

平成 26 年度産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法に係る精度管理調査 実施要領

1. 概要

平成 24 年度に、「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（告示第 13 号）」が改定されたことに伴い精度管理調査を行うこととなった。参加機関数 100 機関程度とし、溶出操作及び分析方法の妥当性、試験機関における分析値のばらつき等を検証する。

2. 対象試料（廃棄物）

分析対象となる検体は産業廃棄物焼却施設のばいじん

3. 産業廃棄物試料の調製

以下の試料調整を行ったもの

- ① 乾燥（105℃）
- ② 粉碎（ボールミル等）
- ③ 分級（106 μ m 以下）
- ④ 混合（V 型ブレンダー）
- ⑤ 瓶詰（1 瓶あたり約 200g（3 回溶出操作が可能な量））

4. 試料の均一性評価

200 本の試料瓶からランダムに 10 本選定し、以下の均一性評価を行った。

- ① Fe, Cu, Zn, Pb, Ca の主成分元素の測定（強酸溶解）
各項目ともに変動係数 4%程度である。
- ② 含水率
変動係数 7%程度
- ③ 粒度分布
平均粒径 25 μ m（21~28 μ m）、変動係数 8%程度
（各項目の分析値のばらつきが±15%内となることを確認した後各分析機関に配布）

5. 配布試料

以下の 4 本の検体を配布する

- (1) 産業廃棄物試料
上記均一化した試料 200g
- (2) 配布標準液
配布標準液は濃度不明のブライント試料とし、液性により分けた 2 種類とする。標準液を送付して測定する目的は、参加機関の所有する（使用する）機器が正しく作動し、標準液作成が正しく行われているかを確認するためである。
 - ① 配布標準液 1（Hg、Cd、Pb、As、Se、Be、Cu、Zn） 200mL

- ② 配布標準液2 (Cr⁶⁺) 100mL

測定回数は1回以上とする。

- (3) 産業廃棄物の溶出液

溶出液を送付する目的は、溶出操作による機関間ばらつきと溶出操作によるばらつきとを区別し、共存物質が存在する溶出液で測定対象元素の分析誤差がどの程度あるかを把握する目的である。(焼却飛灰の不溶化処理物の溶出液に標準液を添加したもの、硝酸酸性溶液)

6. 精度管理の参加機関

104機関 (民間75、公的機関29)

8. 参加機関の分析

- ① 産業廃棄物試料についてはN=3で溶出操作を行い、対象元素の測定を行う。
- ② 標準液及び溶出液については、N=1以上の対象元素の測定を行う。(複数データが望ましい)
- ③ 測定対象項目： pH、電気伝導率、Hg、Cd、Pb、As、Se、Cu、Zn、Be、Cr⁶⁺、Na、K、Ca
(機関によっては全項目でない場合も可能とした；理由を確認した機関)
 - ・配布標準液はNa、K、Caは測定しなくてよい
 - ・溶出液のCr⁶⁺は測定が望ましい(酸性溶液としているので低値であるが)
- ④ 測定対象項目の測定方法は、法に規定されている方法のどれを選択してもよいが、測定条件は必ず記載する。
 - ・Cr⁶⁺の測定について、吸光光度法以外測定する場合は、Cr³⁺の除去を行うことが必要である。
- ⑤ ICP発光分光分析及びICP質量分析については、特にスペクトル干渉を確認して測定すること

9. 報告書

- ・測定値の報告書と共に、測定条件を記載したものの提出する。
- ・報告書様式は別紙(エクセルシート)による(報告内容はエクセルシートにも記載)
質問を受けた内容は、学会HPにまとめて回答するので参考にしてください。
- ・報告は11月末とする。
- ・報告書提出先：廃棄物資源循環学会事務局
e-mail : jim05@jsmcwm.or.jp 担当：石渡・松田
〒108-0014 東京都港区芝5-1-9 豊前屋ビル5階
TEL : 03-3769-5099 FAX : 03-3769-1492
- ・質問等の連絡先
e-mail : jim04@jsmcwm.or.jp

10. 分析結果の整理と結果公表

測定結果を整理・統計解析を行い、溶出操作、対象項目の分析方法の違いによるばらつき、告示第13号試験全体の精度の確認、留意事項のまとめを行う。

結果は環境省により発表

1 1. 告示改正の主な変更点

(1) 環境省報道 <http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=16343> 平成 25 年 2 月 21 日

産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（昭和 48 年環境庁告示第 13 号）の一部を改正する告示の公布について(お知らせ)

産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法（昭和 48 年環境庁告示第 13 号）の一部を改正する告示が本日公布されましたので、お知らせします。

なお、平成 24 年 8 月 30 日（木）～平成 24 年 9 月 28 日（金）の間に実施した本告示改正案に対する意見の募集（パブリックコメント）の結果についても、併せてお知らせいたします。

1. 改正の概要

「産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法」（昭和 48 年環境庁告示第 13 号）は、廃棄物に起因する公共用水域への有害物質の汚染を未然に管理し、最終処分場へ搬入する廃棄物からの有害物質の溶出量の規制を目的としています。

この検定方法は、産業廃棄物を最終処分する際に、陸上・海上埋立及び海上投入処分における廃棄物からの水溶性有害物質濃度に対して基準値等を設定した検定方法であり、本告示制定後、告示で引用している日本工業規格の改正等により、所要の規定の整理を行うこととしました。

また、新たに特別管理産業廃棄物とされた 1,4-ジオキサンについては、検定方法が定められていないことから、今回、1,4-ジオキサンの検定方法を追加します。

2. 改正の主な内容

- ・ 日本工業規格改正による所要の改正。
- ・ 溶出溶媒：pH 調整を不要とし、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 のものとする。
- ・ 容器容積比：容器の容積は溶媒の体積のおおむね 2 倍とする。
- ・ 振とう条件：水平振とうとする。
- ・ ろ過操作：遠心分離した後、ろ過操作を行う。
- ・ ろ紙の材質：メンブランフィルターとする。
- ・ 揮発性有機物に対するろ過操作：ろ過操作なしとする。
- ・ ベリリウムへの ICP 質量分析法の採用
- ・ 1,4-ジオキサンの検定方法については、以下に示す検定方法を採用。

[1]海洋投入処分を行おうとする有機性汚泥：溶媒抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法

[2][1]以外の産業廃棄物：「水質汚濁に係る環境基準について」（昭和 46 年 12 月環境庁告示第 59 号）付表 7 に定める方法。ただし、活性炭抽出ーガスクロマトグラフ質量分析法においては、カートリッジ型活性炭カラムの上部にカートリッジ型 ODS 又はポリスチレン樹脂充填カラムを使用することとする。

(2) 「産業廃棄物の検定方法に係る分析操作マニュアル」

https://www.env.go.jp/recycle/misc/sanpai_kentei/ao_manual.pdf