

低濃度 PCB 含有廃棄物に関するクロスチェック (第 2 回)

○高橋厚¹, 横堀尚之², 島村唯史³, 嶽盛公昭⁴, 濱田典明⁵

(一般社団法人 日本環境測定分析協会 極微量物質研究会,

¹いであ, ²住化分析センター, ³大和環境分析センター,

⁴島津テクノリサーチ, ⁵三浦工業)

【はじめに】

現在、「ポリ塩化ビフェニル廃棄物の適正な処理の推進に関する特別措置法」では 2027 年 3 月までに PCB 廃棄物を処分しなければならないことが定められている。廃棄物中の PCB 含有量の測定方法としては、「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」(1992 年 7 月、厚生省告示第 192 号)があるが、別表第 2 の方法は HRGC-HRMS を用いるものであり、コスト・時間の観点から簡易的な方法が必要とされた。また、「絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル (第 3 版)」(2011 年 5 月)は絶縁油中の PCB 濃度測定を目的としたものであって、固形状の廃棄物に付着又は浸み込んだ PCB を抽出・調製する方法については記載されていない。

これらのことを受け、2013 年 2 月に「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法 (環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)」(以下、マニュアル)が制定され、2014 年 9 月に第 2 版、2017 年 4 月に第 3 版が発行された。一方、低濃度 PCB 含有廃棄物に関するクロスチェック (共同分析)は NPO 法人による 2 例と、当研究会で昨年実施した 1 例のみであり、ほとんど実施されていないのが現状である。

(一社)日本環境測定分析協会 極微量物質研究会 (以下、UTA 研)では、絶縁油中の微量 PCB クロスチェックと合わせ、分析精度の向上に資することを目的に外部精度管理の一環として、2016 年に続き、第 2 回低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックを企画した。本発表では上記クロスチェックに関して、測定結果の報告があった 62 法人、のべ 130 データにおける解析・評価結果について報告する。

【方法】

本クロスチェックでは、低濃度の PCB が付着した繊維くずを想定し、油種 (PCB 組成) が JIS1 種 (KC-400 を想定) の絶縁油を希釈・調製してガラス瓶 (テフロンの内蓋付) に入れた状態のガーゼに一定量添加した。試料は 2 濃度区設定し、低濃度区は 200mg/kg、高濃度区は 5,000mg/kg を想定して調製後、ドラフト内で数時間溶媒を揮散させ、密封して参加者に配付した (表 1)。各試料 80 サンプル作成し、全体の 5%にあたる 4 検体をそれぞれ均質性、安定性試験に供試した。

測定手法はマニュアル第 3 版の中から分析機関が任意に選択した。提出さ

表 1. 配付試料

試料名	濃度域	想定濃度 (mg/kg)	組成
①	低	200	KC-400
②	高	5,000	KC-400



Inter-laboratory cross-check on the analysis of PCBs in the waste material containing the low concentration PCB (2nd round): Atsushi Takahashi¹, Naoyuki Yokobori², Tadashi Shimamura³, Hiroaki Takemori⁴, Noriaki Hamada⁵

Research Group on Ultra Trace Analysis, JEMCA; ¹IDEA Consultants Inc.; ²Sumika Chemical Analysis Service, Ltd.; ³Yamato Environmental Analysis Co., Ltd.; ⁴Shimadzu Techno-Research, Inc.; ⁵MIURA Co., Ltd.

れた測定結果は、計算ミス等が原因と考えられるデータが存在したものの、JIS Z 8402-2:1999 の 7.3.4 グラブス (Grubbs) の検定に基づいて異常値を棄却し、棄却後の統計値で解析ロバスト法による z-score により解析・評価を行った。

【結果と考察】

各手法における機関数の内訳を表2に、抽出溶媒の内訳を図1に示す。その結果、2.1.2で測定を行った機関が57%と最も多く、次いで2.1.1の順であった。また、方法に関するアンケートの結果、裁断の有無では無を、抽出溶媒はヘキサンを、抽出方法は超音波を採用した機関が多かった。一方、精製の要否はほぼ半々に分かれていた。

次に試料ごとの統計解析結果を図2に示す。その結果、いずれの濃度区ともに設定濃度とおおむね一致していること、ロバスト変動係数は、13~14% (棄却後は 11~12%)、 $|z| \geq 3$ の割合は 11~12% (棄却後は 3~8%) と、比較的良好な結果であった。

また、ECD の測定値は、MS や中央値に比べて低めの結果となる傾向がみられ、サンプル② (高濃度検体) に顕著であった。

最後に、ヘキサンのみで抽出した結果報告値はばらつきが大きく、抽出回数を増やして報告された結果は、中央値に近づく傾向がみられた。

【結論】

UTA 研では 2017 年に第2回低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックを企画した。本クロスチェックでは 62 法人、のべ 130 データの報告があり、結果について解析・評価を行った。その結果、棄却後のロバスト変動係数は、11~12%、 $|z| \geq 3$ の割合は 3~8% と比較的良好な結果であったこと、ECD の測定値は、MS や中央値に比べて低めの結果となる傾向がみられ、サンプル② (高濃度検体) に顕著であったことが分かった。低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックについて、今後も継続して実施して分析精度の向上に資するとともに、注意点の把握やノウハウの蓄積・伝承等、更なる精度管理を行う必要があると考えられた。

表 2. 測定手法における機関数の内訳

第3章	検出法	参加数	率
1 2. 1. 1	ECD	9	14%
2 2. 1. 2	ECD	37	57%
3 2. 1. 3	ECD	0	0%
4 2. 1. 4	ECD	0	0%
5 2. 2. 1	HRMS	3	5%
6 2. 3. 1	MS/MS	2	3%
7 2. 4. 1	QMS	5	8%
8 2. 5. 1	NCI-MS	4	6%
2. 6. 1	質量分析計	1	2%
9 2. 7. 1	生検法	0	0%
H4厚告192号別表3-3	ECD	1	2%
不明	不明	3	5%

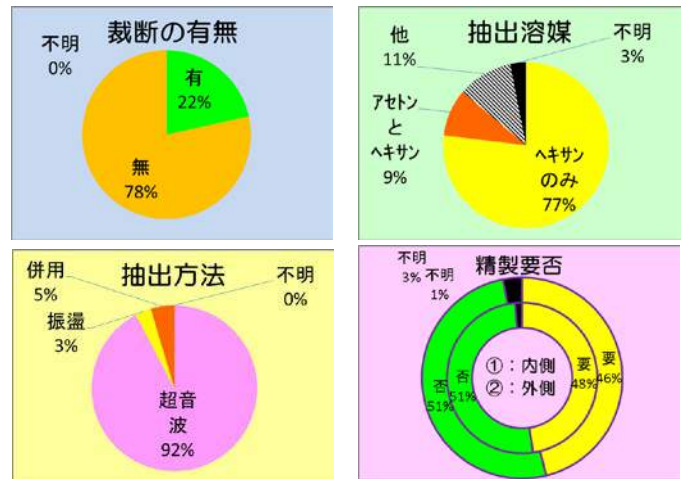


図 1. 方法の内訳

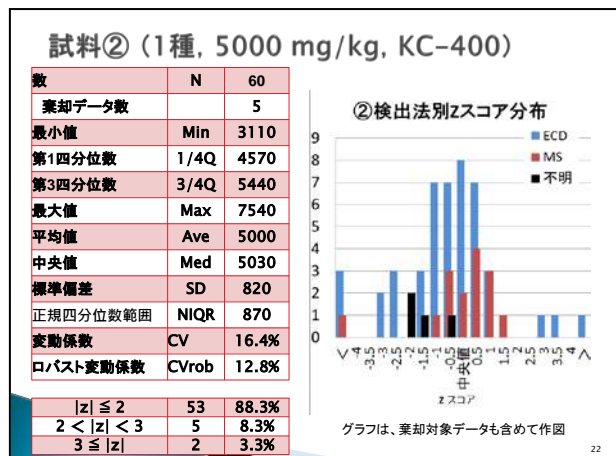
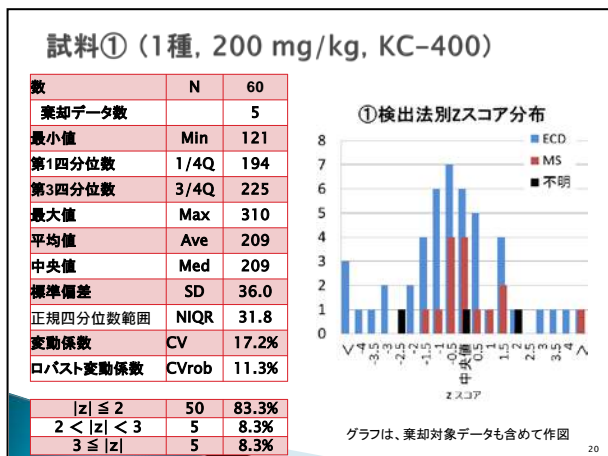


図 2. 試料ごとの統計解析結果 (左: 低濃度区、右: 高濃度区)