 系列以上を実施する。
- 9.1.2 各系列の pH は、原則として、最小値 4 以下、最大値 12 以上、直近の pH 値の差は 1.5 以内となるように設定する<sup>(1)</sup>。
- 注<sup>(1)</sup> 試料の性質によっては達成が困難な場合も考えられる。また、必要な情報が酸性側またはアルカリ性側に限定される場合も考えられる。このような場合、系列数を減らして良い。
- 9.2 各系列の溶媒体積と添加試薬濃度の決定
- 9.2.1 予備試験より、pH 設定値を保持するために必要な酸消費量予測値  $A$  (mol/kg) またはアルカリ消費量予測値  $B$  (mol/kg) を求める。
- 9.2.2 試料重量  $M_w$  (g) に対して、 $L/S=10$  (L/kg) となる試験終了時の溶媒の総体積予測値  $V_L$  (L) を計算する<sup>(2)</sup>。
- $$M_d = (1 - W)M_w$$
- $$V_L = 10M_d - WM_w$$
- $W$  試料の含水率 (g-水/g-湿試料)
- $M_d$  乾燥試料重量 (g)
- 注<sup>(1)</sup>  $V_L$  は最終的な添加試薬（酸／アルカリ）の体積も含まれる。
- 9.3 添加試薬（酸／アルカリ）の必要最低濃度 (mol/L) を計算し、実際に用いる添加試薬濃度は、これより高濃度のものを選択する。ここで、添加試薬の体積は液固比 1 (L/kg) を超えないこととする。

$$C_{A(\min)} = \frac{A \cdot M_d}{V_{L/S1}}$$

$$C_{B(\min)} = \frac{B \cdot M_d}{V_{L/S1}}$$

## JSMCWM-TS 0102 pH 依存性試験方法（連続調整方式）（草案）

$C_{A(\min)}$	酸の最低必要濃度 (mol/L)
$C_{B(\min)}$	アルカリの最低必要濃度 (mol/L)
A	酸消費量予測値 (mol/kg)
B	アルカリ消費量予測値 (mol/kg)
$M_d$	乾燥試料重量 (g)
$V_{L/S1}$	L/S=1 に相当する溶媒体積 (mL), $V_{L/S1} = M_d$

9.4 添加試薬体積予測値  $V_A, V_B$  (mL) および試験開始時に加える純水の体積  $V_{ini}$  を計算する。

$$V_A = \frac{A \cdot M_d}{1000 \cdot C_A}$$

$$V_B = \frac{B \cdot M_d}{1000 \cdot C_B}$$

$$V_{ini} = V_L - V_A \quad \text{または} \quad V_{ini} = V_L - V_B$$

$C_A$  添加する酸の試薬濃度 (mol/L)

$C_B$  添加するアルカリの試薬濃度 (mol/L)

## 10. 試験操作

- 10.1 試験は 20°C ± 5°C で行う。
- 10.2 試料重量  $M_w$  (g) を 10 mg 単位で秤量する。
- 10.3 試験容器に試料を入れ、純水  $V_{ini}$  (mL) を加える。
- 10.4 pH 電極と pH コントローラを設置し<sup>(1)</sup>、攪拌を開始する。
- 10.5 試薬を添加し pH を設定値に調整保持する<sup>(2)</sup>。
- 10.6 開始から 4 時間後までの試薬添加量 (mL) および pH を記録する<sup>(3)</sup>。
- 10.7 開始から 44 時間後までの試薬添加量 (mL) および pH を記録する<sup>(3, 4)</sup>。
- 10.8 開始から 48 時間後までの試薬添加量 (mL) および pH を記録する<sup>(3, 4)</sup>。
- 10.9 懸濁液を 15 ± 5 分間静置後、固液分離を行う<sup>(5)</sup>。
- 10.10 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。

注<sup>(1)</sup> 試薬が十分に攪拌されないまま電極に触れると pH の極端な変動が表示される場合があるため、電極と試薬の投入位置は十分に離すこと。

注<sup>(2)</sup> pH 設定値に対する許容範囲は、直前の試薬添加から 5 分以上経過後の pH 値で ±0.1 を目標とする。試験開始から 1 時間以上経過後において、直前の試薬添加から 5 分以上経過後の pH 値が設定値 ±0.3 を外れた場合は試験を中止する。自己 pH の場合を除く。

注<sup>(3)</sup> 直前の試薬添加から 5 分以上経過後の pH 値とする。試薬添加動作により pH の測定が困難な場合は、一時的に試薬添加を中断して良い。

注<sup>(4)</sup> t0+44h から t0+48h までの酸／アルカリ添加量は t0 から t0+48h までの総酸／アルカリ消費量 [Mol/Kg] の 2% を超えてはならない。超えた場合は試験を延長する。延長は最大 7 日間である。この場合平衡状態を判断する期間は最後の 24 時間（つまり 6 日目と 7 日目の間）である。試験を延長しても平衡状態に達しない設定値の結果は用いてはならず、報告書にその旨を記載する。なお、これは本規格の正規な手順ではない。

注<sup>(5)</sup> 自己 pH において電気伝導度が極めて低い場合、懸濁液中でコロイドが形成され、ろ紙の目詰まりや濃度上昇が起こる。この現象は、自己 pH に最も近

## JSMCWMM-TS 0102 pH 依存性試験方法（連続調整方式）（草案）

い pH 設定値の系列に添加された試薬量と同量の  $\text{NaNO}_3$  を添加することによって回避できる。使用した  $\text{NaNO}_3$  の濃度と量は報告すること。

### **11. 空試験**

- 11.1 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。
- 11.2 空試験での pH 設定値は 4, 7, 12 が望ましい。
- 11.3 本試験での溶出濃度に対して、空試験での溶出濃度は 10% 以下でなければならない。また、本試験での溶出濃度が定量下限以下の場合、空試験での溶出濃度も定量下限以下でなければならない。
- 11.4 空試験の溶出濃度を本試験の溶出濃度から差し引いてはならない<sup>(1)</sup>。
- 11.5 空試験の結果は別紙で報告すること。  
注<sup>(1)</sup> この試験は平衡状態の達成が目的である。空試験の結果を差し引くと平衡状態における濃度が得られなくなる。

### **12. 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<sup>(1)</sup>。

注<sup>(1)</sup> 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。

### **14. 報告事項**

各溶出液の pH 値と測定濃度を報告する。（未完）