

附属書 10

水性媒体中の 金属および金属化合物の 変化/溶解に関する手引き

附属書 10

水性媒体中の金属および金属化合物の変化/溶解に関する手引き¹

A10.1 序文

A10.1.1 この試験の手引きは、一般に環境中に生じる条件を再現した一連の標準的な実験的条件の下で、金属および難水溶性の金属化合物が、利用性のある水溶性イオン性やその他の金属を含んだ物質種を生成する速度と程度を決定するために考案されたものである。これらが決定されれば、その情報を、水溶性物質種が由来する金属または難水溶性金属化合物の、短期および長期の水生毒性を評価するのに用いることができる。この手引きは、金属並びに難水溶性の無機金属化合物（SSIMs）の毒性試験およびデータ解釈の確立に向けた OECD の下での国際的な努力の成果である（本附属書の参考文献 1 および附属書 9 の A9.7 章を参照）。OECD と EU 内における最近の会議と討議の結果、数種の金属と金属化合物について、本手引きの基礎となる実験作業が行われ、報告された（本附属書の参考文献 5～11）。

A10.1.2 金属および難溶性金属化合物の短期および長期の水生毒性に関する評価は、(a) 標準的な水性媒体中における変化または溶解によって生成される、溶液中の金属イオン濃度と、(b) 水溶性金属塩に関して測定された、適切な標準的環境毒性データ（急性および慢性毒性値）とを比較することになっている。本文書は、こうした変化/溶解試験を実施するための指針を提供するものである。こうした変化/溶解プロトコールの結果を用いて、環境有害性の分類を行うための戦略については、この手引きの範囲ではなく、附属書 9 の A9.7 を参照されたい。

A10.1.3 本手引きに関しては、金属および難溶性金属化合物の変換が、試験との関係で以下のように定義、特徴付けられている。

- (a) 金属 M^0 は、元素状態では水に溶けないが、変換されて利用性のある形態をとることがある。これは、元素状態の金属が媒体と反応して可溶性の陽イオン性または陰イオン性の生成物を形成し、その過程においてこの金属が中性もしくはゼロ酸化状態からより高い酸化数の状態に酸化、もしくは変換することを意味している。
- (b) 酸化物や硫化物などの単純な金属化合物においては、金属は既に酸化された状態で存在するので、そうした化合物が水性媒体に導入されても、さらに金属酸化が起こることはありそうもない。しかし、酸化状態に変化はなくても、媒体との相互作用によって、より可溶性の形態を生成することもある。難溶性の金属化合物は、その溶解度積を算定することが可能であり、かつ溶解によって少量の利用性のある形態を生成する化合物と考えることができる。しかし例えば水酸化アルミニウムのように、最終的な溶液濃度は変換/溶解試験の過程で析出する金属化合物の溶解度積などの、数多くの要因によって影響されることは認識すべきである。

A10.2 原則

A10.2.1 この試験の手引きは、pH の緩衝能力を持つ水性媒体中で、様々な量の被験物質を攪拌し、一定時間ごとにサンプルをとって水溶液の分析を行い、水中に溶存する金属イオンの濃度を測定するという、単純な実験手続に基づく、標準的な実験室での変化/溶解プロトコールとして意図されたものである。以下のテキストでは、2 つの異なるタイプの試験について述べる。

¹ OECD Environment, Health and Safety Publications, Series on Testing and Assessment, No.29, Environment Directorate, Organisation for Economic Co-operation and Development, April 2001.

A10.2.2 変化/溶解のスクリーニング試験：難溶性金属化合物

A10.2.2.1 難溶性金属化合物に関しては、金属化合物の溶解限度によって、または変化/溶解のスクリーニング試験によって溶存する金属の最高濃度を決定できる。単回添加で行われるこのスクリーニング試験の意図は、溶解または速やかな変換をうけてその環境毒性が可溶性形態のそれと区別できないような化合物を特定することにある。

A10.2.2.2 市販されている最も小さな代表粒子サイズを持つ難溶性金属化合物が、100mg/l の単回添加で水性媒体に加えられる。これによる溶解は、24 時間の攪拌によって達成される。24 時間の攪拌の後、溶解した金属イオンの濃度が測定される。

A10.2.3 変化/溶解の詳細試験：金属および難溶性金属化合物

A10.2.3.1 変化/溶解の詳細試験は、様々な用量での添加が行われた水相において、一定の時間の後に金属および金属化合物の溶解または変換のレベルを決定するためのものである。通常は塊状または粉末状の金属が 3 種類の異なる添加量 (1、10、100mg/l) で水性媒体に加えられる。100mg/l の単回添加は、溶解性の金属物質種の著しい放出が予想されない場合に行われる。変化/溶解は、微粒子の磨耗を起こさない、標準化された攪拌作業によって得られるものである。短期の変化/溶解のエンドポイントは、7 日間の変化/溶解期間の後に得られる溶存金属イオン濃度に基づくものである。長期の変化/溶解のエンドポイントは、1mg/l の単回添加を用いる 28 日間の変化/溶解試験によって得られるものである。

A10.2.3.2 pH は変化/溶解に著しく影響するので、スクリーニング試験も詳細試験も原則的には溶液中の溶存金属イオン濃度が最大になる pH 値で行うべきである。酸性湖に対する長期的な影響の可能性を考慮するために 5.5 ~ 8.5 の pH 値を用いるべき 28 日間の詳細試験を除き、一般の環境に見出される条件に照らせば、6~8.5 の範囲の pH 値を用いなければならない。

A10.2.3.3 加えて、試験サンプル粒子の表面積は変化/溶解の速度と程度に大きく影響するので、粉末は市販されている中で最も小さな代表粒子径のものを試験し、塊状のものは通常取り扱われ、使用される大きさのものを試験する。こうした情報がない場合は、直径 1mm のデフォルト値を用いるべきである。塊状の金属の場合は、十分な根拠がある場合を除いて、このデフォルト値を超えるべきではない。似たようなサンプルを比較し、特徴付けるために、比表面積を測定すべきである。

A10.3 試験の適用範囲

上記の試験はすべての金属および難溶性の無機金属化合物に適用できる。一部の水反応性金属のような例外は根拠を明らかにすべきである。

A10.4 被験物質に関する情報

変化/溶解試験では市販されている状態の物質を用いるべきである。試験結果を正しく解釈できるようにするために、被験物質に関して次に示す情報を得ることが重要である。

- (a) 物質の名称、化学式、市販の用途
- (b) 調製のための物理化学的な方法
- (c) 試験に用いる製品バッチの特定
- (d) 化学的特性：全体の純度(%)および特定の不純物 (%または ppm)

- (e) 密度 (g/cm³) または比重
- (f) 比表面積の測定値 (m²/g) –BET N₂吸脱着法、または同等の技術によって計測された値
- (g) 貯蔵期間および品質期限
- (h) 既知の溶解度データおよび溶解生成物
- (i) 危険有害性の特定と安全な取り扱いのための注意点
- (j) 製品安全データシート (SDS) またはこれに相当するもの

A10.5 試験方法についての解説

A10.5.1 試験器具と試薬

A10.5.1.1 次に示す器具および試薬は、試験の実施に必要なものである。

- (a) 予備洗浄および酸洗いされた密閉式ガラスサンプル瓶 (A10.5.1.2)
- (b) 変化溶解媒体 (ISO6341) (A10.5.1.3)
- (c) 緩衝能のある試験溶液 (A10.5.1.4)
- (d) 攪拌設備：回転式振騰器、放射状羽根車 (インペラー)、実験室用振騰器、または同等の器具 (A10.5.1.5)
- (e) 適切なフィルター (例えば 0.2 μm のアクロディスク) または固液分離用遠心機 (A10.5.1.7)
アクロディスクフィルターは、時間 0 においてサンプル内で微量金属の濃度が高まることを避けるために、未使用の媒体で少なくとも 3 回洗浄すべきである。
- (f) 温度制御キャビネットやウォーターバスなど、反応器の温度を 20°C~23°Cの範囲内で±1.5°Cまで制御できる装置
- (g) シリンジまたは自動ピペット
- (h) +0.2pH 単位の範囲内で容認可能な結果が得られる pH メータ
- (i) 温度表示機能付の溶存酸素メータ
- (j) 温度計または熱電対
- (k) 望ましくは最小慢性環境毒性の参照値の 5 倍低い定量限界(LOQ)を備えた、許容精度を有する金属分析用の分析装置 (例えば原子吸光分光計、軸方向誘導結合プラズマ分光計)

A10.5.1.2 すべてのガラス製の試験容器は、標準の実験方法によって注意深く洗浄し、酸洗浄 (HCl など) を行い、次いで脱イオン水ですすがなければならない。試験容器の大きさや形状 (1 または 2 リットル反応器) は、指定された攪拌によって溢れ出すことなく 1~2l の水性媒体を入れるのに十分なものであるべきである。空気緩衝を用いる場合 (pH8 で行われる試験) は、上部空間/液体比率を増大させることによって (例えば 1l の媒質に対して 2.8l のフラスコ)、媒質の空気緩衝能力を向上させることが勧められる。

A10.5.1.3 標準の変換/溶解用の媒体としては、ISO6341 に基づく標準人工調整水を用いるべきである²。この媒体は、試験に使用する前に、濾過 (0.2 μm) によって滅菌処理を行うべきである。(pH8 で実施される試験用の) 標準の変換/溶解媒体の化学組成は次のとおりである。

NaHCO ₃	: 65.7mg/l
KCl	: 5.75mg/l
CaCl ₂ · 2H ₂ O	: 294mg/l
MgSO ₄ · 7H ₂ O	: 123mg/l

低い pH 値または高い pH 値で実施される試験のための、調整された化学組成は A10.5.1.7 に示す。

A10.5.1.4 媒質内の全有機炭素濃度は、2.0mg/l を超えるべきではない。

A10.5.1.5 金属化合物の溶解度または変化が高濃度の含有塩素もしくはその他の海水に固有の化学的性質によって著しく影響されると予想され、また海生生物種での毒性データが入手できる場合は、淡水媒体に加え、基準化された海水試験媒体も考慮されてよい。海水を考慮する際、標準の海水媒体の化学組成は次のとおりである。

NaF	: 3mg/l
SrCl ₂ · 6 H ₂ O	: 20mg/l
H ₃ BO ₃	: 30mg/l
KBr	: 100mg/l
KCl	: 700mg/l
CaCl ₂ · 2 H ₂ O	: 1.47g/l
Na ₂ SO ₄	: 4.0g/l
MgCl ₂ · 6 H ₂ O	: 10.78g/l
NaCl	: 23.5g/l
Na ₂ SiO ₃ · 9 H ₂ O	: 20mg/l
NaHCO ₃	: 200mg/l

塩分濃度は 34±0.5g/kg、また pH は 8.0±0.2 とすべきである。また人工調整塩水からは微量金属を取り除いておくべきである (ASTM E 729-96)。

A10.5.1.6 変化/溶解試験は、定められた pH 域内において、溶液中の溶存金属イオン濃度が最大になる pH 値において実施すべきである。スクリーニング試験と 7 日間の詳細試験では、6~8.5 の範囲内の pH 域を用い、28 日間の詳細試験では 5.5~8.5 までの pH 域を用いるべきである。(A10.2.3.2)

A10.5.1.7 pH8 における緩衝は空気との平衡によって得ることができ、1 週間の試験期間においては、CO₂ が pH を平均で±0.2pH 単位の範囲内に維持するに十分な自然の緩衝機能を果たす (附属書 10 の参考文献 7)。上部空間/液体の比率を引き上げることで媒体に対する空気の緩衝能力を改善できる。

下は pH7 から 6 まで、上は pH8 から 8.5 までの pH 調整および緩衝については、表 A10.1 に推奨される媒質の化学組成と上部空間に通すべき空気中の CO₂ 濃度、ならびに pH の計算値を示す。

² 危険有害性分類を目的とする場合、溶解/変化プロトコールの結果が金属および金属化合物に関する既存の環境毒性データと比較される。しかし、データの検証などを目的とする場合は、完了した変換試験の水性媒体を直接、OECD202 および 203 のミジンコ及び魚類の環境毒性試験に用いることが適切なことがあるかもしれない。変化媒体における CaCl₂ · 2H₂O 及び MgSO₄ · 7H₂O の濃度を ISO6341 の媒体の 5 分の 1 にまで下げれば、生成された変化媒体はまた (微量栄養素を添加すれば直ちに) OECD201 の藻類環境毒性試験において利用できる。

表 A10.1 試験溶媒の推薦組成

媒体の化学組成	NaHCO ₃	6.5 mg/l	12.6mg/l	64.75mg/l	194.25mg/l
	KCl	0.58mg/l	2.32mg/l	5.75mg/l	5.74mg/l
	CaCl ₂ · 2H ₂ O	29.4mg/l	117.6mg/l	294mg/l	29.4mg/l
	MgSO ₄ · 7H ₂ O	12.3mg/l	49.2mg/l	123.25mg/l	123.25mg/l
試験容器内の CO ₂ 濃度 (大気緩衝)		0.50%	0.10%	0.038% (大気)	0.038% (大気)
pH の計算値		6.09	7.07	7.98	8.5

注記 1 : pH は FACT (Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics) システム (<http://www.crcr.polymtl.ca/fact/fact.htm>) を用いて計算したものである。

注記 2 : プロトコールは pH 範囲 6.0-8.0 についてのみ有用性が確認されているが、本表は pH5.5 を得るのを妨げるものではない。pH8.5 の組成は、金属存在下では実験的には確認されていない。

A10.5.1.8 溶存金属成分の化学変化および変換の速度に与える影響がわずかであれば、同等の代替緩衝法を使用してもよい。酸やアルカリを使用した試験中は pH 値は変更されるべきではない。

A10.5.1.9 変化/溶解の詳細試験においては、被験物質の表面状態維持ならびに試験中に形成された固体反応生成物の被覆の状態を維持しながら、被験物質に対する水性媒体の流れを維持するのに十分な攪拌を行うべきである。このことは、水性媒体 1l の場合には、次の器具を使用することで達成できよう。

- (a) 1l 反応器の底から 5cm に羽根をもつ、速度 200r.p.m. に設定された放射状羽根車。この放射状羽根車は、PVC コーティングされた直径 8mm 長さ 350mm のスチール棒に幅 40mm 高さ 15mm のポリプロピレン製羽根を 2 枚固定したものからなる。
- (b) 1.0~3.0l のゴム栓付きフラスコで、速度 100r.p.m. に設定された回転式攪拌器または実験室用振盪器に設置されたもの。

表面状態の維持と溶液の均質化が図れるものであれば、この他の低速攪拌方法も用いることができる。

A10.5.1.10 固体・液体分離方法の選択は、溶存金属イオンのフィルターへの吸着が起こるか、および A10.5.1.9 に述べた攪拌方法によって懸濁が生じるかに依存する。他方、懸濁は粒子径分布および粒子密度に依存する。約 6g/cm³ を超える密度を持ち、50% 粒子径の範囲が < 8 μm の固形物については、経験上 A10.5.1.9 に述べた低速攪拌方法によって懸濁は生じえないことが示されている。したがって、例えば直径 25mm の 0.2 μm 親水性ポリエーテルサルホン (PES) メンブレンシリンジフィルター (0.8 μm のプレフィルターを設置してもよい) を用いてのサンプルの濾過によって、実質的に固形物を除かれた溶液が得られる。

しかし、懸濁が起こっている場合は、溶液サンプルを採取する攪拌を中止して、約 5 分間静置し、懸濁物を沈殿させるのが有効である。

A10.5.2 必須条件

A10.5.2.1 分析方法

全溶存金属分析のための適切な検証済の分析方法は、こうした研究には不可欠である。分析上の検出限界は、環境毒性試験による適切な慢性あるいは長期の毒性値より低くするべきである。

分析の検証に関する次の事項は、報告すべき最低事項である。

- (a) 分析方法の検出限界および定量限界
- (b) 適用される分析範囲内における分析上の直線性が保たれる範囲
- (c) 変換媒体からなるブランクラン（試験中に行うことができる）
- (d) 変換媒体が溶存金属イオンの測定に与えるマトリックス効果
- (e) 変換試験終了後のマスバランス（%）
- (f) 分析の再現性
- (g) 溶存金属イオンのフィルターへの吸着性（固体金属と溶出イオンとを分離するために濾過法が用いられる場合）

A10.5.2.2 適切な溶媒 pH 値の決定

文献上の関連データが存在しない場合は、A10.2.3.2 および A10.5.1.6 に示した pH 域内で、変化溶解が最大になる pH 値で試験を行うために、予備スクリーニング試験を実施する必要がある。

A10.5.2.3 変化データの再現性

A10.5.2.3.1 各サンプル採取時に、3つの試験容器からそれぞれ2回の繰り返しサンプリングを行う標準の試験設定において、分布の狭い粒子径（例えば 37~44 μm ）および全表面積範囲で試験された物質を定常的に添加する場合には、容器内の変換データの変動は 10%未満、容器間の変動は 20%未満とするべきである（本附属文書、参考文献 5）。

A10.5.2.3.2 変化試験の再現性を評価するために、以下の手引きが与えられている。試験結果を利用して、繰り返し試験容器または繰り返しサンプルの数を変えたり、微粒子をさらに選別することによって、最終の試験条件を調整して再現性を高めることができる。予備試験もまた被験物質の変化速度の一次評価に利用できるほか、サンプル採取頻度を定めるのにも利用できる。

A10.5.2.3.3 変化溶解媒体調製の際は、約 30 分間の攪拌をして水性媒体を緩衝雰囲気と平衡にさせることにより、媒体の pH 値を目的の pH 値（空気緩衝または CO_2 緩衝）に調整すべきである。物質を添加する前に少なくとも 3 サンプル（例えば 10~15ml）を試験媒体から採取し、コントロールおよびバックグラウンドとしての溶存金属濃度を測定する。

金属または金属化合物（例えば媒質 11 中に 100mg の固形物質）を含む、少なくとも 5 個の試験容器を A10.5.1.9 に述べたように 20~23°C の温度域で $\pm 1.5^\circ\text{C}$ に管理しながら攪拌し、24 時間後に各試験容器からシリンジで 3 回ずつサンプルを採取する。固形物質と溶液は A10.5.1.10 に述べたようにメンブレンフィルターで分離し、溶液は微量に金属を含む HNO_3 1~2 滴を滴下して pH を 1 に酸性化した後に全溶存金属濃度を分析する。

A10.5.2.3.4 同一の試験容器内および異なる試験容器間で溶存金属濃度の測定値の平均値および変動係数を計算する。

A10.5.2.3.5 変化データの再現性を確保するため、以下の点が推奨される。

- (a) 新しい実験室ではトレーニングセットを用いること;
- (b) 特定の表面条件を有する一つの金属粉を標準管理に使用すること;
- (c) 関連する化学物質に対して責任を担う実験室が1つか2つあること

粉末に固有の表面積を確認する必要がある。

A10.5.3 試験の実施

A10.5.3.1 溶解スクリーニング試験難溶性金属化合物

A10.5.3.1.1 溶解媒体を調製し、この媒体を少なくとも3個の試験容器に入れる（試験容器の数は予備試験で得られた再現性に依存する）。水性媒体と空気、あるいは緩衝システム（A10.5.1.6～A10.5.1.8 参照）と平衡にさせるため30分間の攪拌の後に、この媒体のpH値、温度、溶存酸素濃度を測定する。次に少なくとも2回、10～15mlのサンプルを（固形物の添加前の）試験媒体から採取し、コントロールおよびバックグラウンドとしての溶存金属濃度を測定する。

A10.5.3.1.2 試験容器に金属化合物を100mg/lの用量で添加し、試験容器に蓋をして、急速かつ激しく攪拌する。24時間の攪拌後、各試験容器においてpH値、温度、溶存酸素濃度を測定し、各試験容器から2ないし3回の溶液サンプルをシリンジで採取し、上記A10.5.1.10に述べたように、この溶液をメンブレンフィルターに通し、酸性に調整し（例えば1%のHNO₃）、全溶存金属濃度を分析する。

A10.5.3.2 詳細試験金属および金属化合物

A10.5.3.2.1 A10.5.3.1.1を反復する。

A10.5.3.2.2 7日間の試験では、1、10、100mg/lの物質負荷量を、それぞれ、水性媒体の入ったいくつかの試験容器に添加する（試験容器の数はA10.5.2.3に述べたようにその再現性に依存する）。試験容器に蓋をして、A10.5.1.9に述べたように攪拌する。28日間の試験を行う場合は、1mg/lの添加試験が28日間まで延長されることになるが、7日間と28日間の試験では同一のpH値を選ばなければならない。しかし、7日間の試験は6以上のpH値でしか実施されないため、5.5～6までのpH域をカバーするには別個の28日間試験が必要となる。添加物質を加えないコントロール試験を（すなわち、ブランク試験溶液）を並行して実施することもまた有効であろう。定められた時間間隔で（例えば2時間、6時間、1、4、7日間など）、各試験容器についてpH値、温度、溶存酸素濃度を測定し、各試験容器から少なくとも2回、溶液サンプル（例えば10～15ml）をシリンジで採取する。

固形物と溶存成分は上記のA10.5.1.10に述べた方法で分離する。この溶液は酸性に調整し（例えば1%のHNO₃）、溶存金属濃度を分析する。当初の24時間が経過した後、採取した媒体と同量の新たな溶解媒体を溶液に補充すべきである。以降のサンプル採取ではこの操作を繰り返す。試験溶液から採取する最大量は当初の試験溶液量の20%を超えるべきではない。3回続けての全溶存金属濃度データポイントが15%以下しか変化しなかった場合には、試験を中断することができる。10および100mg/lの添加における最長試験期間は7日間（短期試験）、1mg/lの添加における最長試験期間は28日間である（長期試験）。

A10.5.4 試験条件

A10.5.4.1 変化/溶解試験は、20–23°Cの範囲内で、±1.5°C以内に管理された室温下で実施するべきである。

A10.5.4.2 変化/溶解試験は、A10.2.3.2 および A10.5.1.6 に述べた pH 域内で実施される。試験溶液の pH 値は、各溶液のサンプル採取間隔ごとに記録すべきである。pH 値は、大半の試験では一定 (±0.2 単位) に保たれると予想されるが、100mg/l の添加量で行う反応性微粉末の試験では、細かく分散した状態での、物質固有の性質によって、いくらかの短期的な pH 値の変動が見られた (本附属書 参考文献 7)。

A10.5.4.3 反応容器内における水性媒体の上部空間は、大半の事例において溶存酸素濃度を大気飽和状態 (8.5mg/l) の 70%である約 6.0mg/l 以上に維持するのに適切な大きさであるべきである。しかし、一部の事例においては、水溶液上部の空間における酸素分子の利用性によってではなく、固体と溶液との界面への溶存酸素の移動、および同界面からの反応生成物の除去によって、反応速度が律速になることもある。この場合、平衡状態の回復を待つ以外できることはほとんどない。

A10.5.4.4 化学的および生物学的な汚染、ならびに蒸発を抑えるために、変化/溶解反応はできる限り、密閉された容器で、かつ暗所で実施しなければならない。

A10.6 試験結果の取り扱い

A10.6.1 スクリーニング試験

24 時間の溶存金属平均濃度を計算する (信頼区間を含む)。

A10.6.2 詳細試験：変化/溶解の程度を測定する

A10.6.2.1 短期試験

様々な短期テスト (7 日間) において測定される溶存金属濃度は、時間に対してプロットし、できれば変化/溶解速度を決定する。次に示す速度論モデルは変化/溶解曲線を解釈する際に使用できる。

(a) 直線モデル：

$$C_t = C_0 + kt, \text{ mg/l}$$

ここで、

C_0 = 時間 $t=0$ における全溶存金属濃度初期値 (mg/l)

C_t = 時間 t における全溶存金属濃度 (mg/l)

k = 一次速度定数、mg/l・日

(b) 一次モデル：

$$C_t = A(1 - e^{-kt}), \text{ mg/l}$$

ここで、

A = 見かけの平衡時における溶存金属濃度限界 (mg/l) = 定数

C_t = 時間 t における全溶存金属濃度 (mg/l)

k = 一次の速度定数、1/日

(c) 二次モデル：

$$C_t = A(1 - e^{-at}) + B(1 - e^{-bt}), \text{ mg/l}$$

ここで、

C_t = 時間 t における全溶存金属濃度 (mg/l)

a = 一次の速度定数、1/日

b = 二次の速度定数、1/日

C = $A+B$ = 溶存金属濃度限界 (mg/l)

(d) 反応速度式：

$C_t = a [1 - e^{-bt} - (c/n) \{1 + (be^{-nt} - ne^{-bt}) / (n-b)\}]$, mg/l

ここで、

C_t = 時間 t における全溶存金属濃度 (mg/l)

a = 回帰係数 (mg/l)

b, c, d = 回帰係数 (1/日)

n = $c+d$

この他の反応速度式もまた適用できる (本附属書 参考文献 7、8)。

変化試験における各繰り返しサンプル容器について、これらのモデルパラメータを回帰分析によって推計することができる。この手法は、同一繰り返し連続測定間で自己相関による問題が起こるのを回避するためのものである。これらの係数の平均値は、少なくとも3つの繰り返し試験容器を用いている場合は、標準偏差の分析を用いて比較できる。決定係数、 r^2 は、モデルの「適合度」の尺度として評価される。

A10.6.2.2 長期試験

1mg/l の添加量での 28 日間の試験から測定される溶存金属濃度を時間に対してプロットし、可能であれば A10.6.1 および A10.6.2 に述べたように、変化溶解速度を決定する。

A10.7 試験報告

試験報告には、以下の情報を含むべきである (ただしこれらに限定されるわけではない)。(A10.4 および A10.5.2.1 を参照)

- (a) スポンサーおよび試験機関の明示
- (b) 被験物質の説明
- (c) 試験媒体の組成と金属添加量の説明
- (d) 用いた試験媒体の緩衝方法および pH 値の確認 (A10.2.3.2 および A10.5.1.6~A10.5.1.8)、分析方法の説明
- (e) 試験器具および手順に関する詳細な説明
- (f) 標準の金属溶液の調製
- (g) 分析手法の検証結果
- (h) 金属濃度、pH 値、温度、酸素濃度の分析結果
- (i) 様々な時間間隔で行った試験および分析の日時
- (j) さまざまな時間間隔における溶存金属濃度の平均値 (信頼区間を含む)

- (k) 変化曲線（時間の関数としての全溶存金属濃度）
- (l) 変化/溶解速度論による結果（解析された場合）
- (m) 推定された反応速度式（解析された場合）
- (n) 実験計画からの逸脱があった場合、その記録、および起こった理由
- (o) 結果に影響を与えた可能性のある状況
- (p) 記録および生データの参照

附属書 10

付録

参考文献

1. "Draft Report of the OECD Workshop on Aquatic Toxicity Testing of Sparingly Soluble Metals, Inorganic Metal Compounds and Minerals", Sept. 5-8, 1995, Ottawa
2. OECD Metals Working Group Meeting, Paris, June 18-19, 1996
3. European Chemicals Bureau. Meeting on Testing Methods for Metals and Metal Compounds, Ispra, February 17-18, 1997
4. OECD Metals Working Group Meeting, Paris, October 14-15, 1997
5. LISEC¹ Staff, "Final report "transformation/dissolution of metals and sparingly soluble metal compounds in aqueous media - zinc", LISEC no. BO-015 (1997)
6. J.M. Skeaff² and D. Paktunc, "Development of a Protocol for Measuring the Rate and Extent of Transformations of Metals and Sparingly Soluble Metal Compounds in Aqueous Media. Phase I, Task 1: Study of Agitation Method." Final Report, January 1997. Mining and Mineral Sciences Laboratories Division Report 97-004(CR)/Contract No. 51545
7. Jim Skeaff and Pierrette King, "Development of a Protocol For Measuring the Rate and Extent of Transformations of Metals and Sparingly Soluble Metal Compounds in Aqueous Media. Phase I, Tasks 3 and 4: Study of pH and of Particle Size/Surface Area.", Final Report, December 1997. Mining and Mineral Sciences Laboratories Division Report 97-071(CR)/Contract No. 51590
8. Jim Skeaff and Pierrette King, Development of Data on the Reaction Kinetics of Nickel Metal and Nickel Oxide in Aqueous Media for Hazard Identification, Final Report, January 1998. Mining and Mineral Sciences Laboratories Division Report 97-089(CR)/Contract No. 51605
9. LISEC Staff, "Final report "transformation/dissolution of metals and sparingly soluble metal compounds in aqueous media - zinc oxide", LISEC no. BO-016 (January, 1997)
10. LISEC Staff, "Final report "transformation/dissolution of metals and sparingly soluble metal compounds in aqueous media - cadmium", LISEC no. WE-14-002 (January, 1998)
11. LISEC Staff, "Final report "transformation/dissolution of metals and sparingly soluble metal compounds in aqueous media - cadmium oxide", LISEC no. WE-14-002 (January, 1998)

関連文献

1. OECD Guideline for testing of chemicals, Paris (1984). Guideline 201 Alga, Growth Inhibition test
2. OECD Guideline for testing of chemicals, Paris (1984). Guideline 202 :Daphnia sp. Acute immobilisation test and Reproduction Test
3. OECD Guideline for testing of chemicals, Paris (1992). Guideline 203 : Fish, Acute Toxicity Test
4. OECD Guideline for testing of chemicals, Paris (1992). Guideline 204 : Fish, Prolonged Toxicity Test : 14-Day study
5. OECD Guideline for testing of chemicals, Paris (1992). Guideline 210 : Fish, Early-Life Stage Toxicity Test
6. International standard ISO 6341 (1989 (E)). Determination of the inhibition of the mobility of Daphnia magna Straus (Cladocera, Crustacea)

¹ LISEC, Craenevenne 140, 3600 Genk, Belgium.

² CANMET, Natural Resources Canada, 555 Booth St., Ottawa, Canada K1A 0G1

