

処理技術保有企業における PCB の分解完了確認、 卒業判定等の手法について

PCB の分解完了の確認、処理済物の卒業判定については、公定法により定期的に分析を行うが、測定対象によっては、日常の確認についてより短時間で分析可能な手法が必要となる。以下は、処理技術保有企業において、日常の管理に用いることとされている迅速分析法についてヒアリング等を通じてまとめたものである。

(1) 分解完了確認

PCB 分解処理の完了確認は、その処理方式により次のように確認対象が異なる。

処理方式	確認対象
脱塩素化分解方式及び光分解方式	処理済油
水熱酸化分解方式	気液分離水
還元熱化学分解方式	生成ガス

各企業は日常の確認については、基本的に迅速分析法又はオンライン迅速分析法により行うとしている。この場合、公定法による定期的な測定により相関を確認している。

各企業で用いることとされている分析方法について処理方式ごとに整理すると、概ね以下のとおりである。

なお、以下に整理した分析時間及び検出限界は、公定法を除いては処理技術保有企業が設定した数字であり、技術的に保証されているものではない点に留意が必要である。

a . 脱塩素化分解方式及び光分解方式

確認対象である処理済油は、廃油としての分析が必要となるので、いずれも迅速分析法を採用している。この前処理に関しては、各社それぞれ工夫をしており、固相抽出、液々抽出と固相抽出の組合せ、硫酸による前処理等、種々の前処理技術を採用している。

迅速分析の測定機器としては、GC-ECD¹又はGC-LRMS²を採用している。

対象物	分析法	分析時間（前処理時間含む）	検出限界	判定基準
処理済油	GC-ECD	1.5～2 時間	0.2mg/kg	0.5mg/kg
	GC-LRMS	1～1.5 時間	0.1mg/kg	
	公定法 (GC-HRMS ³)	1 週間	0.05mg/kg	

1：電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ分析計

2：ガスクロマトグラフ - 低分解能質量分析計

3：ガスクロマトグラフ - 高分解能質量分析計

b．水熱酸化分解方式

確認対象である気液分離水については、迅速分析法又はオンライン迅速分析法を採用している。前処理に関してはUV⁴以外は固相抽出法であり、測定機器としては迅速分析法はHPLC-UV⁵、オンライン迅速分析法はGC-ECDとUVの組合せで、UVはGC-ECDの測定間隔を補うという補足的な使われ方をしている。

対象物	分析法	分析時間 (前処理時間含む)	検出限界	判定基準
気液分離水	HPLC-UV (迅速分析)	0.5 時間	0.001mg/L	0.03mg/L
	GC-ECD (オンライン分析)	2 時間	0.0005mg/L	
	UV (オンライン分析)	10 分	0.1mg/L	
	公定法 (GC-ECD)	1～2 日	0.0005mg/L	

4：紫外線吸光光度計

5：高速液体クロマトグラフ - 紫外線吸光光度計

c．還元熱化学分解方式

生成ガスについては、連続的に発生するガスを迅速に確認する必要があることから、オンライン迅速分析法を採用しており、生成ガス中のPCB濃度が0.1mg/Nm³以下に対応するPCB分解指標物質であるモノクロロベンゼン濃度を管理値として設定し、PCB分解完了を確認している。

対象物	分析法	分析時間（前処理時間含む）	検出限界
生成ガス	マイクロ GC/TCD ⁶	2.5 分	0.5mg/Nm ³
	公定法については規定なし		

6：熱伝導検出器付きマイクロガスクロマトグラフ分析計

(2) 卒業判定

a . 前処理における卒業判定

前処理工程から払い出される容器、鉄心、銅などの処理済物の卒業判定の試験方法としては、洗浄液試験法、拭き取り試験法、部材採取試験法の3種類の試験方法が公定法として定められているが、容器等部材処理の処理方式に応じて卒業判定の考え方が異なる場合がみられる。

各企業の卒業判定の考え方は、概ね以下のようなものである。

前処理に溶剤洗浄を用いる場合は、容器、鉄心、銅などの非含浸性部材について迅速な判定が可能であることから、卒業判定は基本的に洗浄液試験法を採用する企業が多い。この場合、判定洗浄工程において、判定洗浄液の管理値を定めこれを監視する手法を採用している企業や、判定洗浄液のオンラインモニタリングを検討している企業もある。

なお、洗浄液試験法を採用する場合であっても、拭き取り試験法又は部材採取試験法による定期的な確認、試運転時の試験方法の相互確認を検討している企業もある。

前処理に真空加熱分離を用いる場合は、非含浸性部材については、拭き取り試験法と部材採取試験法を卒業判定の基本とし、また含浸性部材の炭化物については、溶出試験法によるとしている。これらの試験方法では、サンプリングした試料の代表性が重要であり、サンプリング方法、判定のロットの考え方等について十分な留意が必要としている。

分析方法は、GC-ECD を用いて公定法による企業が多いが、液処理の迅速分析法を活用して、GC-LRMS による分析や、独自に工夫した前処理を採用するなど、より迅速な分析方法を検討している企業もある。

紙・木等の含浸性部材については、基本的には、公定法による溶出試験を採用するとしている。また、これらについては、拭き取り試験法と部材採取試験法と同様に、試料の代表性に十分な留意が必要としている。

また、いずれの判定試験についても、判定基準濃度が非常に低いため、判定試験を行うまでの間の汚染、あるいは分析過程における汚染について十分な留意が必要としている。

b . 液処理における卒業判定

液処理後の処理済油、反応後固形残渣等については、基本的には、それぞれの払出前に迅速分析法により卒業判定を行うとしている（分解反応直後の処理済油の判定で卒業判定としている場合もあり）。その際の分析方法については、分解完了確

認と同様の方法を採用している。

また、分解完了確認と同様に、定期的に公定法により確認を行うとしている。