

## 低濃度 PCB 含有廃棄物に関するクロスチェック (第 1 回)

○高橋厚<sup>1</sup>, 横堀尚之<sup>2</sup>, 島村唯史<sup>3</sup>, 林篤宏<sup>4</sup>, 黒岩猛<sup>5</sup>,  
宮崎徹<sup>5</sup>, 平野聖吉<sup>6</sup>, 濱田典明<sup>7</sup>

(一般社団法人 日本環境測定分析協会 極微量物質研究会,

<sup>1</sup>いであ, <sup>2</sup>住化分析センター, <sup>3</sup>大和環境分析センター, <sup>4</sup>島津テクノロジーリサーチ, <sup>5</sup>日鉄住金テクノロジー, <sup>6</sup>JFE テクノリサーチ, <sup>7</sup>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 年に第 1 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 59 法人、のべ 124 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-300 を想定) の絶縁油を希釈・調製してガラス瓶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 2 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-300(を想定)
②	高	5,000	KC-300(を想定)



**Inter-laboratory cross-check on the analysis of PCBs in the waste material containing the low concentration PCB (1<sup>st</sup> round)** : Atsushi Takahashi<sup>1</sup>, Naoyuki Yokobori<sup>2</sup>, Tadashi Shimamura<sup>3</sup>, Atsuhiko Hayashi<sup>4</sup>, Takeshi Kuroiwa<sup>5</sup>, Toru Miyazaki<sup>5</sup>, Masayoshi Hirano<sup>6</sup>, Noriaki Hamada<sup>7</sup>  
Research Group on Ultra Trace Analysis, JEMCA;<sup>1</sup>IDEA Consultants Inc.;<sup>2</sup>Sumika Chemical Analysis Service, Ltd.;<sup>3</sup>Yamato Environmental Analysis Co., Ltd.;<sup>4</sup>Shimadzu Techno-Research, Inc.;<sup>5</sup>NIPPON STEEL & SUMIKIN TECHNOLOGY Co., Ltd.;<sup>6</sup>JFE Techno-Research Corporation;<sup>7</sup>MIURA Co., Ltd.

れた測定結果は当初、基礎統計量を算出後、ロバスト法による z-score により解析・評価することを想定していた。しかしながら、報告値について広範にわたるバラつきがみられ、中央絶対偏差を用いたデータの刈り込みを行ったもののロバスト変動係数が大きく、z-score による結果の表現は適切ではないと判断したため、ヒストグラムでの結果折り返しによる評価を行うこととした。

【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 61%と最も多く、次いで 2.1.1 の順であった。また、抽出溶媒に関するアンケートの結果、90%の機関がマニュアルに従ってヘキサンを用いていたが、追加してアセトンやそれ以外の溶媒も加えて抽出した機関も報告された。

次に各試料のヒストグラムを図 2 に示す。その結果、いずれの濃度区ともに設定濃度との乖離があり、低濃度区はその傾向が顕著であった。また、報告値にも大きなバラつきがあり、低濃度区では <50mg/kg として報告した機関が複数あった。

そこで配付試料の追加検討を行ったところ、マニュアルに記載のある「水分を多く含んでいない試料はヘキサンの超音波抽出 2 回 (以上)」では抽出率が不十分である可能性が示唆された。

また、試料配付に使用したガラス瓶は上蓋がポリエチレン製であり、追加抽出によって一定量の PCB が検出されたことから、実際の試料を移送・保管する場合、試料中の PCB が吸着する可能性が示唆された。

表 2. 測定手法における機関数の内訳

第2章	精製	第3章	検出法	参加数	率
I	省略可	1 2. 1. 1	ECD	7	11%
	省略可	2 2. 1. 2	ECD	38	61%
	省略可	3 2. 1. 3	ECD	0	0%
	省略可	4 2. 1. 4	ECD	0	0%
	省略可	5 2. 2. 1	HRMS	4	6%
	省略可	6 2. 3. 1	MS/MS	3	5%
	省略可	7 2. 4. 1	QMS	4	6%
	省略可	8 2. 5. 1	NCI-MS	4	6%
	省略可	9 2. 7. 1	生検法	1	2%
II	省略不可		ECD	1	2%

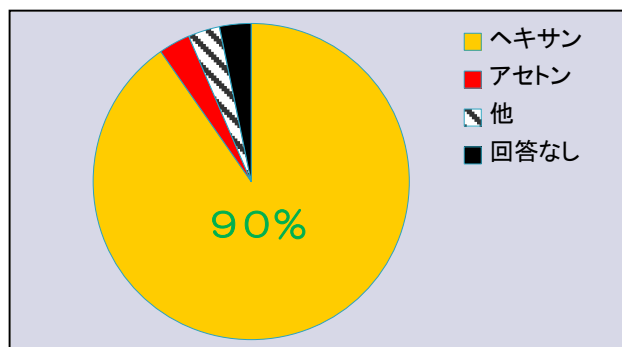


図 1. 抽出溶媒の内訳

【結論】

UTA 研では 2016 年に第 1 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 59 法人、のべ 124 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、設定濃度との乖離や報告値のバラつきが確認されるとともに、マニュアル通りの抽出方法では抽出が不十分になる可能性や、試料採取容器への吸着の可能性が示唆された。

低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックについて、今回様々な問題点が確認されたことから、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。

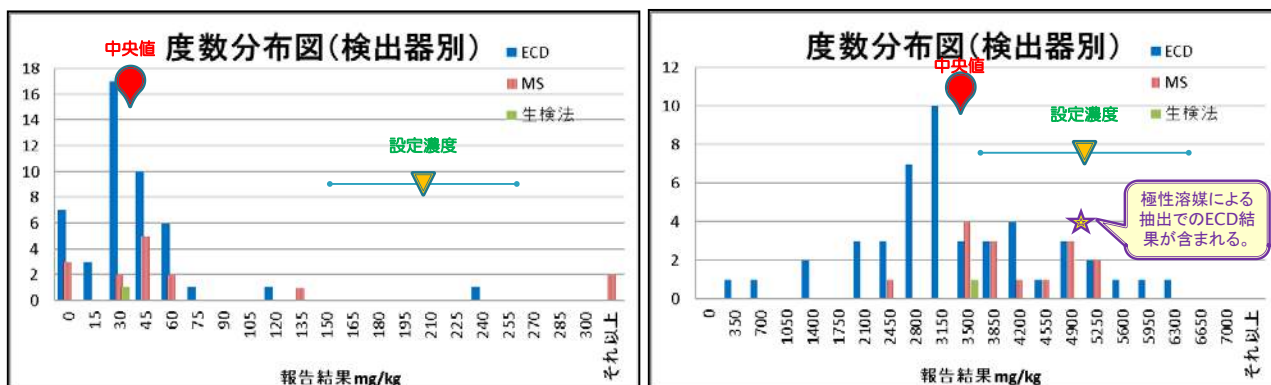


図 2. 各試料のヒストグラム (左: 低濃度区、右: 高濃度区)