

第 6 回低濃度 PCB 含有廃棄物に関するクロスチェック

Inter-laboratory cross-check on the analysis of PCBs in the waste material containing the low concentration PCB (6th round)

○高橋厚¹, 嶽盛公昭², 豊田邦孝³, 林敏夫⁴, 石井善昭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島津テクノリサーチ,³東北緑化環境保全,⁴環境総合リサーチ,⁵環境管理センター)

Atsushi TAKAHASHI (IDEA Consultants, inc.)

tatsushi@ideacon.co.jp

【はじめに】

「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、廃棄物を対象とした別表第 3 及び第 4 は GC-ECD (パックドカラム法)であり、方法は古く、現在の多様な分析方法に対応していない。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)」が制定され、2020 年 10 月に第 5 版が発行された。

(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 年から継続して低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックを実施している。今回は第 6 回低濃度 PCB 含有廃棄物のクロスチェックについて、測定結果の報告があった 58 法人、のべ 121 データにおける解析・評価結果について報告する。

Table.1 Distribution samples

試料名	濃度域	想定濃度 (mg/100cm ²)	組成
①	低	0.01	KC-300
②	高	0.21	KC-300

【方法】

本クロスチェックでは、低濃度の PCB が付着した金属くずを想定し、金属表面ふき取り試験として実施した。試料は 2 濃度区設定し、低濃度区は 0.01mg/100cm²、高濃度区は 0.21mg/100cm²を想定して油種 (PCB 組成) が JIS1 種 (KC-300) の絶縁油を希釈・調製し、金属容器 (金属蓋付) に一定量添加後に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試験に、3 検体を安定性試験に供試した。



測定手法はマニュアル第 5 版の中から分析機関が任意に選択した。提出された測定結果は、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60%と最も多く、次いで2.3.1の順であった。また、拭き取り方法や抽出方法等に関するアンケートの結果、拭き取りはガーゼ状の脱脂綿をピンセットで実施している機関が多く、抽出はヘキサンを使用してマニュアル通り2回抽出を行う機関が多かった。また、精製は80%程度の機関が実施していた。

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、15~19%(棄却後は15~20%)、 $|z| \geq 3$ の割合は9~11%(棄却後は5~8%)と、比較的良好な結果であった。また、ECDの測定値は、これまでと同様MSや中央値に比べて低めの傾向がみられ、サンプル②(高濃度検体)に顕著であった。また、抽出回数が増えるとZスコアのバラツキが小さくなり、中央値に収束していく傾向がみられた。

【結論】

UTA研では2021年に第6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58法人、のべ121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、15~20%、 $|z| \geq 3$ の割合は5~8%と比較的良好な結果であったこと、ECDの測定値はこれまでのクロスチェックと同様に、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、今後も媒体や方法を変えながら、継続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る。

Table.2 Breakdown of participating organizations

第3章	検出法	参加数	率
1 2.1.1	ECD	4	6%
2 2.1.2	ECD	38	60%
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	8	13%
7 2.4.1	QMS	6	10%
8 2.5.1	NCI-MS	3	5%
2.6.1	質量分析計	0	0%
9 2.7.1	生検法	0	0%
H4厚告192号 別2	HRMS	1	2%

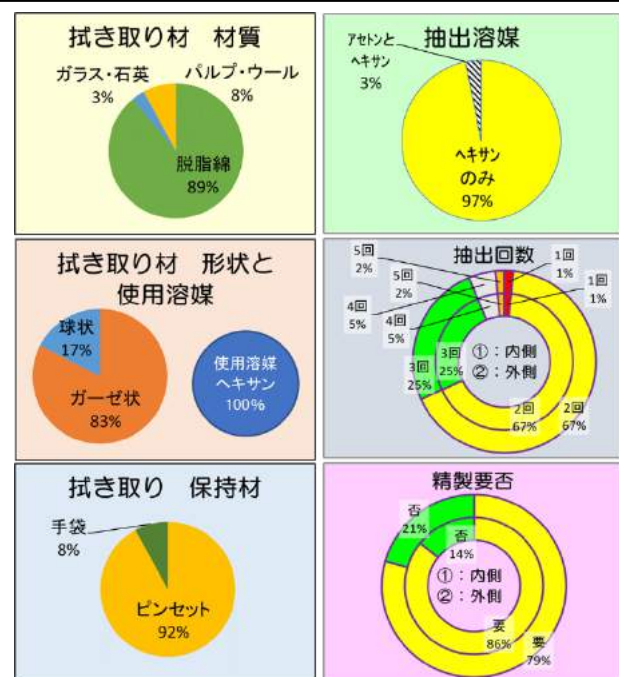


Fig.1 Breakdown of analysis method

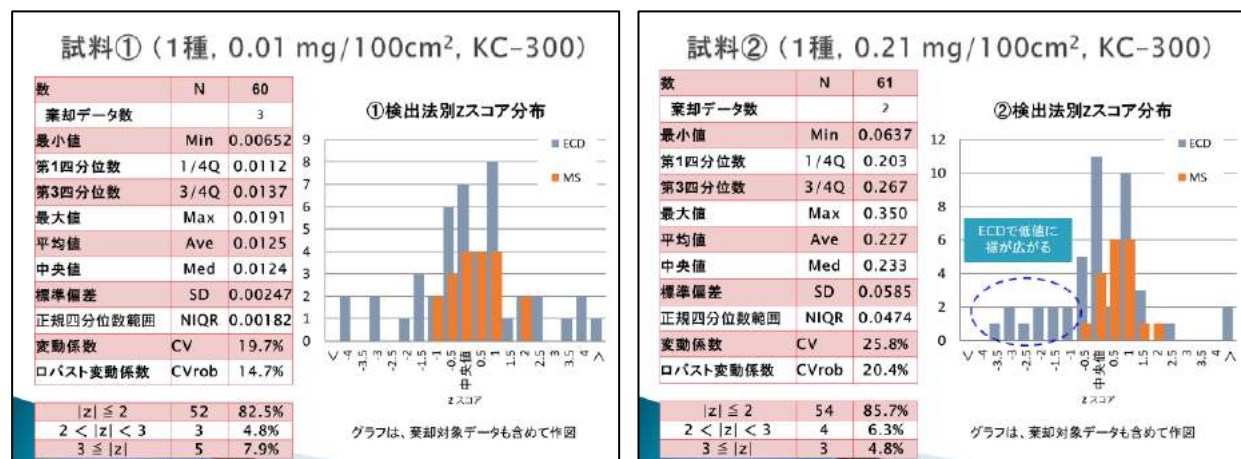


Fig.2 Statistical analysis results for each sample (Left : Low Conc., Right : High Conc.)