

# 感圧紙の PCB 測定方法の評価

(正) 大岡幸裕<sup>1)</sup>、○ (賛) 小倉伸夫<sup>1)</sup>  
1) 株式会社クレハ環境

## 1. はじめに

PCB 廃棄物は、PCB 特別措置法により 2027 年 3 月までに処理することとされている。低濃度 PCB 廃棄物については、2013 年以降、大臣認定を受けた処理施設での処理が開始された。しかし、環境省から報告されている「PCB 特別措置法に基づく PCB 廃棄物の保管等の届出の全国集計結果」によれば、PCB 廃棄物の 1 つである感圧紙については十年以上にわたり保管量に変化していない (Fig.1)。この感圧紙についても認定処理施設を利用できれば、早期に処理が完了すると期待される。なお、これらの施設で処理するにあたり、廃棄物中の PCB 濃度が 5000mg/kg 以下であることを確認する必要がある。

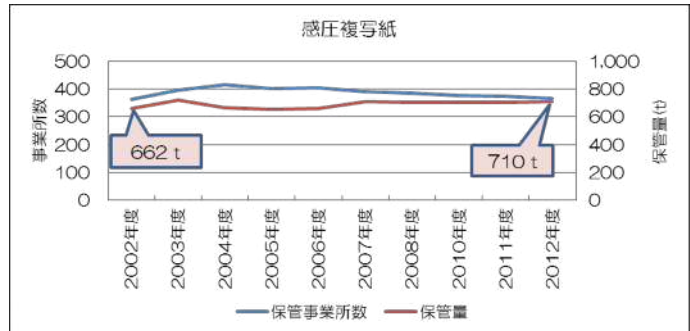


Fig.1 感圧紙の保管量変動

PCB 廃棄物の測定方法に「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法」(以下、マニュアル)があるが、感圧紙、シーリング材、塗膜など一部の廃棄物に対しては、この測定方法が適さない可能性があるとの意見もある。実際に試験報告書に PCB 濃度 210mg/kg (分析方法: 溶媒抽出後、簡易測定マニュアル 2. 1. 2) と記載されていた感圧紙を当社で測定を行ったところ、抽出方法によって 1000 ~ 1600mg/kg とかなり高い測定結果であった (Fig.2)。そこで、感圧紙に対する測定方法の統一が必要であると考え、測定方法の検討および分析機関の現状を調査した。

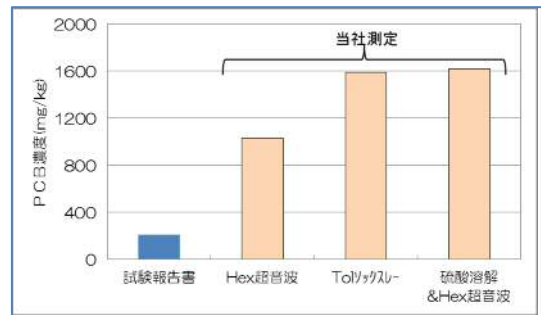


Fig.2 抽出方法による結果比較

## 2. 検討項目

### (1) 試料調製方法

マニュアルを参考にして、2~10mm サイズの紙片を試料とする。なお、PCB 廃棄物として保管されていた感圧紙束 (2 束) を試料の対象とした。

調製1: 5~6mm の方形試料 (紙はさみを使用)

調製2: 6mm φ の円形試料 (穴あけパンチを使用)

### (2) 抽出方法

抽出1: ヘキサン (Hex) 超音波抽出... 低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法 (紙くず) 準拠

- ① 試料 1g を円筒ろ紙に入れ、200ml のヘキサンを加えて超音波洗浄器にて 15 分間抽出する。
- ② ろ過して抽出液を回収し、残った固形試料について①操作を行い、合計3回抽出する。
- ③ 回収した抽出液を混合し、硫酸ナトリウム (無水) で脱水した後に、濃縮・定容する。

抽出2: トルエン (Tol) ソックスレー抽出... 厚生省告示第 192 号別表第 2 の第 2 準拠

- ① 試料 1g を円筒ろ紙に入れ、トルエンで 16 時間ソックスレー抽出する。
- ② ①の操作で得られた抽出液を、硫酸ナトリウム (無水) で脱水した後に、濃縮・定容する。

抽出3: 硫酸溶解 & ヘキサン (Hex) 超音波抽出

- ① 試料 1g をデイスパーザブル遠沈管に入れ、ヘキサン 5ml、アセトン 1ml を加えた後に濃硫酸 5ml を添加して、試料を溶解する。
- ② 目視で溶解確認後、超音波洗浄器にて 15 分抽出し、ヘキサン層 (上層) を分取回収する。
- ③ 残った硫酸層 (下層) にヘキサン 5ml を加え、②の操作を行い、合計3回抽出する。
- ④ 回収した抽出液を混合し、硫酸ナトリウム (無水) で脱水した後に、濃縮・定容する。

### (3) 測定方法

抽出液を「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)」にて測定する。

### (4) 最大見積方法

固形試料に含有している PCB は溶出しにくいと考え、3段階で抽出・測定・定量を行った結果の合計を最大見積とする。

- 1段階: 抽出1を行い、測定・定量
- 2段階: 1段階の残渣で抽出2を行い、測定・定量
- 3段階: 2段階の残渣で抽出3を行い、測定・定量

【連絡先】 〒974-8232 福島県いわき市錦町四反田 30 番地 株式会社クレハ環境 技術部技術課  
小倉伸夫 Tel : 0246-63-1231 FAX : 0246-63-1232 e-mail : nobuo\_ogura@kurekan.co.jp

【キーワード】 感圧紙、PCB 測定方法、低濃度 PCB 含有廃棄物

### 3. 評価

- (1) ハサミとパンチによる試料の細断および分取の作業性を比較する。
- (2) パンチにより細断調製した試料を当社および分析機関4社で測定し、結果を比較する。
- (3) 抽出・測定方法による測定結果から、感圧紙に適した手法を判断する。

### 4. 結果と考察

PCB 廃棄物として保管されている感圧紙は、伝票等が束状に綴じられている場合がある。この束から、ハサミで分取を行ったところ、綴じられている多種の感圧紙から均一分取することが困難で試料に偏りが生じてしまった。また、小さいサイズに細断する際には、作業場の周囲に飛び散りが起きやすいため、周囲を汚染させる可能性があり細心の注意が必要であった。対して、パンチを用いた場合、容易に分取することが可能であった。その上、分取する際に6mm φの均一サイズ、且つ、分取した紙が集約されることから、周囲を汚染させることなく作業を行えた。

パンチにて細断調製した試料を分析機関4社に測定依頼したところ、感圧紙に対する PCB 含有量を求める測定マニュアルが存在しないこともあり、各社とも抽出方法・測定機器が異なっていた(Table. 1)。また、測定結果にも大きな差が見られ、真値が不明である(Fig. 3)。PCB 廃棄物処理を行うにあたり、事前情報として分析機関が発行した試験報告書は重要な情報であることから、このような状況では、受入・処理の可否判断が困難となる。

最大見積値を得るために、3段階で抽出・測定・定量を行ったところ、試料において抽出1の残渣から PCB が検出された。他機関においても抽出1と同様の Hex 超音波抽出を選択した場合、測定結果が低かったことから、十分に抽出することは難しいと思われる。

抽出2と抽出3においては、最大見積に近い測定結果が得られた。しかし抽出2は、抽出1と同様に残渣から PCB が検出された。加えて、抽出作業が 16 時間以上と長時間である。これに対し、抽出3は短時間で容易に抽出作業が行えた。また、硫酸を用いて感圧紙を溶解することで Hex 超音波の抽出効果を向上させることが確認できた。よって、抽出3は感圧紙に最も適した抽出手法であると考えられる。

PCB 含有廃棄物として保管されている感圧紙の紙束には、様々なマイクロカプセル(発色剤)が塗布された感圧紙や、感圧紙の使用で着色した紙なども含まれている。同様の抽出方法でも分析機関によって値が異なることから、抽出方法以外にも測定結果に影響を与える因子(例えば、試料量に対する溶媒量、紙やインクの種類など)が潜んでいるものと推測され、今後も検討を継続する。

### 5. 結論

マニュアルに記載されているヘキサン超音波抽出のみでは、感圧紙からの PCB 抽出が不十分である。

これに対し、「硫酸溶解&Hex 超音波抽出法」が感圧紙の測定に最も適していることが分かった。また、感圧紙の場合、分析機関によって抽出方法や測定機器が異なり、細断した同一試料でも測定結果にバラツキが生じることが判明した。

今後、低濃度 PCB 含有廃棄物の処理推進を図る上で、分析機関および認定処理施設が同レベルで測定可能となるよう、各媒体に適した測定方法の確立が必要である。

### 6. 参考文献

- 環境省:PCB 特別措置法に基づく PCB 廃棄物の保管等の届出の全国集計結果
- 環境省(平成 25 年2月):低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法(第1版)
- 環境省(平成 23 年5月):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)
- 特別管理産業廃棄物に係わる基準の検定方法(平成4年厚生省告示第 192 号別表第2の第2)

Table. 1 各分析機関の抽出・測定方法

	抽出方法	測定機器
当社(抽出1)	Hex超音波	キャピラリーECD
当社(抽出2)	Tolソックスレー(熱間抽出)	キャピラリーECD
当社(抽出3)	硫酸溶解&Hex超音波	キャピラリーECD
A社	Hex超音波	キャピラリーECD
B社	<0.5mm細断&Hex超音波	HRGC/HRMS
C社	Tolソックスレー	バックドECD
D社	濃硫酸溶解1h&Hex液-液抽出(手振り)	キャピラリーECD

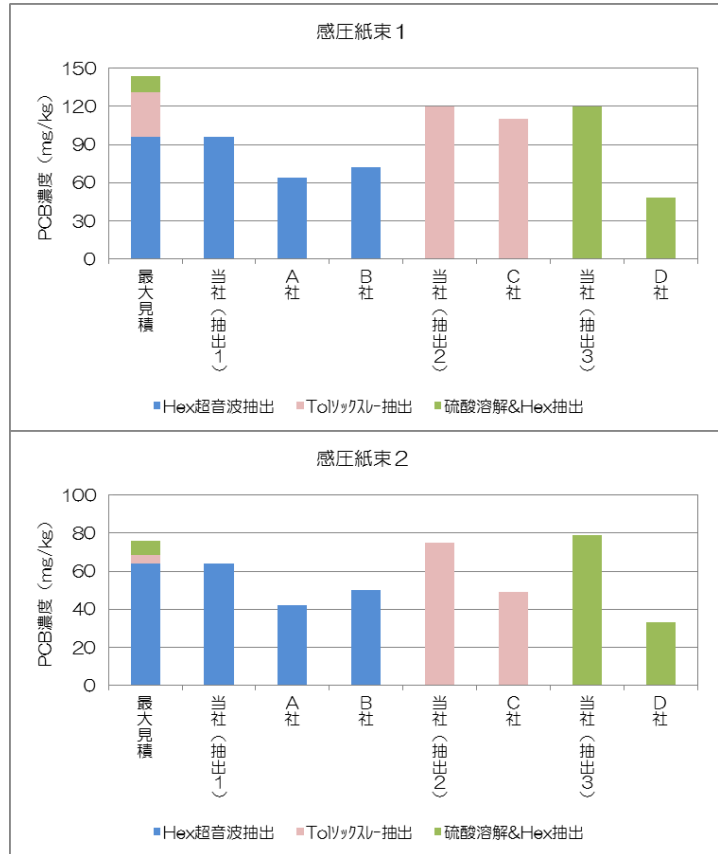


Fig. 3 分析機関による測定結果比較