

4.吸着脱着

【項目】吸着/脱着

表 吸着/脱着試験規格一覧

	OECD	EU	EPA
土壌	106 バッチ平衡を用いた吸脱着法		835.1230 吸着/脱着（バッチ平衡） 835.1220 吸着/脱着等温線
土壌および下水汚泥	121 高速液体クロマトグラフィー（HPLC）を用いた土壌および下水汚泥における吸着係数（K _{oc} ）の推算	C19 吸脱着：HPLCによる土壌および下水汚泥試験	

4.吸着脱着

1. バッチ平衡を用いた吸脱着法

試験法		OECD	EU	EPA	条件の違いが結果に与える影響の考察
試験法 No		106		835.1230、1220	
試験法名称		バッチ平衡を用いた吸脱着法		吸着/脱着 (バッチ平衡) 吸着/脱着等温線	
適用範囲		水に難溶(Sw<10 ⁻⁴ g/L)、高電荷物等水相中濃度が精度を持って測定できないものは適さない。		[1230] 水に難溶(Sw<10 ⁻⁴ g/L)、高電荷物等水相中濃度が精度を持って測定できないものは適さない。 [1220] 純度の高いもの。 分析で測定できる濃度まで水に溶解しない物質、不安定な物質、水に不溶なガス、土壌表面で触媒分解するものは適さない。	
被験物質に関すること		標識化合物、非標識化合物 (≥95%)		[1230]標識化合物 (推奨)、非標識化合物 (≥95%) [1220]記載なし。	
試験条件	土壌の選択および特性	有機炭素含量、壤土含量、pH で特徴付けられた 7 種の土壌から選択。		[1230] 土壌選択のガイダンスは粒径のみ。選択した土壌を有機炭素含量、壤土含量、pH を測定して特徴付ける。 [1220] 次の 3 種の土壌を用いる。 ①pH4.5-5.5、壤土 5%、有機炭素 0.6-3.5%の土壌 ② pH5.6-6.5、壤土 15-25%、有機炭素 0.6-2.3%の土壌 ③ pH 7.1-8.0、CaCO ₃ 1-10%、壤土 11-25%、有機炭素 0.6-2.3%	OECD と EPA1230,1220 で土壌選択のガイダンスが異なる。土壌の性質が大きく違くと結果にも大きな影響を与えると推測。 OECD106、EPA1230 は土壌や pH が様々なことに対し、EPA1220 は条件が決まっているため、1220 で取得された試験データの比較は行ないやすい。
	土壌の準備	土壌の採取技術や道具で指定のものはない。 採取場所は UTM または測地から定義。		[1230]採取場所は UTM または測地から定義。 [1220]温帯地域のもの	
	土壌の保存	採取した土壌の保存期限はない。		[1230]採取した土壌の保存期限はない。 [1220]記載なし	
	土壌の取扱いと準備	室温 (20-25℃) で風乾する。 粒径 2mm 以下を篩う。 105℃で恒温まで乾燥 (含水量の測定)		[1230] 室温 (20-25℃) で風乾する。 粒径 2mm 以下を篩う。 105℃で恒温まで乾燥 (含水量の測定) [1220] 2 倍の重量の水で平衡化する。粒径 2mm 以下を篩う。100℃で 12h の乾燥重量を得ておく。	

4.吸着脱着

試験法	OECD	EU	EPA	条件の違いが結果に与える影響の考察
試験法 No	106		835.1230、1220	
試験法名称	バッチ平衡を用いた吸脱着法		吸着/脱着（バッチ平衡） 吸着/脱着等温線	
被験物質	0.01M 塩化カルシウム水溶液で適当な濃度とする。		[1230] 定量下限より高い濃度で3点準備 [1220] 予備試験・スクリーニング：0.01M 塩化カルシウム溶液で、飽和濃度の約半分の濃度が5mg/Lを超えない。 詳細試験：0.04,0.20,1.00,5.00mg/L	初期濃度の違いは、吸着/脱着の速度に影響を与える（低濃度で低い速度、低濃度での平衡）。
試験に不可欠の事項	分析条件（溶液・土壌吸着分両者） 土壌:溶液比は開始時に 1:5		[1230] 分析条件（溶液・土壌吸着分両者） 土壌:溶液比は開始時に 1:5 [1220]記載なし	
試験装置・器具	容器・遠沈管等（材質不活性のもの）、 振とう機、物質濃度測定ができるもの （クロマトなど）		[1230] 物質濃度測定ができるもの（クロマトなど） [1220]記載なし	
試験温度	室温（できれば 20-25℃）		[1230]室温（できれば 20-25℃） [1220]室温	各国規格における常温や室温の定義の違いを受け入れたものと推測。結果への影響は考えら得るが、試験操作のばらつき程度と推測される。
第一段階（初期検討） （吸着・吸着平衡など） 予備試験（EPA1220）	<ul style="list-style-type: none"> ・2種類の土壌を用いる。 ①土壌 50g/試験溶液 50cm³ ②土壌 10g/試験溶液 50cm³ ③土壌 2g/試験溶液 50cm³ ・0.01M CaCl₂ で事前平衡(12hr)。 ・被験物質の初期濃度は検出限界より2桁大きく、溶解度の半分を超えない。 ・吸着平衡に達するまで(24hr)振とう。 ・一定時間に溶液を採取し、被験物質濃度を分析。 		[1230] <ul style="list-style-type: none"> ・2種類の土壌を用いる。 ①土壌 50g/試験溶液 50cm³ ②土壌 10g/試験溶液 50cm³ ③土壌 2g/試験溶液 50cm³ ・0.01M CaCl₂ で事前平衡(12hr)。 ・被験物質の初期濃度は検出限界より2桁大きく、溶解度の半分を超えない。 ・吸着平衡に達するまで(24hr)振とう。 ・一定時間に溶液を採取し、被験物質濃度を分析。 [1220] 被験物質溶液に加え、攪拌し、吸着させる。水相の被験物質の分析が可能か確認する。	
第二段階（吸着速度） スクリーニング（EPA1220）	同一の土壌を5つ用意し、同濃度の試験溶液を加え、2,4,6,8,24hrの接触時間における吸着量を評価する。時間に対しプロット（吸着速度）。		[1230] 同一の土壌を5つ用意し、同濃度の被験物質溶液を加え、2,4,6,8,24hrの接触時間における吸着量を評価する。時間に対しプロット（吸着速度）。	

4.吸着脱着

試験法	OECD	EU	EPA	条件の違いが結果に与える影響の考察
試験法 No	106		835.1230、1220	
試験法名称	バッチ平衡を用いた吸脱着法		吸着/脱着 (バッチ平衡) 吸着/脱着等温線	
第三段階 (吸着等温線、脱着速度) 詳細試験 (EPA1220)	第二段階の結果を用いて吸着等温線を描く。 被験物質が吸着した試料に 0.01M CaCl ₂ を加えて、脱着速度、脱着等温線を求める。		[1220] 土壌を 3 種類用いる。被験物質溶液を加え 16hr 攪拌。溶液を除去後 0.01M CaCl ₂ で 16hr 脱着試験。 [1230] 第二段階の結果を用いて吸着等温線を描く。 被験物質が吸着した試料に 0.01M CaCl ₂ を加えて、脱着速度、脱着等温線を求める。 [1220] それぞれの土壌に被験物質溶液を加え、吸着等温線を得る。	
溶液の前処理	採取した溶液はろ過または遠心して水相を得る。遠心は 0.2 μm より大きい粒子を除去。		[1230][1220] 採取した溶液は遠心して水相を得る。遠心は 0.2 μm より大きい粒子を除去。	
分析	[標識化合物] 水相や土壌中の放射線量の測定。 [非標識化合物] 水相中の被験物質を分析。		[1230] 標識化合物：水相や土壌中の放射線量の測定。 非標識化合物：水相中の被験物質を分析。 [1220] 水相中の被験物質を分析し、初期濃度度の差を求める。	
報告	吸着、分配係数、吸着等温線、脱着、脱着等温線		[1230] 吸着、分配係数、吸着等温線、脱着、脱着等温線、物質収支 [1220] 吸着、吸着等温線、脱着、脱着等温線、物質収支	
計算式	①吸着量 A _{ti} $A_{ti} = \frac{m^{ads}(t_i) \cdot 100}{m_0} (\%)$ A _{ti} :時間 t _i における吸着率(%) m ^{ads} (t _i):時間 t _i における土壌への被験物質吸着量(μg) m ₀ :試験開始時における試験容器からの被験物質質量(ブランク) (μg) ②分配係数 K _d $K_d = \frac{m^{ads}(t_i) \cdot V_s}{(m_0 - m^{ads}(t_i)) \cdot V_w}$		[1230][1220] ①吸着量 A _{ti} $A_{ti} = \frac{m^{ads}(t_i) \cdot 100}{m_0} (\%)$ A _{ti} :時間 t _i における吸着率(%) m ^{ads} (t _i):時間 t _i における土壌への被験物質吸着量(μg) m ₀ :試験開始時における試験容器からの被験物質質量(ブランク) (μg) ②分配係数 K _d	

4.吸着脱着

試験法	OECD	EU	EPA	条件の違いが結果に与える影響の考察
試験法 No	106		835.1230、1220	
試験法名称	バッチ平衡を用いた吸脱着法		吸着/脱着 (バッチ平衡) 吸着/脱着等温線	
	<p>$C_{ads_s}(eq)$:吸着平衡時における土壌への物質吸着濃度($\mu\text{g g}^{-1}$) $C_{ads_{aq}}(eq)$:吸着平衡時における液相中の物質吸着濃度量($\mu\text{g cm}^{-3}$) (ブランクを考慮した定量値) $m^{ads_s}(eq)$:吸着平衡時における土壌への被験物質吸着量(μg) $m^{ads_{aq}}(eq)$:吸着平衡時における液中の被験物質質量(μg) m_{soil}:土壌量(Dry ベース) (g) V_0:初期液量(cm^3)</p> <p>③脱着</p> $D_t = \frac{m_{des}^{aq}(t_i)}{m^{ads_s}(eq)} \cdot 100 \text{ (\%)}$ <p>D_{t_i}:時間 t_i における脱着の割合(%) $m_{des}^{aq}(t_i)$:時間 t_i における土壌からの脱着被験物質質量(μg) $m^{ads_s}(eq)$: 吸着平衡時における土壌への被験物質吸着量(μg)</p> <p>④見かけ上の脱着係数</p> $K_{des} = \frac{D_{t_i} \cdot m_{soil} - m_{des}^{aq}(t_i)}{m_{soil} \cdot C_{ads_{aq}}(t_i)}$ <p>K_{des}:脱着係数($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) $m_{des}^{aq}(eq)$:脱着平衡時における土壌からの全被験物質脱着量(μg) V_T:脱着反応速度試験中の土壌に接触した全液量(cm^3)</p>		<p>$C_{ads_s}(eq)$:吸着平衡時における土壌への物質吸着濃度($\mu\text{g g}^{-1}$) $C_{ads_{aq}}(eq)$:吸着平衡時における液相中の物質吸着濃度量($\mu\text{g cm}^{-3}$) (ブランクを考慮した定量値) $m^{ads_s}(eq)$:吸着平衡時における土壌への被験物質吸着量(μg) $m^{ads_{aq}}(eq)$:吸着平衡時における液中の被験物質質量(μg) m_{soil}:土壌量(Dry ベース) (g) V_0:初期液量(cm^3)</p> <p>③脱着</p> $D_t = \frac{m_{des}^{aq}(t_i)}{m^{ads_s}(eq)} \cdot 100 \text{ (\%)}$ <p>D_{t_i}:時間 t_i における脱着の割合(%) $m_{des}^{aq}(t_i)$:時間 t_i における土壌からの脱着被験物質質量(μg) $m^{ads_s}(eq)$: 吸着平衡時における土壌への被験物質吸着量(μg)</p> <p>④見かけ上の脱着係数</p> $K_{des} = \frac{D_{t_i} \cdot m_{soil} - m_{des}^{aq}(t_i)}{m_{soil} \cdot C_{ads_{aq}}(t_i)}$ <p>K_{des}:脱着係数($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) $m_{des}^{aq}(eq)$:脱着平衡時における土壌からの全被験物質脱着量(μg) V_T:脱着反応速度試験中の土壌に接触した全液量(cm^3)</p>	
報告内容	被験物質、土壌、試験条件の詳細な記述と結果		[1230][1220] 被験物質、土壌、試験条件の詳細な記述と結果	
試験の精度に関すること	表に濃度変化と分析法の精度への影響について記載。 二重測定をおこなう。		[1230] 表に濃度変化と分析法の精度への影響について記載。 二重測定をおこなう。 [1220] 二重測定をおこなう。	

4.吸着脱着

2.高速液体クロマトグラフィーを用いた土壌および下水汚泥における吸着係数の推算

試験法	OECD	EU	EPA	条件の違いが結果に与える影響の考察
試験法 No	121	C19		
試験法名称	高速液体クロマトグラフィー(HPLC)を用いた土壌および下水汚泥における吸着係数 (Koc) の推算	吸脱着：HPLC による土壌および下水汚泥試験		
適用範囲	HPLC で検出可能なもので、実験中に安定なもの。 logKoc が 1.5～5.0 のもの。 溶離液や固定相と反応するもの、土壌・下水中の無機分と反応するもの、活性のあるものは適さない。	HPLC で検出可能なもので、実験中に安定なもの。 logKoc が 1.5～5.0 のもの。 溶離液や固定相と反応するもの、土壌・下水中の無機分と反応するもの、活性のあるものは適さない。		
被験物質に関すること	記載なし	記載なし		
基準物質	HPLC の保持時間と吸着係数 Koc を関連付けるための校正曲線に使用できるものが指定されている。 最低 6 点、予想値に対し 1 点は上、1 点は下。	HPLC の保持時間と吸着係数 Koc を関連付けるための校正曲線に使用できるものが指定されている。最低 6 点、予想値に対し 1 点は上、1 点は下 (左に同じ物質)。		
試験条件	試験装置・器具	HPLC シアノプロピル固定相カラム	HPLC シアノプロピル固定相カラム	
	移動層	メタノール/水 (55/45) メタノール/0.01M クエン酸緩衝液 (pH=6.0) (55/45)	メタノール/水 (55/45) メタノール/0.01M クエン酸緩衝液 (pH=6.0) (55/45)	
	試薬	HPLC グレード	HPLC グレード	
	溶質	被験物質と基準物質は溶離液に溶解させる。	被験物質と基準物質は溶離液に溶解させる。	
	試験温度	特になし (温度は記録する)	特になし (温度は記録する)	
	デッドタイムの測定	OECD117 の方法またはホルミット [®] 、尿素、硝酸ナトリウムの注入による。	OECD117 の方法またはホルミット [®] 、尿素、硝酸ナトリウムの注入による。	
	結果の表記	分配係数、吸着係数	分配係数、吸着係数	
報告内容	被験物質、装置、HPLC 条件、カラムなどの詳細な条件	被験物質、装置、HPLC 条件、カラムなどの詳細な条件		
試験の精度に関すること	正確さ； 吸着係数 logKoc ±0.5log 単位以内 繰り返し性； N=2 で実施。logKoc の各値は 0.25log 単位以内に収まる。検証した 48 物質の再現性は R=0.95 であった。	正確さ； 吸着係数 ±0.5log 単位以内 繰り返し性； N=2 で実施。各値は 0.25log 単位以内に収まる。検証した 48 物質の再現性は R=0.95 であった。		