「有機顔料中に非意図的に副生するポリ塩化ビフェニルの管理方法及び低減方策について」

―管理方法作成と事前の報告を行うための留意事項並びに参考資料―

2016年6月17日

（修正　2016年11月15日）
（修正　2021年 1月 6日）

化成品工業協会

「管理方法作成と事前の報告を行うための留意事項並びに参考資料」について

・平成28年1月29日、有機顔料中に副生するPCB の工業技術的・経済的に低減可能なレベルに関する検討会の報告書「有機顔料中に副生するPCBの工業技術的・経済的に低減可能なレベルに関する報告書」（以下、「BAT検討会報告書」という。）が取りまとめられました。
http://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/t59521501303.pdf
・また、平成28年3月4日には、三省（厚生労働省医薬・生活衛生局審査管理課化学物質安全対策室、経済産業省製造産業局化学物質管理課化学物質安全室、環境省総合環境政策局環境保健部環境保健企画管理課化学物質審査室）発関係事業者宛「副生第一種特定化学物質を含有する化学物質の取扱いについて（お知らせ）（平成28年3月4日）」（以下、「平成28年3月4日お知らせ」という。）が公表されました。（「平成31年3月29日」更新）
https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/files/about/class1specified/190329bat_oshirase.pdf

・有機顔料の製造・輸入者は、「平成31年3月29日お知らせ」に従い、次の3要件

- ・化学構造に塩素原子を含む顔料
- ・塩素原子を含む原料を使用する顔料
- ・合成工程において塩素化芳香族系の溶媒を用いる顔料

に該当する有機顔料製品の

- ・ 出荷の是非を判断する基準となる自主管理上限値や分析方法
- ・分析頻度等からなる管理方法とその妥当性　等

について、三省に製造・輸入を開始するまでに報告（以下、「事前の報告」という。）しなければなりません。
・化成品工業協会（以下、「協会」という。）は、BAT検討会報告書P17にある要請事項、「業界団体により、各事業者において適切な管理が行われるよう、管理方法等について自主的なガイドラインを設けることなどが期待される。」を受け、関係者の管理方法作成と事前の報告実施を支援すべく、「管理方法作成と事前の報告を行うための留意事項並びに参考資料」（以下、「本資料」という。）を作成いたしました。
・平成28年3月4日お知らせには、「（参考）有機顔料中に非意図的に副生するポリ塩化ビフェニルの管理方法及び低減方策の様式の例」として「3．（1）事前の報告書の例」（以下、「事前の報告書式」という。）が添付されておりましたので、本資料は、事前の報告書式に従うかたちで編集されております。
・本資料中、引用される公的資料等の文言定義は上に示したとおりですが、更に「事前の報告書式」に従って行う「事前の報告」の書面を「事前の報告書面」と定義いたしておる場合がありますので、その旨ご了解ください。
・本資料が、全ての有機顔料の製造・輸入者の、特に実際に管理方法作成と事前の報告実務を担当される方々の一助となれば誠に幸いです。

免責事項

1. 本資料中の記載例、管理方法に係る事例等は本資料発行時点での単なる一事例であり、当事者又は第三者機関等によりその妥当性、有効性が検証されたものではありません。むしろ、今後は当事者自身がこれらの有効性・妥当性につき点検・見直しを図りながら日々改善を施していくべき段階のものでありますので、これら記載内容を踏襲することによって、「事前の報告」において求められている全ての事項が充たされるわけではないことをご理解ください。
2. 本資料により有機顔料中のPCBの管理が適切になされることを協会が保証するものではなく、管理の精度、信頼度を保証するものでもありません。
3. 本資料を使用・利用する場合は、使用・利用者自身がこれらの内容を充分に評価し、使用・利用者の責任において適用可否を適宜判断ください。協会は適用可否に関わる責任を負いません。
4. 本資料の記載内容に基因する損害が本資料使用・利用者に生じた場合において、協会はいかなる責任を負うものではありません。
5. 本資料にある記載例、管理方法事例およびそれに付随する製品例、データ、図、表、グラフ等全ての内容を、協会は予告なしに変更することがあります。
6. 本資料に関する詳細等についてのお問合せ、その他お気付きの事項等ございましたら、協会窓口(担当:化成品工業協会 土屋 tsuchiya@kaseikyo.jp)までご照会ください。

「事前の報告書式」の入手について

事前の報告書式は、次の手順で入手できますので、各自ダウンロードしてご利用ください。

【手順】

①経済産業省WEBサイト　http://www.meti.go.jp/

↓

②政策について／政策一覧　https://www.meti.go.jp/policy/index.html

↓

③化学物質管理　http://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/index.html

↓

④化学物質審査規制法(化審法）https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/index.html

↓

⑤対象物質一覧　https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/substance_list.html

↓

⑥第一種特定化学物質

↓　https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/class1specified_index.html

⑦第一種特定化学物質帰省に関する情報(副生、国際条約関係

https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/class1specified_history.html

のページを開き､「第一種特定化学物質が副生されていた場合の手続きについて」の中の
「有機顔料中にポリ塩化ビフェニルが副生していた場合」の項目からWORD版を入手できます！
有機顔料中に非意図的に副生するポリ塩化ビフェニルの管理方法及び低減方策の様式の例 (WORD形式)

以降、事前の報告書式順序に従い述べさせていただきます。

「副生第一種特定化学物質を含有する化学物質の取扱いについて（お知らせ）（平成２８年３月４日）」３．（１）事前の報告書の例

厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課化学物質安全対策室
経済産業省製造産業局化学物質管理課化学物質安全室
環境省総合環境政策局環境保健部環境保健企画管理課化学物質審査室　御中

●●●●●株式会社
代表者役職・氏名

最初のみ代表者名での
報告が求められます
押印は不要になりました

有機顔料中に非意図的に副生するポリ塩化ビフェニルの
管理方法及び低減方策について

この度、弊社が製造及び輸入しております有機顔料中に、化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律における第一種特定化学物質であるポリ塩化ビフェニル（以下「PCB」という。）が非意図的に副生して含有されることが認められました。平成28年3月4日付「副生第一種特定化学物質を含有する化学物質の取扱いについて（お知らせ）」に基づき、有機顔料中に副生するPCBの管理方法及び副生するPCBの低減方策について報告します。

非意図的に副生するPCBを含有する有機顔料の区分ごとに定めた自主管理上限値及び社内で自主管理上限値よりも低い水準で管理するための目標となる上限値（以下「社内規格値」という。）の管理概要及び低減方策は下記のとおりです。また、詳細な管理方法及び今後の低減方策等については、別紙のとおりです。

記

1．管理概要
（１）定期報告対象の有機顔料

・最初の表では、副生PCB含有量10ppmを超える値で管理する区分について問われます。

・区分製品単位、商品単位毎に細かく設定しても結構ですが、表自体の行数が嵩み、また、後に添付する別紙等、報告全体のページ数が莫大になる場合もあります。そのような場合は、極力、同一の管理を行う製品群を纏めた広い概念の区分を作るのが好ましいかと思われます。
・区分を作る場合の纏め方としては、C.I.Noが同じ、化学構造の基本骨格が同じ、その他、製造工程のキーとなる反応が同じ、使用する重要資材が同じ等、様々な切り口が考えられますので、各自、記載の重複を避けるよう、ページ数を削減できるよう工夫を凝らしてください。ページ数の節約は、報告する方にとっても、受ける方にとっても好都合です。
・区分名については、後に続く別紙との関係もありますので、別紙に記載する詳細説明の内容に繋がる名称とするのが良いと思われます。こちらについても、各自で工夫してください。

・・C.I.No、化学構造等による区分の例：Pigment yellow12、オキサジアジン系顔料
・・上記以外の切り口で纏めた区分例：製造法が特定できない▲■○の輸入品
製造のキー反応が●◇▽である製品
最終反応において■▽▲を使用する製品
等

・Noのふり方についても任意ですが、こちらも各自が整理しやすいように割り振ってください。受取手が混乱しないよう、以降の表のNoと重複しないよう留意すべきです。
・自主管理上限値の設定は必須ですが、社内規格値の設定は任意です。
・次の表に、区分名等の具体例を示します。ご参考までに。

1．管理概要
（１）定期報告対象の有機顔料　（続き）

No.	有機顔料の区分名	製造／輸入	自主管理上限値	社内規格値	備考
A−1	Postaperm Red EM	輸入	50	−	製造国：F国
A−2	Pigment Red 202	輸入	50		製造国：D国
A−3	オキサジアジン系顔料	輸入	25	−	製造国：C国
A−4	製造法が特定できない（A−1、A−2、A−3以外の）輸入品	輸入	50	−	製造国：O国、P国、Q国
A−5	ジスアゾ顔料（Pigment Orange13は除く）	製造	50	−	
A−6	Pigment yellow12	製造	50	25	
A−7	製造工程にジクロロアニリンのジアゾ化をともなう自社製造品	製造	50	30	
A−8	製造工程の最終カップリング反応資材にギ酸ナトリウムを使用する製品	製造	50	25	

（2）自主管理上限値又は社内規格値が10ppm以下のため定期報告対象外の有機顔料

- 管理区分の設定の仕方については、（1）と同様です。下の表に具体的例を示します。
- 0.5ppm以下であることが確認された区分についても本表に記載し、0.5ppm以下である旨を明記します。
- No.は後の説明としっかりリンクさせる必要がありますから、10ppm超の区分、10ppm以下の区分、0.5ppm以下の区分をしっかり区別できる番号振りが好ましいと思えます。
- （1）の表では社内規格値の設定が任意でしたが、ここでは自主管理上限値が10ppm以下である場合を除いて、設定、記入することが必須となります。
- 0.5ppm以下のものについては、自主管理上限値、社内規格値とも設定不要ですが、継続的に低い値で管理していくことが求められます。

No.	有機顔料の区分名	製造／輸入	自主管理上限値	社内規格値	備考
B−1	フタロシアニン系	輸入	50	10	製造国：G国
B−2	DYMULER Brilliant Larmine 8C 503	製造	25	10	
B−3	Pigment blue15	製造	10		
B−4	Pigment green7	製造	25	10	
B−5	3,3’−ジクロロベンジジン系ジスアゾ誘導体の製品	製造	50	10	
C−1	Pigment green36	製造	−	−	≦0.5ppm
C−2	RIOMOGEN BLUE 8743	製造	−	−	≦0.5ppm

C−1、C−2の区分については、2．今後の低減方策「以下の有機顔料については、副生するPCBの含有量が0.5ppm以下であることを確認しております。」の欄参照

２．今後の低減方策

・１．（１）（２）で設定した区分毎に今後の低減方策を簡潔に記載します。
・表中、低減方策例を幾つか記載させていただきます。ご参考までに。

No.	有機顔料の区分名	今後の低減方策
⋮	⋮	⋮
A−3	オキサジアジン系顔料	・製造元に対して利用可能な最良の技術を適用することを求める。 ・サンプル分析の結果を踏まえ、PCB含有量の25ppm以下のロットを輸入する。
A− 4	製造法が特定できない （A−1、A−2、A−3以外の）輸入品	・製造元に対して利用可能な最良の技術を適用することを求める。 ・サンプル分析の結果を踏まえ、PCB含有量の低いロットを優先的に輸入する。
⋮	⋮	⋮
A− 8	製造工程の最終カップリング反応資材にギ酸ナトリウムを使用する製品	・定期的に製造条件を精査し、利用可能な最良の技術を適用することにより、工業技術的・経済的に可能な範囲で低減を図るよう努める。
⋮	⋮	⋮
B−5	3,3’−ジクロロベンジジン系ジスアゾ誘導体の製品	・カップリング反応工程の管理を厳格に行い、数値のバラツキ要因の解析に努める。解析結果を精査し、低減のための最適化を継続的に行っていく。
⋮	⋮	⋮

以下の有機顔料については、副生するPCBの含有量が0.5ppm以下であることを確認しております。

・1．（2）の表中に0.5ppm以下であったことを報告した区分につき、ここで再度確認を行います。
・得られた分析結果（PCB含有量・分析日）を備考の欄に記載してください。
・ここに記載した区分については、自主管理上限値、社内規格値の設定が不要であり、後に述べる別紙添付も求められません。もっとも、別紙に記載する方が纏めやすい、説明しやすい等のケースもあり得ますので、各社の事情にあわせてご判断ください。
・また、ここで確認された区分については、今後の定期報告対象からも除外されることになります。
・但し、「人」、「機械」、「材料」、「方法」の変更（4M変更）があった場合は新たに分析して三省に結果を報告する必要がありますのでご注意ください。
・新たな分析結果が0.5ppm超の場合は、1．（1）又は（2）のケースに該当することとなり、（1）のケースに該当する場合は年次報告の対象となります。
・「4M変更があった場合は（新規品扱いとし、）新たに分析し報告する旨」を、本表の末尾にしっかりと宣誓してください。

No.	有機顔料の区分名	製造／輸入	備考※
C−1	Pigment green36	製造	分析日：2012年4月5日　1Lot 0.3ppm
C−2	RIOMOGEN BLUE 8743	製造	分析期間；2012/11～2013/2　3Lot ND（定量下限：0.1ppm）～0.4ppm
これら区分につきましては、今後の定期報告対象外とさせていただきます。 但し、これら区分の製品に対して4M（「人」、「機械」、「材料」、「方法」）の変更がなされた場合は、新ためて分析しその結果を報告させていただくこととします。			

※得られている分析結果（PCB含有量・分析日）を記載すること

・1ページ目には代表者名が求められましたが。こちらの方は担当者名の記載が求められます。
・担当者の氏名、所属、住所（所在地）、電話番後、ファックス番号、E-mailアドレスを明記します。

（本件に関する問い合わせ先）

担当者	●● ●●
所属	●●●●事業部 ●●●●部 ●●●●室
住所	●●●●●●●●●●●●●●●●
TEL	●●－●●●●－●●●●
FAX	●●－●●●●－●●●●
E-mail	●●●●●@●●●●

“本ページから、（別紙●）の項目に沿って述べていきます。”

（別紙●）

平成●●年●●月●●日
●●●●●株式会社
No.●：有機顔料の区分名　※有機顔料の区分毎に作成

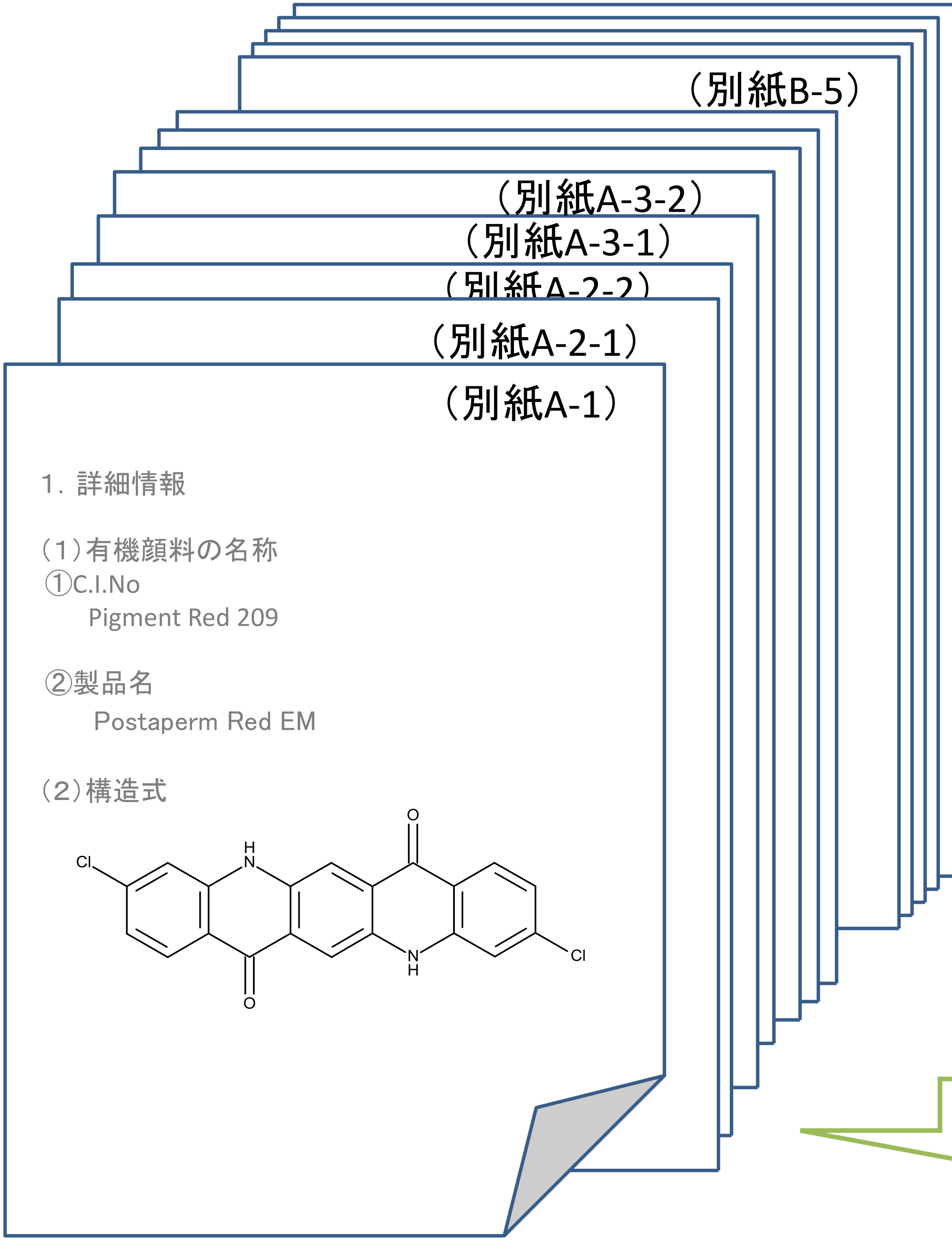
1．詳細情報
（1）有機顔料の名称
・製品名やカラーインデックス、化審法上の区分（一般化学物質、少量新規化学物質等）

（2）構造式

（1）有機顔料の名称について
・報告書に記載した区分毎に、詳細情報を記載します。
・区分に複数のC.I.No、製品が含まれる場合は、可能な限り個別にかつ具体的に記載します。
・販売先、流通経路に応じて製品名を使い分けている等、全く同一のモノが複数の製品名を有する場合は代表的な製品名のみ記載することもできます。但し、その旨を忘れずに記載することが求められます。

（2）構造式について
・有機顔料の名称と構造の対応関係が分るように留意し、網羅的に記載する必要があります。

次ページに続く



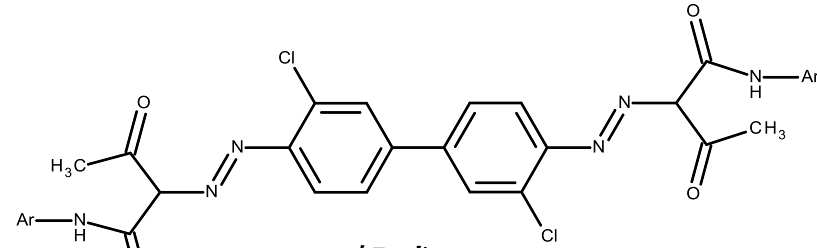
・設定した区分にあわせて、「別紙」はこのような体裁になるかと思われます。
・特に区分数が多い場合はページ数も膨らみます。各ページの右上覧には、区分に付したNoを分かりやすいかたちで記載すべきです。
・先ほど述べたとおり、2. の最後の表で0.5ppm以下であることを確認した区分についての別紙添付は任意です。

次ページに、先ほどお示しした
区分B-5に係る
（1）有機顔料の名称
（2）構造式
の記載例を示します。ご参考までに。

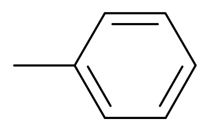
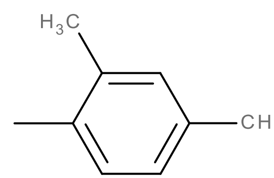
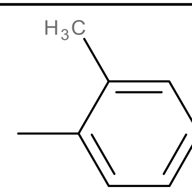
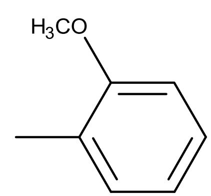
（1）有機顔料の名称
（2）構造式
の記載例

区分：B-5

3,3’－ジクロロベンジジン系ジスアゾ誘導体の製品



一般式

」C.I. Number	製品名	化審法区分	化学構造式 Ar	備考
Pigment Yellow 12	Second Yellow	一般化学物質		製品名は代表を記載（他4種）
Pigment Yellow 13	Light slow Yellow	一般化学物質		Pigment Yellow 13を含む全製品5種
Pigment Yellow 14	Kaimei Yellow G	一般化学物質		製品名は代表を記載（他5種）
Pigment Yellow 17	Movotex Yellow Q	一般化学物質		

２．製造方法及びPCB副生のメカニズム
（１）製造方法等
（２）PCB副生のメカニズム

（１）製造方法等
【製造の場合】
・製造している、又は製造を予定している工場名、所在地を記載します。
・次の（２）で記載する「PCB副生メカニズム」の説明内容との整合が求められますので、原材料及び製造工程について、程々に詳しく記載する必要があります。
【輸入の場合】
・製造者・供給者情報（名称、国等）をできるだけ記載します。
・次の（２）で記載する「PCB副生のメカニズム」の説明内容との整合が求められますが、製造の詳細が不明の場合それを記載することは不可能ですから、はっきりと「製造の詳細が不明」の旨を明示する必要があります。

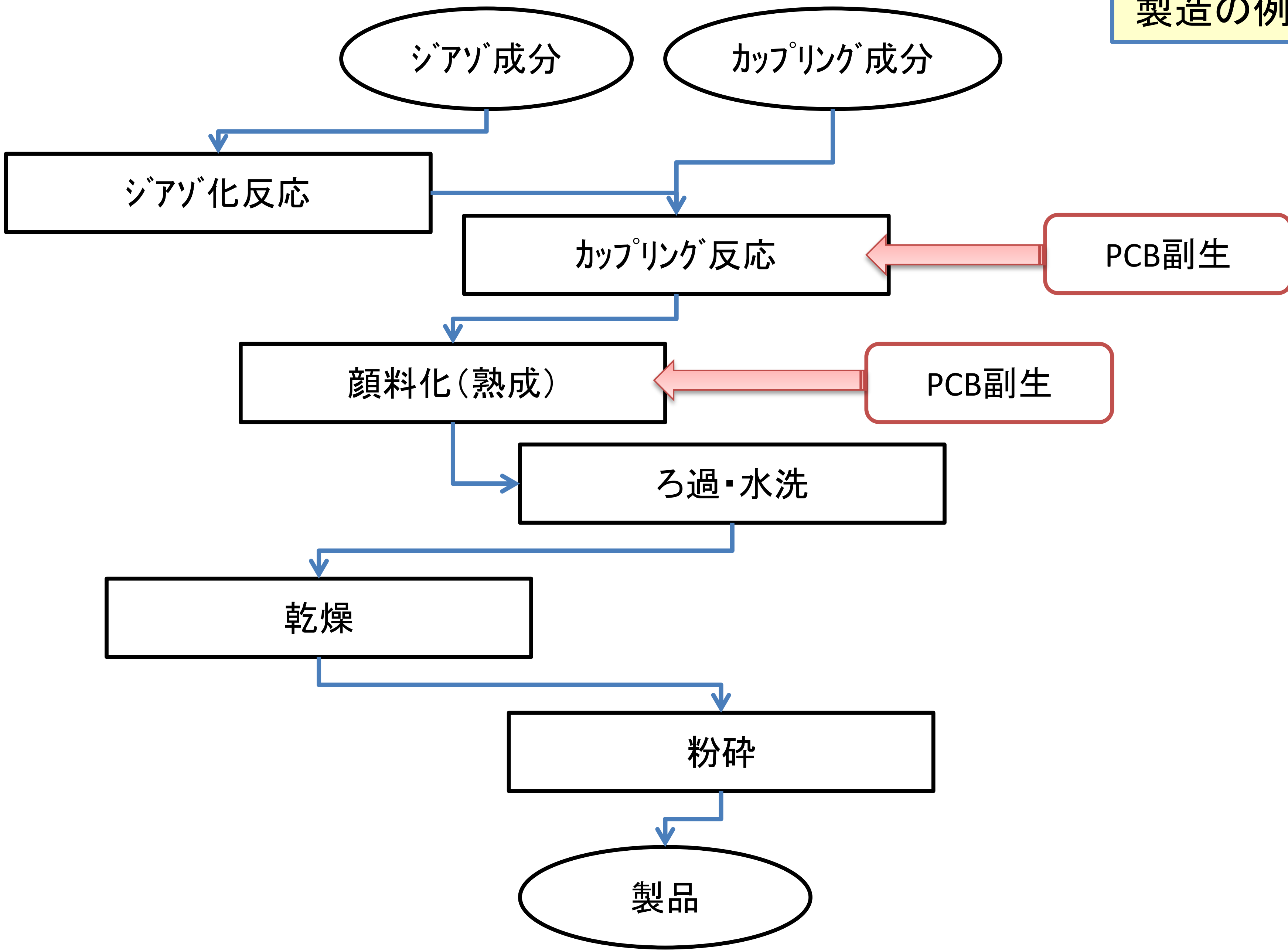
（２）PCB副生メカニズム
・４．で求められる低減方策との整合が求められることとなります。
・そのためには、化学反応に係る事項だけではなく、製造の工程管理との関係についても考慮すべきです。４．で求められる低減方策と繋がりやすくなります。
【参考になる資料】
・化学反応に係る内容、製造フローに係る内容とも、「BAT検討会報告書」の記載内容が非常に参考になります。同報告書P8～17の内容を充分に確認・参照すべきと考えます。「BAT検討会報告書」は1ページにも紹介したとおり次のURLより入手できます。

（参考）有機顔料中に副生するPCBの工業技術的・経済的に低減可能なレベルに関する報告書（平成28年1月29日）（PDF形式：1,089KB）
http://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/t59521501303.pdf

次ページ以降、製造方法と副生メカニズムの関係考察に役立つ参考情報を記載します。
ご参照ください。

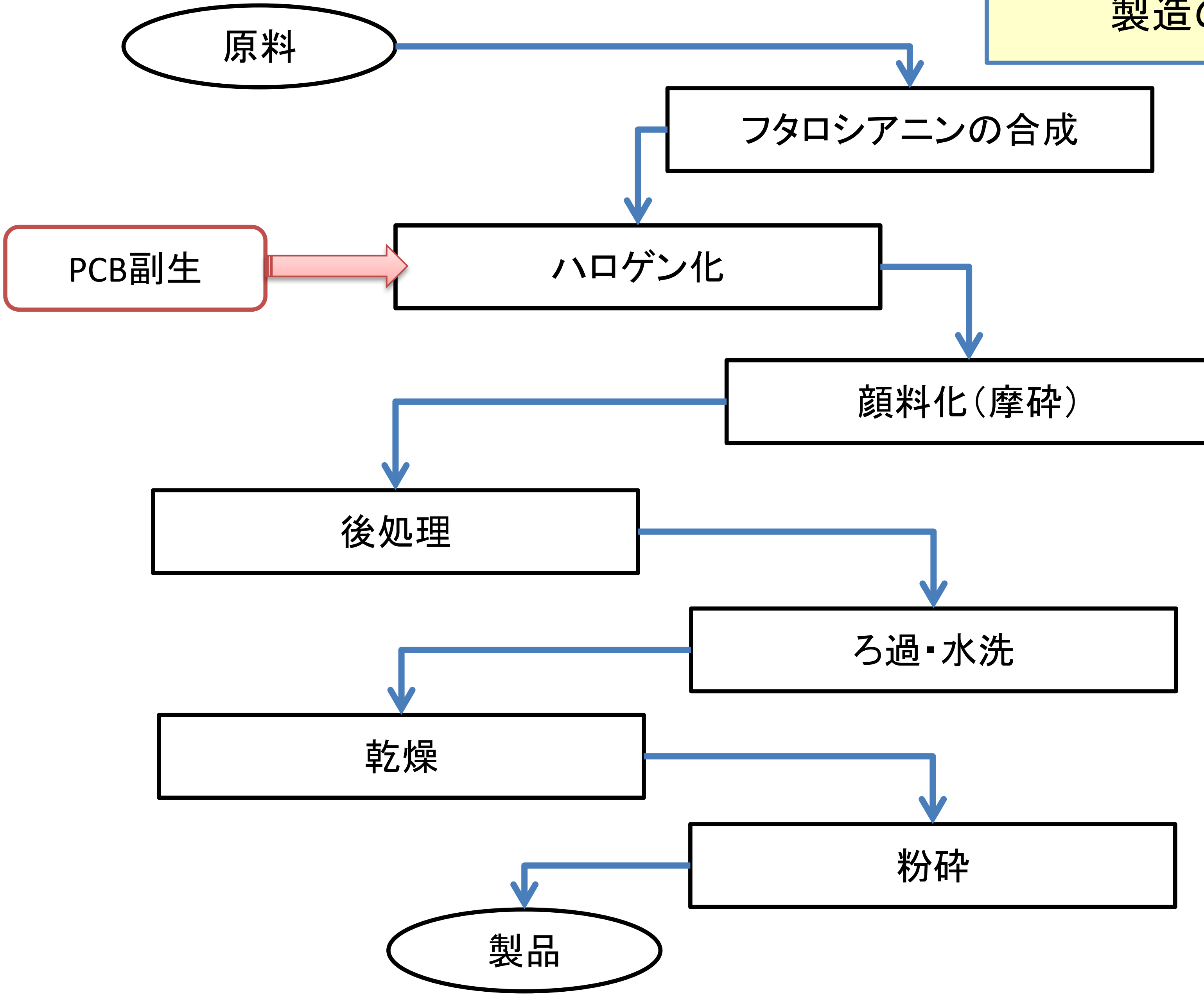
ブロックフロー例１

アゾ顔料
製造の例



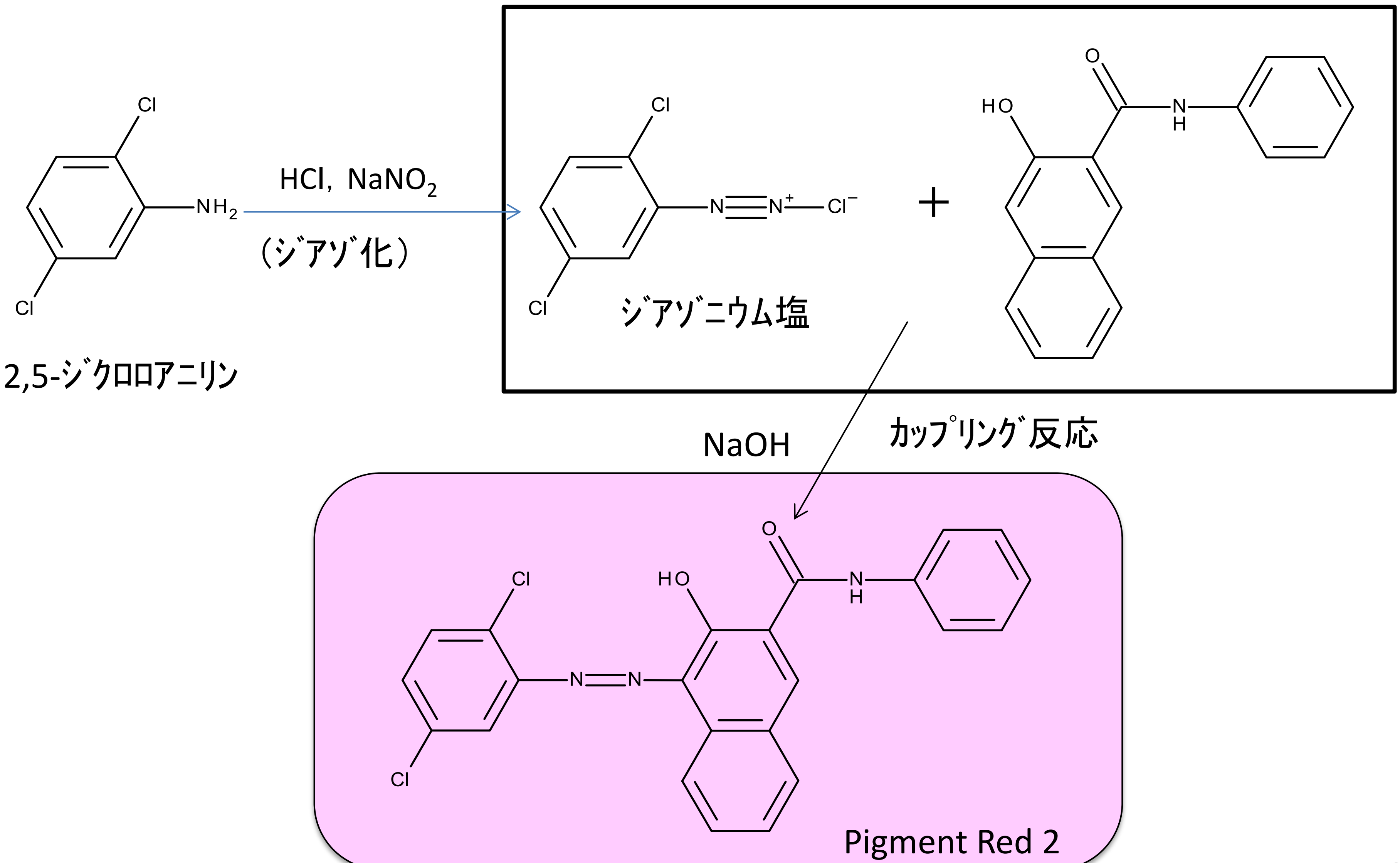
ブロックフロー例２

フタロシアニン顔料
製造の例



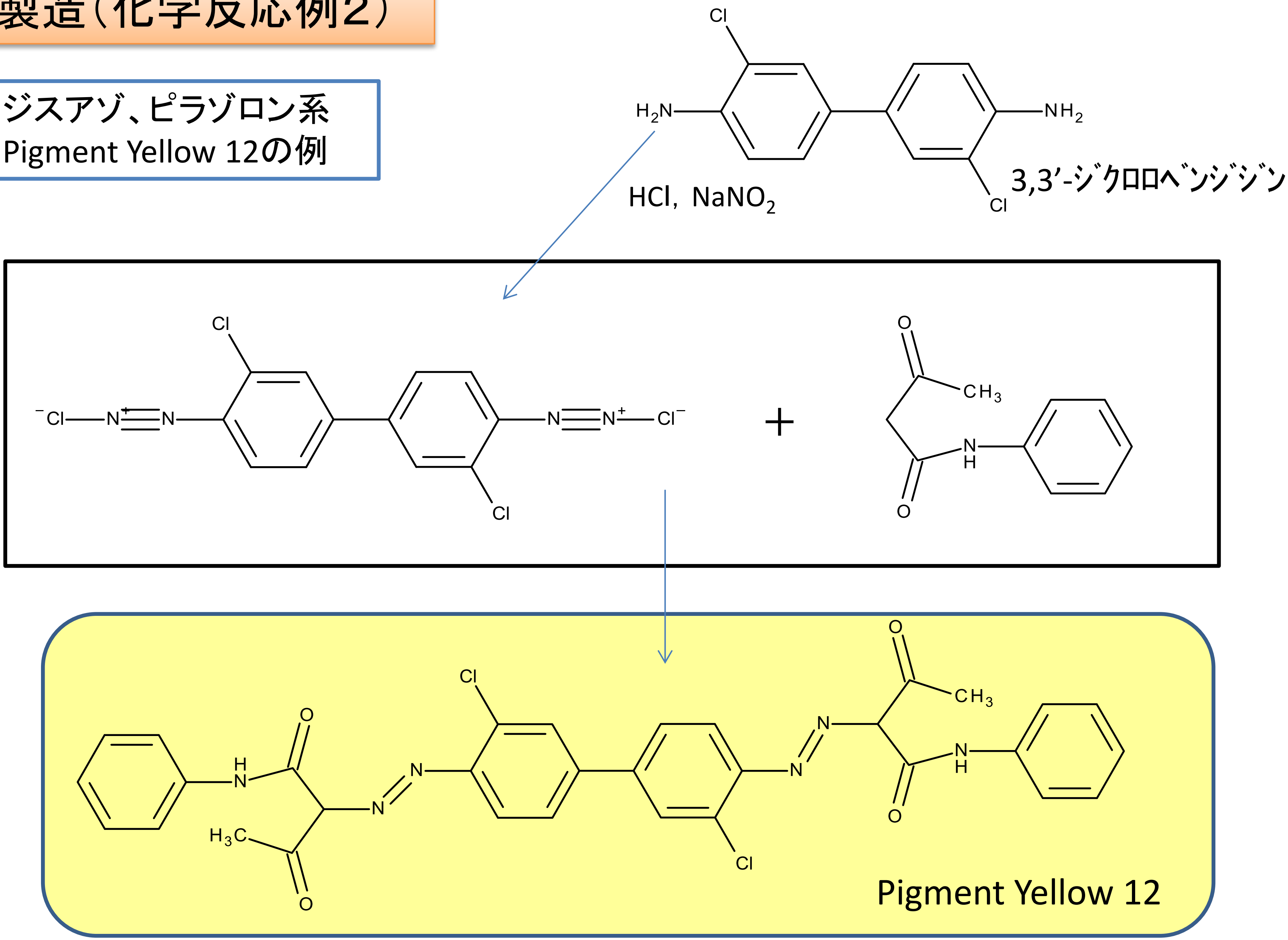
製造(化学反応例1)

モノアゾ、ナフトールAS
Pigment Red 2の例



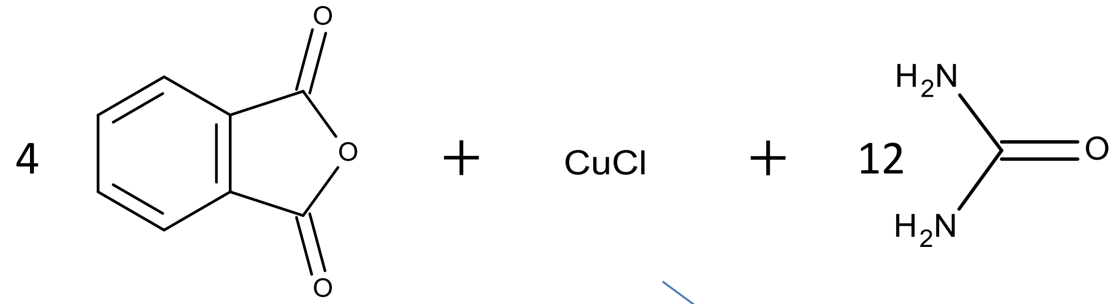
製造（化学反応例2）

ジスアゾ、ピラゾロン系
Pigment Yellow 12の例



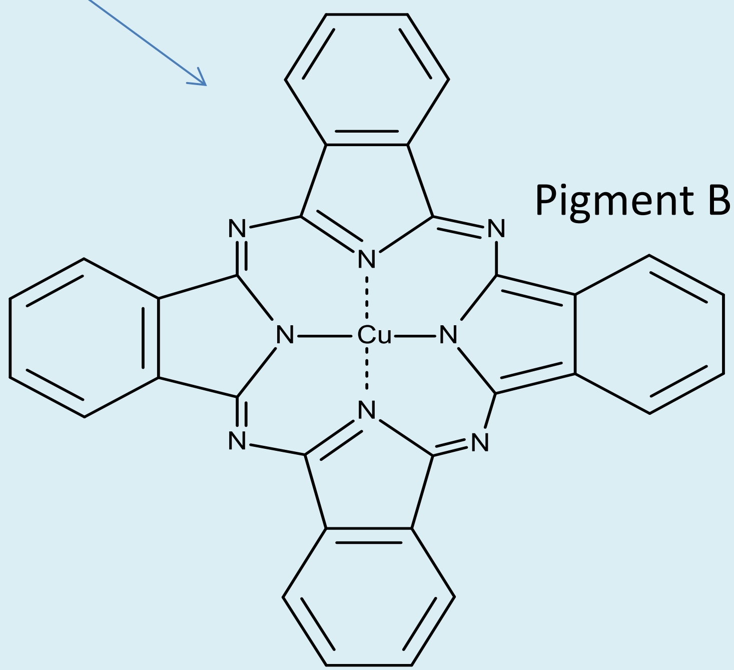
製造(化学反応例3)

フタロシアニン系
Pigment Blue 15の例



液相法

モリブデン酸アンモニウム
t-アミルベンゼン
180-200℃

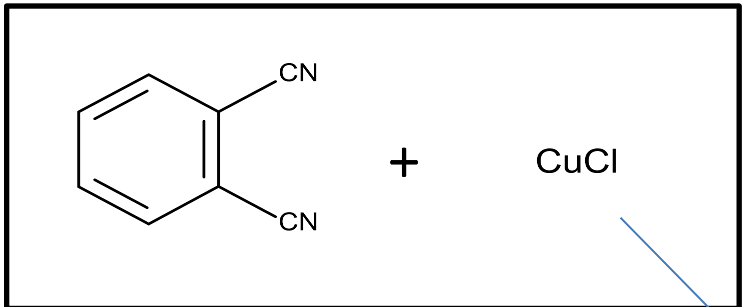


Pigment Blue 15

$+\ 14\ 2/3NH_3 + 12CO_2 + NH_4Cl + 1/6N_2$

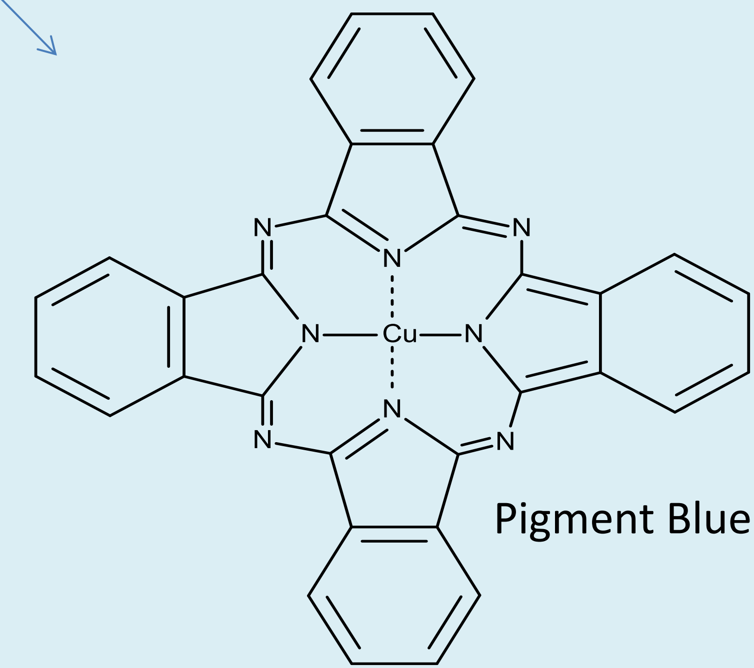
製造(化学反応例4)

フタロシアニン系
Pigment Blue 15の例



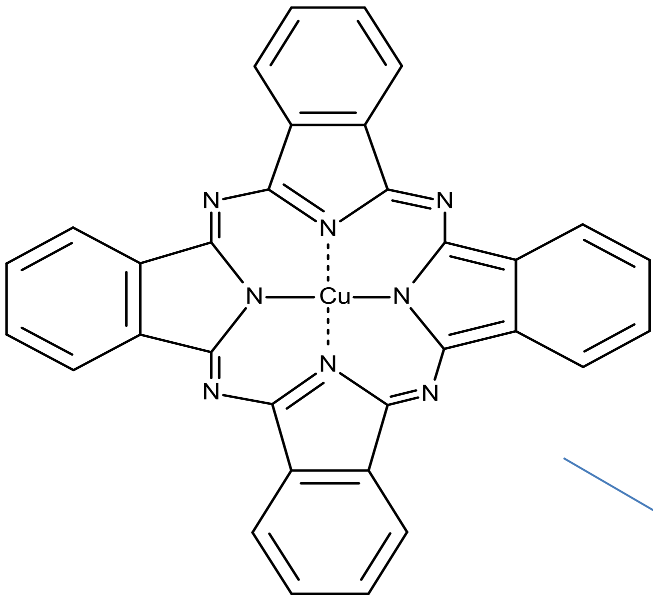
180-200℃

固相法



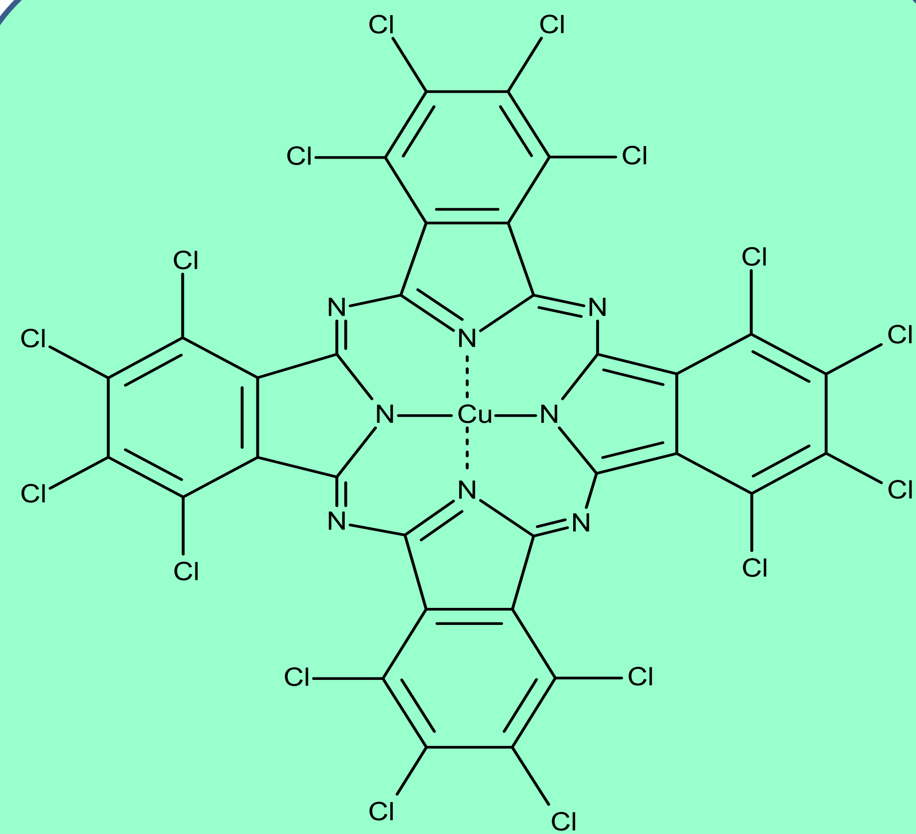
製造（化学反応例5）

フタロシアニン系
Pigment Green 7の例



Pigment Blue 15

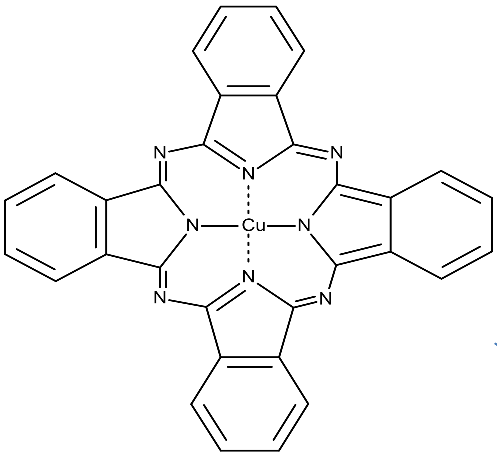
塩素化
（15個以上）



Pigment Green 7

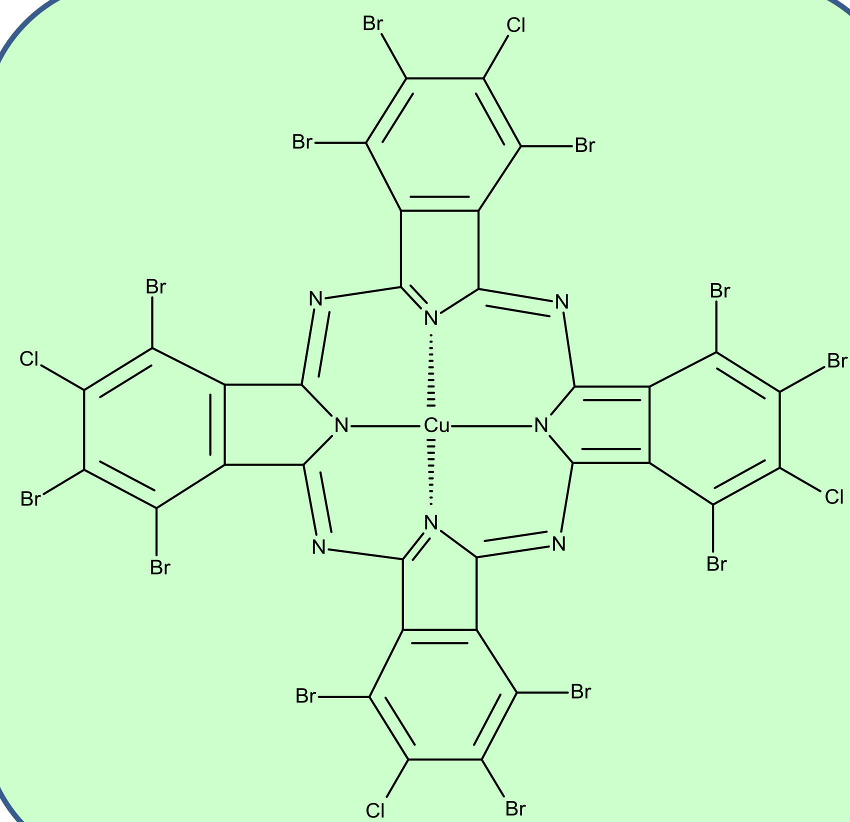
製造(化学反応例6)

フタロシアニン系
Pigment Green 36 の例



Pigment Blue 15

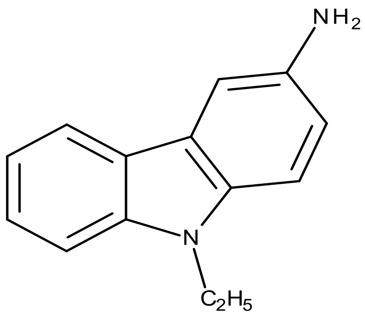
塩素化、
臭素化



Pigment Green 36

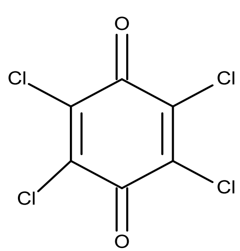
製造(化学反応例7)

ジオキサジン系
Pigment Violet23の例



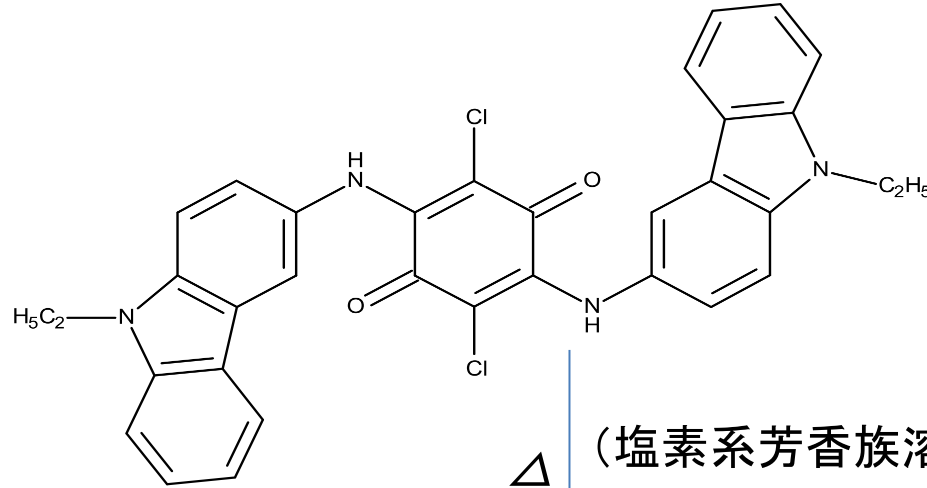
N－エチル－3－
アミノカルバゾール

＋

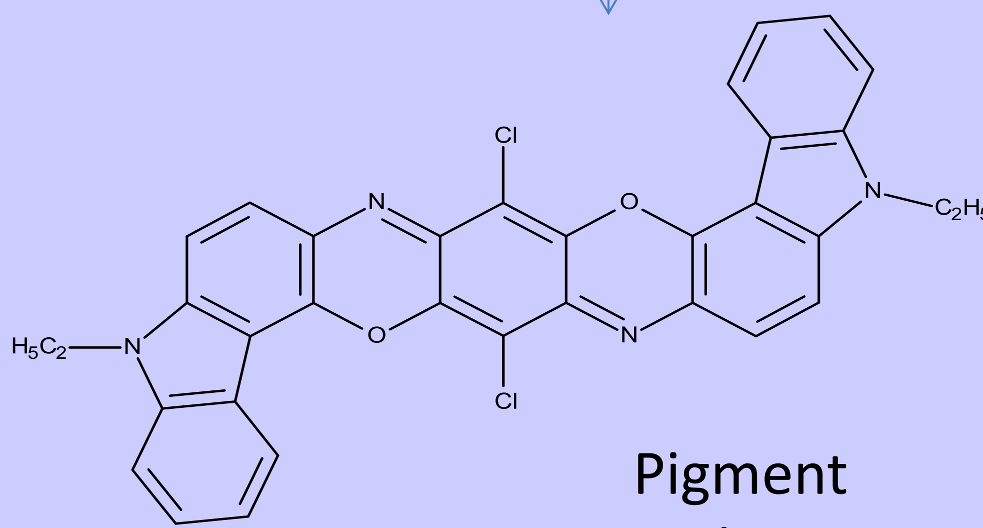


クロラニル

-2HCl



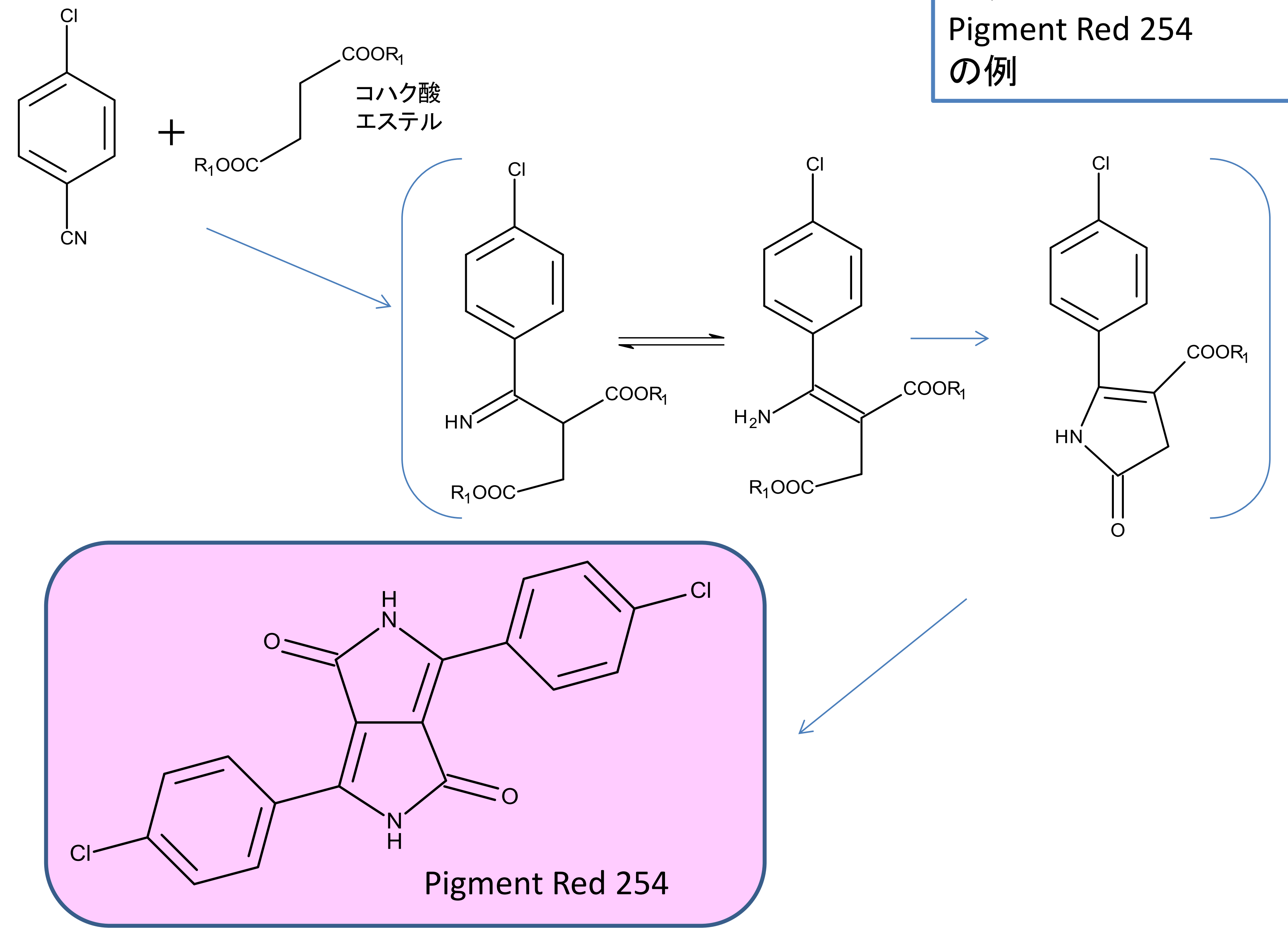
△ (塩素系芳香族溶媒)
-4H



Pigment
Violet23

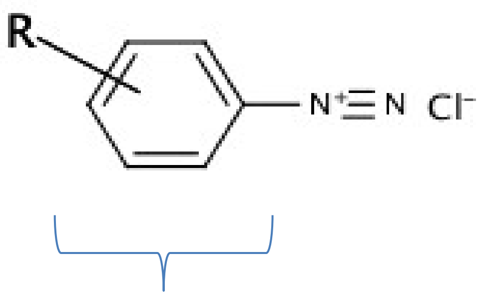
製造（化学反応例8）

ジケトピロロピロール
Pigment Red 254
の例



副生に係る参考情報(その1)

ジアゾニウム塩の反応



Ar

ジアゾニウム塩

$\xrightarrow{H_3PO_2}$ Ar−H

$\xrightarrow{CuCl}$ Ar−Cl

$\xrightarrow{HBF_4}$ Ar−F

$\xrightarrow{CuBr}$ Ar−Br

$\xrightarrow{KI}$ Ar−I

$\xrightarrow{CuCN}$ Ar−CN

$\xrightarrow{H_2O}$ Ar−OH

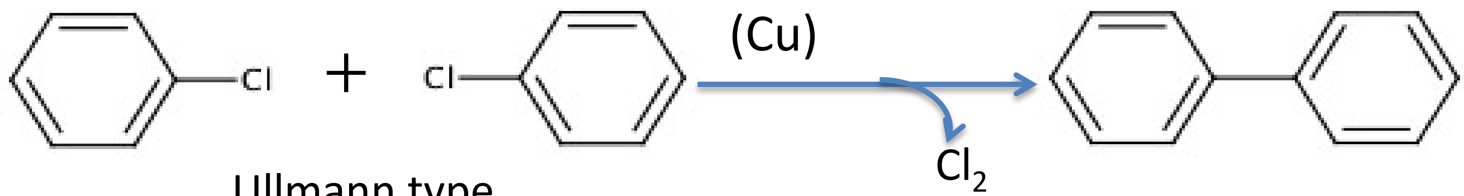
$\xrightarrow{\text{ゴンバーグ・バックマン反応}}$ Ar−Ar

$\xrightarrow{\text{ジアゾカップリング}}$ **目的の顔料**

副生に係る参考情報(その2)

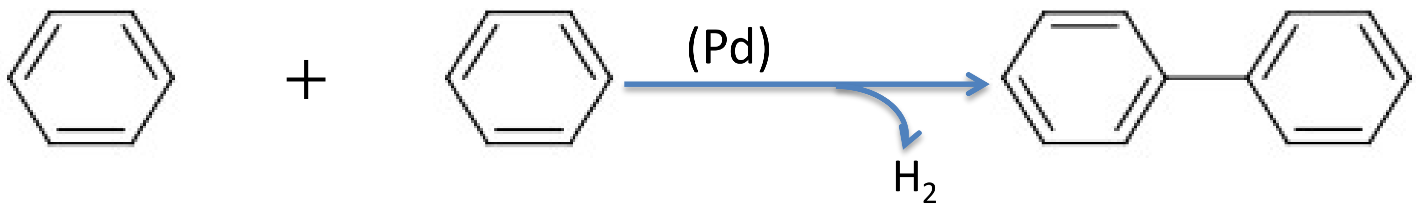
Biphenyl 生成

(Ⅰ)

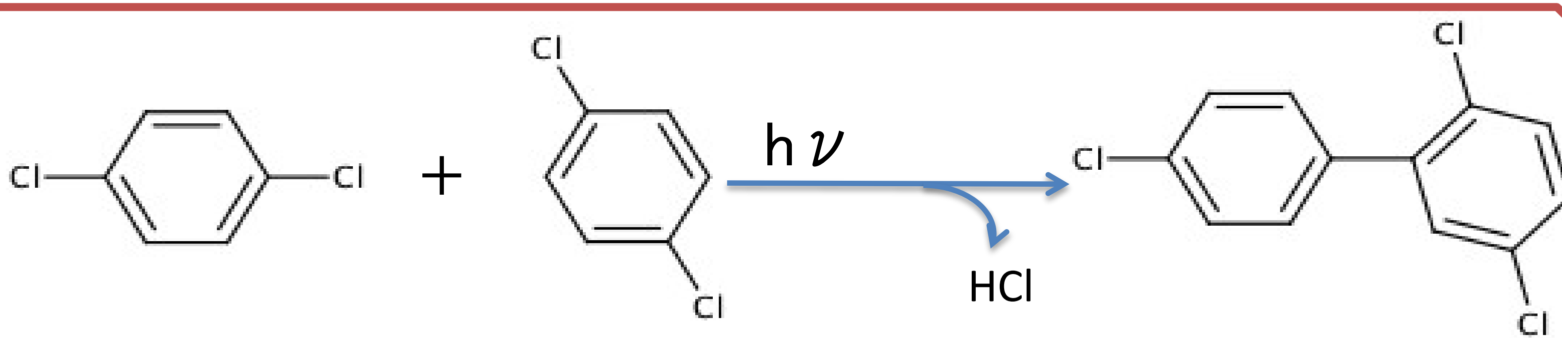


Ullmann type

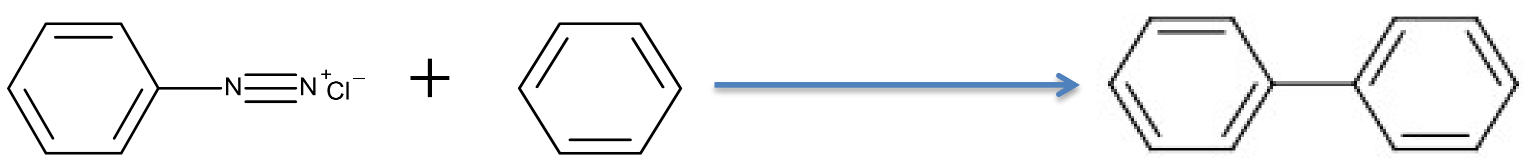
(Ⅱ)



(Ⅲ)



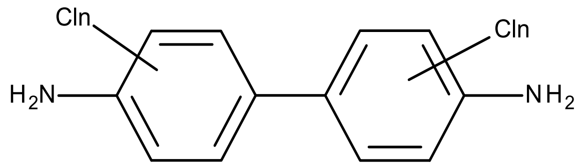
(Ⅳ)



ゴンバーグ・バックマン反応(Gomberg-Bachmann reaction)

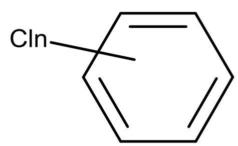
副生に係る参考情報(その3)

PCB副生の主なルート

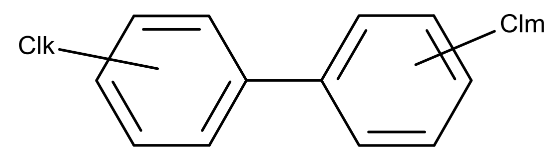


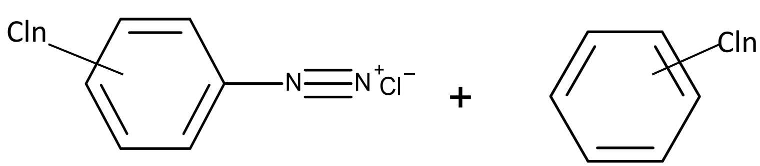
クロロベンジジンから

ジアゾニウム塩の
塩素置換、又は水素置換



クロロベンゼンから





ゴンバーグ・バックマン反応
(Gomberg-Bachmann reaction)

３．副生PCBの管理方法

以下について具体的に記載。

（１）PCB含有の状況

・PCB含有量の分析方法、分析頻度、分析結果

・分析したロット数（製造・輸入したロット数）等の関連情報

（２）管理方法

・自主管理上限値及びその設定根拠、超過した場合の対応

・社内規格値及びその設定根拠、超過した場合の対応※社内規格値を設定する場合に限る。

・自主管理上限値及び社内規格値を超えないための管理方法等

（１）PCB含有の状況

【分析方法】

・先ずは、BAT検討会報告書P18～22「第Ⅲ部分析方法」の記載内容、同報告書別紙9「有機顔料中に非意図的に副生するPCBの再分析の方法に関する検討について（中間とりまとめ）平成24年11月28日」記載内容、並びに同報告書別紙10「有機顔料中に副生するPCBの分析方法」の記載内容を充分に理解することが肝要です。

・適切な分析方法を確保する観点から、原則として上記の別紙10「有機顔料中に副生するPCBの分析方法」により分析を行うべきです。仮に異なる分析方法を採用する場合には、同等の精度で測定できることについての根拠を述べる必要があります。

・ 外部機関に分析を委託した場合は、分析を行った者についての情報も併せて記載すべきです。

・定量下限値についても忘れずに記載しましょう。

・複数の区分で同一の分析方法を採った場合は、「・・・・と同一」と記載します。

【分析頻度】

・ 分析の頻度についても、区分毎に「対象何ロット中何ロット分析」もしくは「期間（日、月、期）毎に何ロット分析」と記載します。

【分析結果】

・最大値、最小値、平均値、標準偏差について具体的な記載が求められます。

・オリジナルの「分析結果報告書」の添付は求められませんが、分析実施後少なくとも3年間は保管すべきです。3省からの求めに応じていつでも対応・提出できるように備えておくべきです。

・輸入の場合であって、事前サンプルによる分析結果を踏まえて輸入しなかった分については、分析したロット数としてカウントしないことになります。もっとも、参考情報として記載されても結構かと思われます。その場合は、輸入しなかった旨、日本国内に持ち込まなかった旨を明示してください。

【分析方法補足】
・次ページ以降に、参考となる分析フロー
「高塩素化PCB（塩素数4以上）用（和文、英文）」
「低塩素化PCB（塩素数3以下）用（和文、英文）」
を添付しますので、ご活用ください。

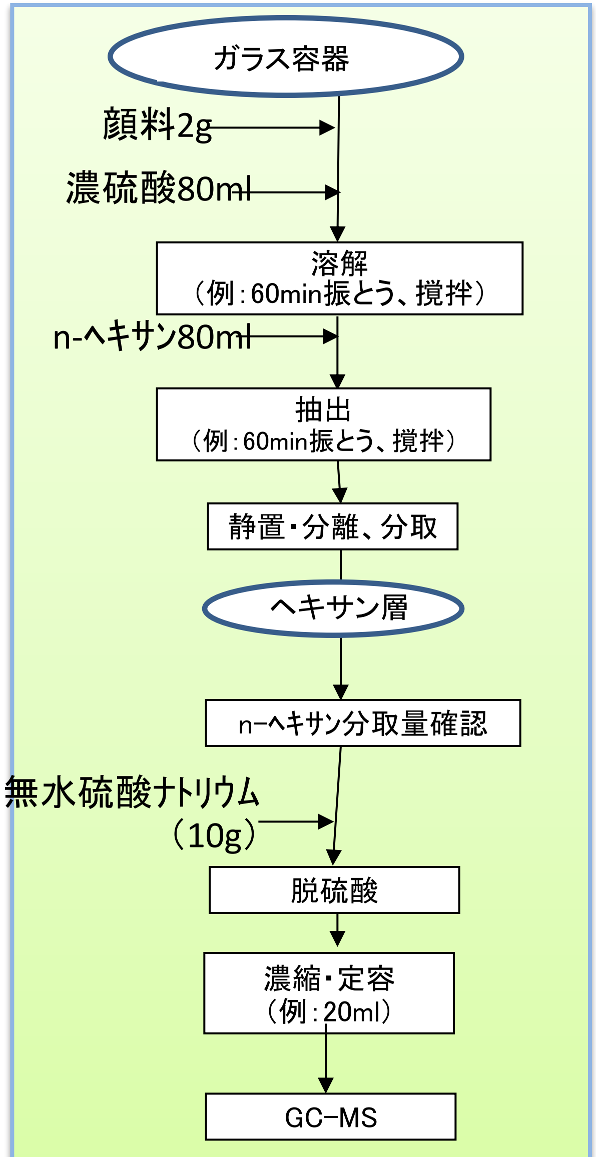
・分析の際には、以下の点にくれぐれもご注意ください
・・低塩素化PCBは、濃硫酸によって容易にスルホン化されるため、正確な分析のためには、試料にあらかじめヘキサン等の有機溶媒を加え、溶媒中に試料を分散させてから硫酸を加えるなどの方法※を採る必要があります。特に外部機関に分析を委託する場合は、その旨の情報を分析受託者に正確に伝え、採るべき手順を確実に実行させることが重要です。
・・また適切な抽出法を採用した場合であっても、海外においてはPCBの定義自体が日本国内と異なる場合がありますので厳重な注意が必要です。特に1置換体、2置換体を全くカウントしない国、あるいは0.02とか0.2等の係数をかけてしまう国がありますから、海外機関で測定する場合は、日本国内のルールについて正しく理解させる必要があります。そのためにも、添付の英文分析フローを有効にご活用ください。
・・言うまでもなく、有機顔料中に副生するPCB管理の責任は有機顔料の製造・輸入者本人にあります。製造・輸入者自らの責任において分析をとり行わなければなりません。

※
・「BAT検討会報告書」P18～22「第Ⅲ部分析方法」
・「BAT検討会報告書」別紙9「有機顔料中に非意図的に副生するPCBの再分析の方法に関する検討について（中間とりまとめ）平成24年11月28日」
・「BAT検討会報告書」別紙10「有機顔料中に副生するPCBの分析方法」
の記載内容参照
http://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/about/t59521501303.pdf

分析方法について

高塩素化PCB(塩素数4以上)用

化成協フロー1(和文)

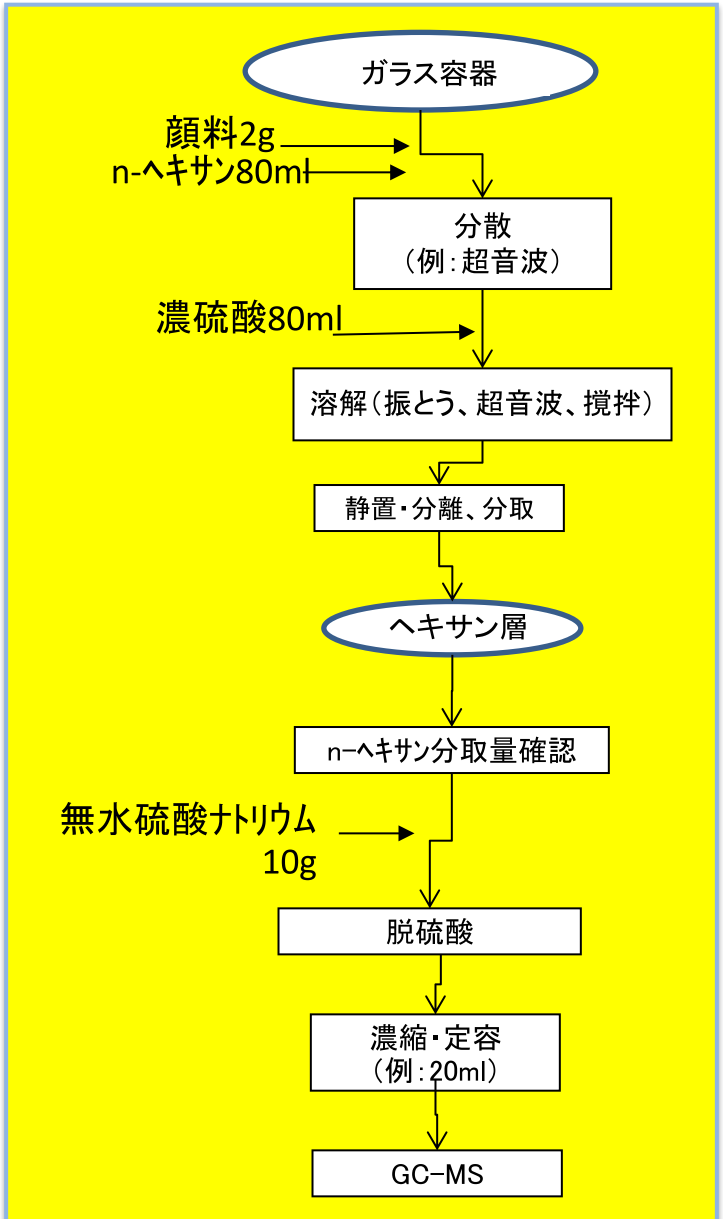


①顔料を(例:2g)精秤し、ガラス容器(例:共栓付三角フラスコ)に入れる
②濃硫酸(例:98%硫酸)を試料の40倍程度(例:80ml)加え、完全に溶解(例:適宜、振とう、撹拌、超音波等により、時間は60分以内を目安、目視で溶解を確認して更に5分程度振とう・撹拌、超音波等を加える。顔料製品によっては体質顔料等の不溶成分を含むものがあるため注意を要する)
③nーヘキサンを試料の40倍(例:80ml)加え、硫酸層を抽出する(例:適宜、振とう、撹拌、60分程度)
④静置して層の分離を確認し、n−ヘキサン層からn−ヘキサン溶液を分取する(例:40ml)
⑤分取したn−ヘキサン溶液の容量を確認し、無水硫酸ナトリウム(例:10g)を充填したカラムを通過させ脱硫酸する
⑥n-ヘキサンでカラムを洗浄し、洗浄液を加えたn-ヘキサン流出液を濃縮する(例:乾固させないように10ml程度まで濃縮した後、例えば20mlに定容して分析サンプルとする)
⑦濃縮したn−ヘキサン抽出液をGC−MSで測定(例:絶対検量線法にて定量)

分析方法について

低塩素化PCB（塩素数3以下）用

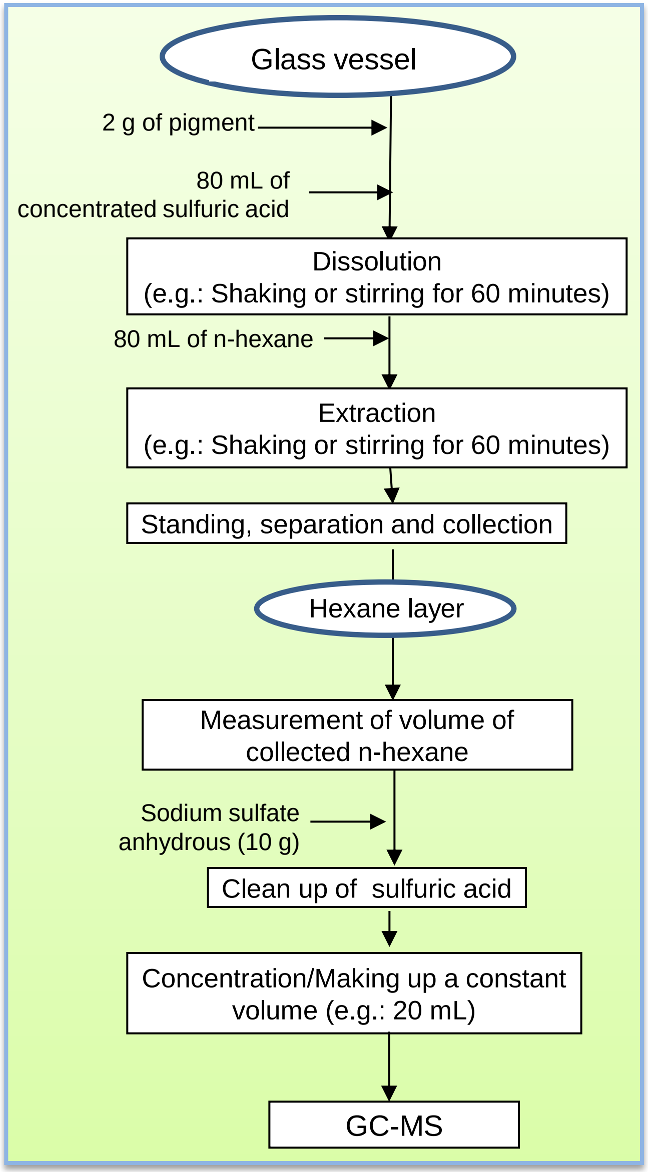
化成協フロー2（和文）



①顔料を（例：2g）精秤し、ガラス容器（例：共栓付三角フラスコ）に入れる
②n−ヘキサンを80ml加え分散（例：適宜、振とう、撹拌を加えながら15分程度超音波）
③濃硫酸（例：98%硫酸）を試料の40倍程度（例：80ml）加え、完全に溶解（例：適宜、振とう、撹拌、超音波等により、時間は60分以内を目安、目視で溶解を確認して更に5分程度振とう・撹拌、超音波等を加える。顔料製品によっては体質顔料等の不溶成分を含むものがあるため注意を要する）
④静置して層の分離を確認し、n−ヘキサン層からn−ヘキサン溶液を（例：40ml）採取する
⑤分取したn−ヘキサン溶液の容量を確認し、無水硫酸ナトリウム（例：10g）を充填したカラムを通過させ脱硫酸する
⑥n-ヘキサンでカラムを洗浄し、洗浄液を加えたn-ヘキサン流出液を濃縮する（例：乾固させないように10ml程度まで濃縮した後、例えば20mlに定容して分析サンプルとする。蒸発乾固させると分析値を低下させる要因となるので注意が必要）
⑦濃縮したn−ヘキサン抽出液をGC−MSで測定（例：絶対検量線法にて定量）

Method 1 Analysis flow

Highly chlorinated PCBs (Chlorine number: 4 or more)



(1) Weigh pigment (e.g., 2 g) and put it into a glass vessel (e.g., conical flask with glass stopper).

(2) Add about 40 volumes (e.g., 80 mL) of concentrated sulfuric acid (e.g., 98% sulfuric acid) to the pigment sample and dissolve it completely (e.g., shake, stir, or ultrasonicate it appropriately for up to about 60 minutes, check dissolution visually, and further shake, stir, or ultrasonicate it for about 5 minutes. Exercise caution, since some pigment products contain insoluble ingredients such as extenders.)

(3) Add 40 volumes (e.g., 80 mL) of n-hexane and extract sulfuric acid layer (e.g., shake or stir the solution appropriately for about 60 minutes).

(4) Allow to stand, check layers separate, and collect the n-hexane solution from the n-hexane layer (e.g., 40 mL).

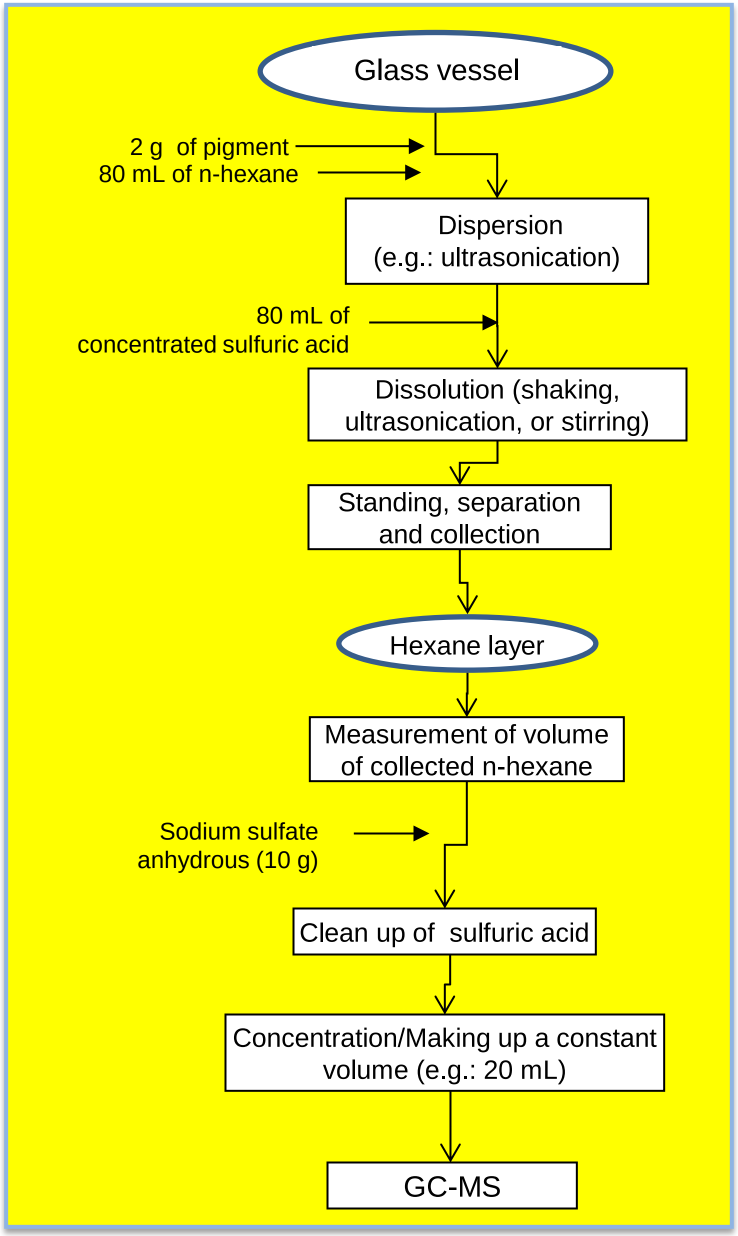
(5) Measure the volume of the collected n-hexane solution and pass the solution through a column packed with sodium sulfate anhydrous (e.g., 10 g) for clean up of sulfuric acid.

(6) Wash the column with n-hexane, and add the washing solution to the n-hexane eluate to concentrate (e.g., after concentrating to about 10 mL so as not to evaporate to dryness, make up a constant volume to 20 mL and use this solution as an analysis sample.)

(7) Perform measurement with the concentrated n-hexane extract solution by GC-MS (e.g., perform quantitative analysis by absolute calibration method).

Method 2 Analysis flow

Low-chlorinated PCBs (Chlorine number: 3 or less)



(1) Weigh pigment (e.g., 2 g) and put it into a glass vessel (e.g., conical flask with glass stopper).

(2) Add 80 mL of n-hexane to disperse (e.g., ultrasonicate the solution for about 15 minutes, while shaking or stirring appropriately.)

(3) Add about 40 volumes (e.g., 80 mL) of concentrated sulfuric acid (e.g., 98% sulfuric acid) to the pigment sample and dissolve it completely (e.g., shake, stir, or ultrasonicate it appropriately for up to about 60 minutes, check dissolution visually, and further shake, stir, or ultrasonicate it for about 5 minutes. Exercise caution, since some pigment products contain insoluble ingredients such as extenders.)

(4) Allow to stand, check layers separate, and collect the n-hexane solution (e.g., 40 mL) from the n-hexane layer.

(5) Measure the volume of the collected n-hexane solution and pass the solution through a column packed with sodium sulfate anhydrous (e.g., 10 g) for clean up of sulfuric acid .

(6) Wash the column with n-hexane, and add the washing solution to the n-hexane eluate to concentrate (e.g., after concentrating to about 10 mL so as not to evaporate to dryness, make up a constant volume to 20 mL and use this solution as an analysis sample. Caution is required, since analysis values will decrease, when the solution is evaporated to dryness.)

(7) Perform measurement with the concentrated n-hexane extract solution by GC-MS (e.g., perform quantitative analysis by absolute calibration method).

3. 副生PCBの管理方法(続き)

(2)管理方法

【自主管理上限値を超過した場合の対応】

・平成31年3月29日お知らせにもあるとおり、
https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/files/about/class1specified/190329bat_oshirase.pdf
PCB含有濃度が自主管理上限値を超過した場合は、原則として運用通知 3−4※に該当しないものとみなされます。また、「自主管理上限値を超えるPCB含有濃度が検出された際には、直ちに3省に報告してください。」とありますので、検出を確認した場合はそれに従って速やかに3省に報告してください。

・自主管理上限値超が検出されたロットについては製品とせず、PCB処理認定の廃棄物処理業者に産業廃棄物としての処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理しなければなりません。

・万が一自主管理上限値超のものを出荷してしまった場合は、3省に対して直ちにその事実、及び数量、用途、出荷先、並びに今後の処置を決める際での有効な情報を報告し、対応についての指示を伺うこととなります。同時に顧客等に報告し、その使用を中止してもらう等の処置が必要です。

【自主管理上限値及びその設定根拠】

・ここでは自主管理上限値の設定根拠も求められています。

・設定根拠については、皆様たいへん悩まれるところと思量いたします。

・後程、管理法策定の参考に資する事例を紹介させていただきますので、自主管理上限値を設定する際に適宜ご参酌ください。

・自主管理上限値は、各社区分毎に任意で設定可能ですが、50ppm以下の数値としなければなりません。

※運用通知3-4等については次ページをご参照ください。

参考

【運用通知】
「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律の運用について」

https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/files/about/laws/laws_h30120351_0.pdf

３－４ 不純物として含まれる第一種特定化学物質に該当する化学物質の取扱い
第一種特定化学物質に該当する化学物質が他の化学物質に副生成物として微量含まれる場合であって、当該副生成物による環境の汚染を通じた人の健康を損なうおそれ又は動植物の生息若しくは生育に支障を及ぼすおそれがなく、その含有割合が工業技術的・経済的に可能なレベルまで低減していると認められるときは、当該副生成物は第一種特定化学物質としては取り扱わないものとする。

【Q&A】「運用通知３－３の考え方について」は次のサイトをご参照ください。
https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/qa/cscl_4_coproduct.html

一特物質に関するQ&Aは工事中で未更新なので3-3のままになっています
最新版のQ&Aは次のサイトで公開予定です。（一部公開済み）

https://www.meti.go.jp/policy/chemical_management/kasinhou/qa/question.html

【社内規格値及びその設定根拠、超過した場合の対応　※社内規格値を設定する場合に限る】
・社内規格値は、必ずしも設定しなくてはならない数値ではありません。
・社内規格値とは、製品を厳格に自主管理上限値以下でコントロールするために設定する管理の基準となる数値であり、設定する場合は製品区分毎に自主管理上限値より低い数値を設定します。
・社内規格値が10ppm以下である場合、次年度以降の年次報告が免除されますが、管理については厳格に行い、また別途報告を求められる場合もありますから、その記録についてはいつでも提出できるよう備えておかなければなりません。
・また、社内規格値を超過した場合、出荷自体が制限されることはありませんが、社内規格値超過が生じたことの事実と原因の究明・解析結果（当該工程の管理状況の精査、控えサンプルの分析結果等）、及び講じた対策（分析頻度の見直し、工程管理の改善等）とその結果については、「年次の報告」の際での報告が求められます。
・社内規格値は、各社任意で設定可能ですが、当欄ではその設定根拠について述べることが求められます。
・社内規格値の設定と設定根拠についても、各社たいへん悩まれるところと思量いたします。
・後程、管理法策定の参考に資する事例を紹介させていただきますので、社内規格値を設定する際には適宜ご参酌ください。

【自主管理上限値及び社内規格値を超えないための管理方法等】
・ 絶対に自主管理上限値を超えない管理法が求められます。
・必ずしも全ロット分析が求められるわけではありませんが、「自主管理上限値超の製品を流通させない」ことについては充分な信頼度が要求されます。
・自主管理上限値、社内規格値、管理方法につきましては各社それぞれの管理方針に基づいて定められるべきことでありますが、次ページ以降、参考に資する事例を紹介させていただきますので、自主管理上限値、社内規格値、並びに管理法を策定する際には適宜ご参酌ください。

（1）C国から製品を輸入している次のようなケース

【背景】
・有機顔料製品Xを年1～2回の頻度でC国から輸入している。
・当社は、製造についてコントロールできる立場ではなく、製造法に係る詳細も開示されていない。
・過去4ロット分の分析測定結果は次のとおりである。

Lot	CHY1215	CHY1356	CHY1428	CHY1587
分析値	37.8	41.8	27.6	23.7

【管理例】
①自主管理上限値：50ppm
・過去4ロット分の分析数値が23.7～41.8ppmと高めに推移しており、バラツキも大きいので、自主管理上限値は流通が許容される最大限の数値50ppmとする。
②管理法：
・当社は製造を管理できる立場になく、低減方策も実施できないので全ロット分析で対応する。
・製造者には、輸入に先行して「化成協フロー」の方法による分析を実施してもらい、50ppm以下が確認された製品のみを輸入することとする。

（2）自社で製品を製造している次のようなケース

【背景】
・特殊用途であるため製造量も少なく、製造頻度も年1回程度である。
・PCB濃度は2桁台であり、数値のばらつきも小さいとは言えない。
・副生のメカニズムは、最終工程でのジアゾニウム塩の副反応と考えられるが、製造条件との相関、因果関係は明確ではない。
・PCB副生量を抑えたいが、独特の色調を有する特殊品であり、製造条件を変えることによる品質に与える影響、リスクを考えると簡単には踏み切れない。
・分析結果は次のとおりである。

Lot	BS237	BS238	BS239	BS240	BS241	BS242	BS243	BS244
分析値	16.1	36.7	22.0	20.8	33.3	32.8	41.4	24.5

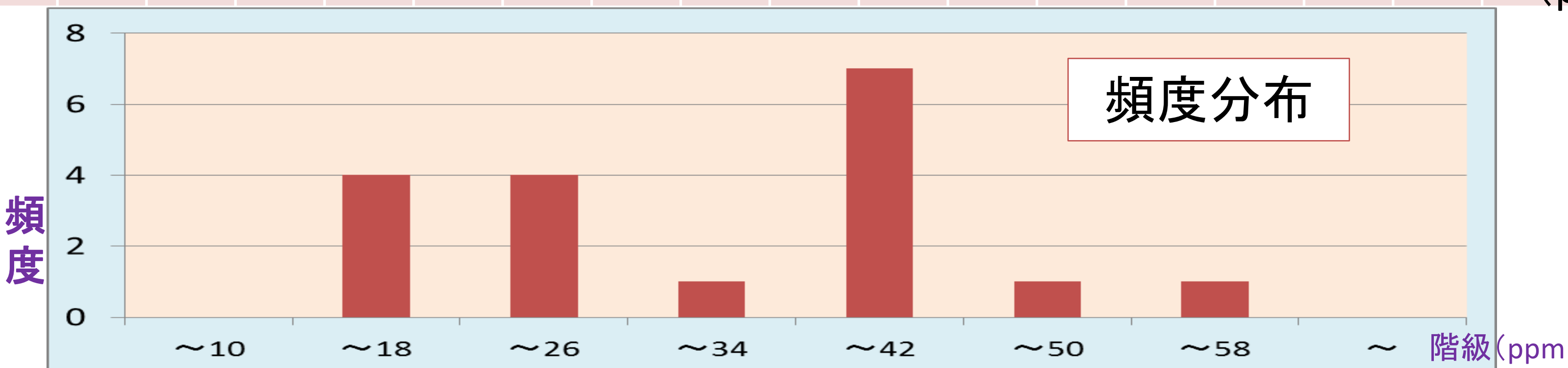
【管理例】
①自主管理上限値：50ppm
・過去8ロット分の最大値が41.4ppmであり、バラツキも大きいので、自主管理上限値は流通が許容される最大限の数値の50ppmとする。
②管理法：
・現時点、製造条件とPCB副生の相関、因果関係は明確でない。
・製造条件の変更検討は、品質に与える影響を考えると安易に実行できない。
・全ロット分析にて対応する。
・自主管理上限値を超える検出を確認した場合は、直ちに3省に報告する。
・≦50ppmをみたしたロットのみ製品とし、万が一50ppm超となったロットはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

（3）色調を一定に保つために製造条件を微妙にコントロールしなければならないケース

【背景】
・品質管理における色調調整が微妙であり、一定に保つために、製造の際の温度条件、時間、その他熟成条件等、職人的な技術が要求される製品である。
・18ロットの分析測定結果は次のとおりであった。

Lot	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰	⑱
製品	49	38	42	37	29	22	16	39	20	17	14	36	39	16	53	37	23	20

（ppm）



【管理例】
①自主管理上限値：50ppm
・色調調整のため製造条件をロット毎に微妙に変化させなければならない製品である。そのため分析数値も少なからず変動する。自主管理上限値は出荷が許容される最大限の数値の50ppmとする。
②管理法：
・全ロット分析にて対応する。
・自主管理上限値を超える検出を確認した場合は、直ちに3省に報告する。
・50ppm以下のもののみ採用する。50ppmを超えたロットはPCB処理認定業者に委託し、特別管理産業廃棄物として廃棄物処理を行う。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

これより以降、

平均値：$\bar{X}$

標準偏差：s

が登場しますが、特にことわりが無い限り、
$\bar{X}$は標本平均、sは不偏分散の平方根を表します。

標本平均

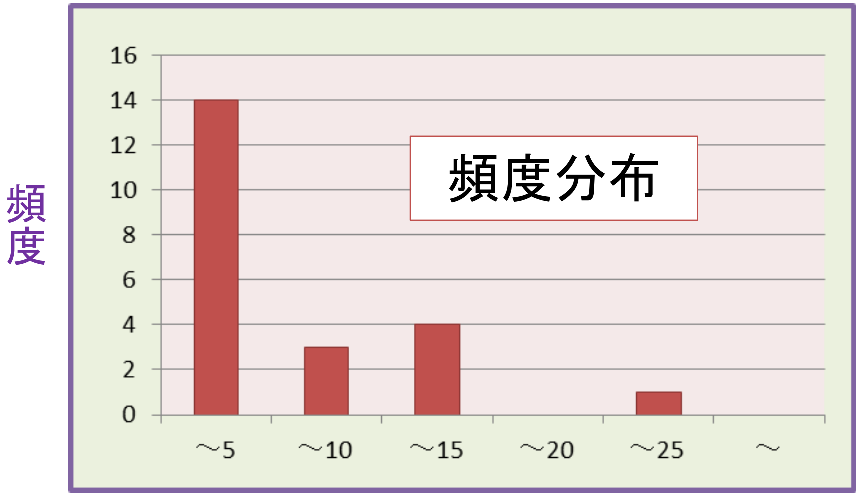
$$\bar{X} = (x_1 + x_2 + \cdots x_n)/n$$

不偏分散

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{X})^2}{n-1}$$

(4)品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理している。
・分析数値については、次に示すように最頻値5ppm以下であるが、20ppm超の数値も観察されており、当該数値のバラツキの原因については、現時点解析が充分とは言えない状況。



min	Max	n	$\bar{X}$	s
1.1	25	22	4.6	6.1

$\bar{X}+6s=41.2$
$\bar{X}+5s=35.1$
$\bar{X}+4s=29$
$\bar{X}+3s=22.9$
$\bar{X}+2s=16.8$
$\bar{X}+s=10.7$

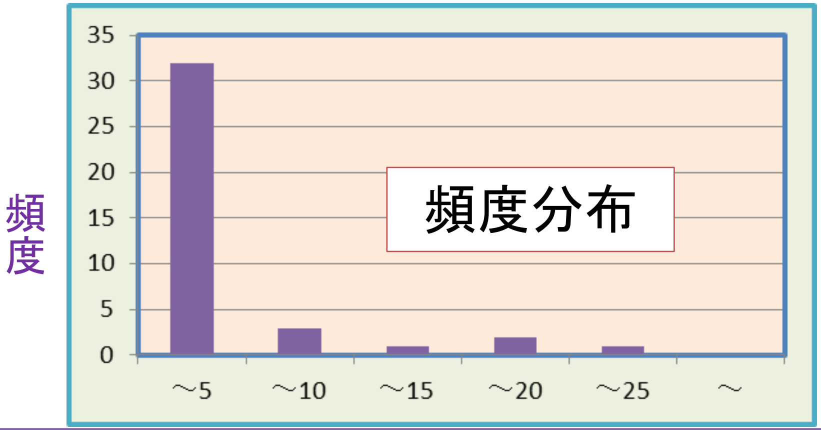
【管理例】
①自主管理上限値:50ppm
・22ロット分析の結果、最頻値は5ppm以下であるが変動が大きく、20ppm超も観察されている。変動の原因については現時点解析不充分であるので、自主管理上限値のみ設定し数値は許容される最大数値の50ppmとする。
②管理方法:
・全ロット分析を実施する。
・PCB副生に影響のある要因解析に努め、工程の管理の見直し改善を常に実施する。
・管理法と数値のバラツキの改善がなされたところで、社内規格値設定と標本分析への移行を検討する。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

(5)品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理している。
・分析数値については、下に示すように5ppm以下が最頻値であるが、バラツキが見られ、20ppm超の数値が観察されたこともある。
・現状、バラツキの要因についての解析が完全とは言えない。

min	Max	n	$\bar{X}$	s
0.9	21	39	3.5	5

$\bar{X}+6s=33.5$
$\bar{X}+5s=28.5$
$\bar{X}+4s=23.5$
$\bar{X}+3s=18.5$
$\bar{X}+2s=13.5$
$\bar{X}+s=8.5$



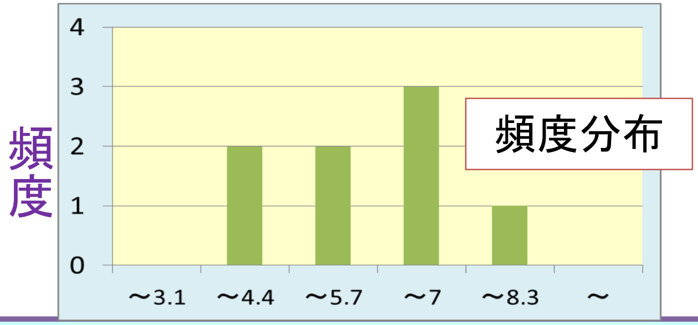
【管理例】
①自主管理上限値:50ppm、②社内規格値:25ppm
・39ロット分析の結果、最頻値は5ppm以下であるが変動が大きく20ppm超も観察されている。変動の要因については不明な点もあるので、自主管理上限値は許容される最大限数値50ppmとする。社内規格値については25ppm(＞$\bar{X}$ ＋3sの切れの良い数値)とする。
③管理方法:
・原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・分析は標本分析を採用し、分析の頻度は10ロットに1回とする。
・但し、製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・また、社内規格値超が観察された場合は、当該工程の管理状況について精査し、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明、対策を施し、その結果については年次の報告にて当局に報告する。
・工程の管理の見直し改善については常時行う。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

（6）品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理している。
・8ロットの分析結果では以下の表に示すとおりで、概ね ＜10ppm 。計算上のバラツキ度合いも小さく、$\bar{X}$＋3s＜10ppmも満たしている。
・但し、工程の管理法については幾つかの課題が残っており、分析数値の頻度分布、バラツキ度合いの見極めも必要。

①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	min	Max	$\bar{X}$	s
5.3	4.3	5.8	6.9	6.8	7.3	3.4	5.4	3.4	9.7	5.7	1.3

（ppm）

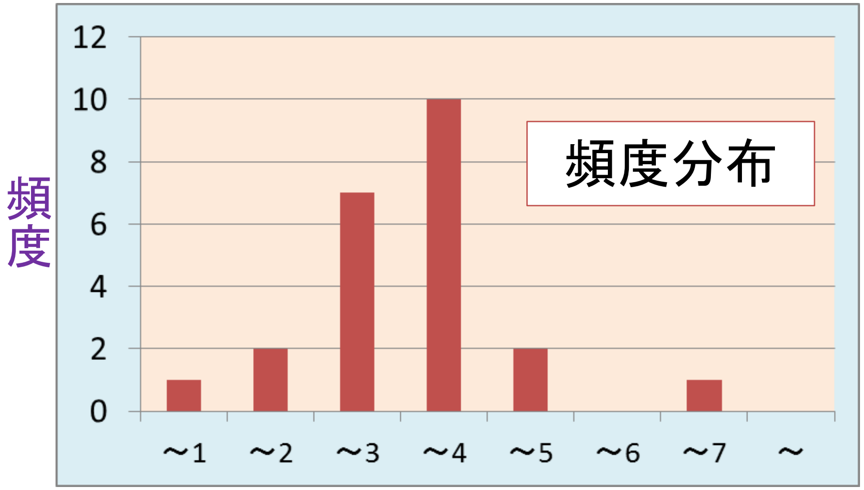


$\bar{X}$＋6s＝13.7
$\bar{X}$＋5s＝12.4
$\bar{X}$＋4s＝11.0
$\bar{X}$＋3s＝9.7
$\bar{X}$＋2s＝8.3
$\bar{X}$＋s＝7.0

【管理例】
①自主管理上限：50ppm 、②社内規格値：25ppm
・自主管理上限値は、国際整合性、輸入品とのコスト競争力を勘案し、出荷が許容される最大限の数値、50ppmとする。
・社内規格値については $\bar{X}$＋3s＜10ppmを充たしているものの、数値のバラツキ度合いが現状不明な点もあるため25ppmとする。
③管理法：
・原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・分析は標本分析を採用し、頻度は8ロットに1回とする。但し、工程管理と分析値の安定度を考慮し増減を検討、その結果については年次の報告にて報告する。
・分析データが揃い、$\bar{X}$＋3s＜10ppmが安定的に確認されたところで、社内規格値10ppmの設定を検討する。
・製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・社内規格値超が観察された場合は、工程の管理状況の見直しを図り、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明及び対策を施し、その結果については年次の報告にて報告する。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

（7）品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理している。
・22ロットの分析結果で最大値7.0ppmが観察されたが、全体的には5ppm以下に分布 しており、大きく振れたとしても50ppmを超える確率は極めて低いと考えられる。



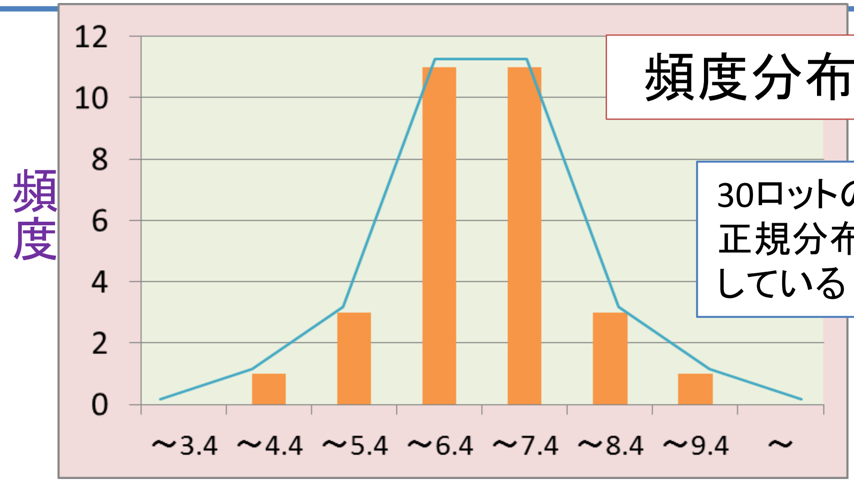
min	Max	n	$\bar{X}$	s
1.0	7.0	22	3.1	1.3

$\bar{X}+6s=10.9$
$\bar{X}+5s=9.6$
$\bar{X}+4s=8.3$
$\bar{X}+3s=7.0$
$\bar{X}+2s=5.7$
$\bar{X}+s=4.4$

【管理例】
①自主管理上限：50ppm　、②社内規格値：10ppm
・自主管理上限値は、国際整合性、輸入品とのコスト競争力を勘案し、出荷が許容される最大限の数値、50ppmとする。
・社内規格値については、平均＋3Sの値とバラツキを考慮して10ppmとする。
③管理法：
・原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・分析は標本分析を採用し、頻度は20ロットに1回とする。
・但し、製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・また、社内規格値超が観察された場合は、工程の管理状況の見直しを図り、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明、対策を施し、その結果については年次の報告にて報告する。
・工程の管理の見直し改善については常時行う。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロッについてはトPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

（8）品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理している。
・30ロットの分析数値の頻度分布を見たところ、逸脱した数値も観察されず、全体的には正規分布曲線に近似している。



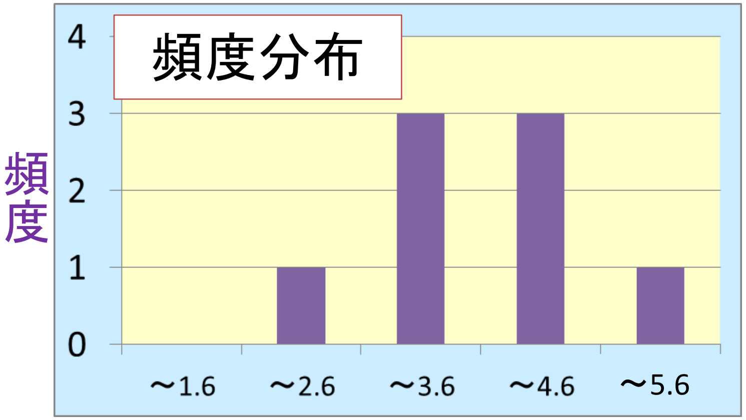
min	Max	n	$\bar{X}$	s
4.0	9.0	30	6.4	1.0

$\bar{X}+6s=12.4$
$\bar{X}+5s=11.4$
$\bar{X}+4s=10.4$
$\bar{X}+3s=9.4$
$\bar{X}+2s=8.4$
$\bar{X}+s=7.4$

【管理例】
①自主管理上限：50ppm、②社内規格値：10ppm
・自主管理上限値は、国際整合性、輸入品とのコスト競争力を勘案し、出荷が許容される最大限の数値、50ppmとする。
・社内規格値は、$\bar{X}$ ＋3Sの値を採用し10ppmとする。
③管理法：
・原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・分析は標本分析を採用し、頻度は年1回とする。
・但し、製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・また、社内規格値超が観察された場合は、工程の管理状況の見直しを図り、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明、対策を施し、その結果については年次の報告にて報告する。
・工程の管理の見直し改善については常時行う。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

（9）品質を一定に保つため、製造条件を一定に管理している次のケース

【背景】
・原料の購入先、銘柄から製造法まで、常に一定になるよう管理できている。
・8ロットの分析数値の頻度分布を見たところ、全て5ppm未満でありs＝1.0とバラツキも小さい。



min	Max	n	$\bar{X}$	s
1.7	4.7	8	3.6	1.0

$\bar{X}$＋6s＝9.6
$\bar{X}$＋5s＝8.6
$\bar{X}$＋4s＝7.6
$\bar{X}$＋3s＝6.6
$\bar{X}$＋2s＝5.6
$\bar{X}$＋s＝4.6

【管理例】
①自主管理上限：50ppm、②社内規格値：10ppm
・自主管理上限値は、国際整合性、輸入品とのコスト競争力を勘案し、出荷が許容される最大限の数値、50ppmとする。
・社内規格値については、現状$\bar{X}$＋3s＝6.6ppmの値であるが、今後のバラツキ発生も否定できないので10ppmとする。
③管理法：
・原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・分析は標本分析を採用し、頻度は当面8ロット毎とする。但し、今後の分析値の推移を考慮し適宜頻度の見直しを行う。
・製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・但し、製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの万が一の逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認することとする。
・また、社内規格値超が観察された場合は、工程の管理状況の見直しを図り、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明、対策を施し、その結果については年次の報告にて報告する。
・工程の管理の見直し改善については常時行う。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等について報告し、対応について指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

参考

“全ロット分析か、それとも標本分析で行けるか？”

・標本分析を採用できるかどうかの判断は非常に難しいと思えます。
・最終的には各社の品質管理方針、品質保証の方針に基づいて決められるべきものですが、先ずは、製造の条件、すなわち原料の調達段階から製造工程の細かな条件まで常に管理されていると言えるかどうかが重要な要件になると思われます。
・それが明確に言えるとした場合において、更にその数値的な判断の目安として、少なくとも次の二つの条件

(i) $\bar{X}$＋6s＜自主管理上限値

(ii) $\bar{X}$＋3s＜社内規格値≦25ppm

を充たすことが挙げられるのではないかと思われます。関係各社、標本分析の採用の可否を検討される際にはご勘案ください。
・もっとも、前に挙げた事例（4）、（5）、（6）、（7）、（9）においてはバラツキを考慮してか、更に幅を持たせて設定しております。
・分析数値のバラツキの度合いとその頻度をどのように見積もるかが判断の鍵と言えます。

参考

“全ロット分析か、それとも標本分析で行けるか？”（続き）

・仮に標本分析を検討するにしても、何ロットおきなら良いのか、100ロット毎、10ロット毎、何カ月毎、1年に何回・・・・それで良いとする根拠はありません。
・しかしながら、30ppm近辺の数値が並ぶ製品を全ロット分析を行うとした場合、10ppm辺りの製品は、全ロットより少ない頻度で、数ppmの製品なら更に少ない頻度でも良いのではないかという考え方は許容されるように思えます。
・次の頁より、管理区分間の相対比較を基に分析の頻度をルール化した事例を示しますので、よろしかったら参考にしてください。
・これまで示した事例と併用されると良いと思われます。

・要は、PCB濃度の高いものから低いものにグルーピングをして、それらの相対比較から標本分析の頻度等のルール化をするやり方です。

Ⅰ. このグループ（区分）は高い数値だから全ロット
Ⅱ. このグループ（区分）は一桁二桁の境だから（例えば）10ロット又は1回/4半期おき
Ⅲ. このグループ（区分）は基本一桁の値だから（例えば）20ロット又は1回/年おき

のように。

参考

“前ページを図で表現しますとこのようなイメージとなります。”

管理区分毎にPCB含有量の度数分布の傾向がはっきり表れる場合、その区分間の相対比較を基に分析の頻度をルール化するやり方

全ロット　Ⅰ

∨

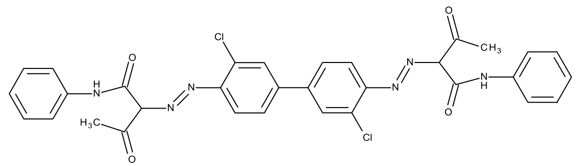
1回/4半期　10ロット毎　Ⅱ

∨

1回/年　20ロット毎　Ⅲ

（10）例えばジスアゾ顔料PY12で、製品間のPCB濃度分布に明確な差があるケース

【背景】
・PY12で3種類の製品があり、製造の際のカップリング反応で使用するそれぞれのバッファーが異なる。
・下表に示すように、使用するバッファーの違いでPCB濃度分布も明確に異なる



PY12

区分	製造（例：coupling）条件	分析値　ppm								min	Max	$\bar{X}$	自主管理上限値	社内規格値
Ⅰ	P法	28.9	33.3	24.6	34.7	30.4	32.9	33.1	27.5	24.6	34.7	32	50	―
Ⅱ	Q法	14.9	17.2	12.2	18.3	13.5	9.7	15	11.8	9.7	18.3	13	50	25
Ⅲ	R法	8.3	7.7	4.8	9.8	7.1	7.1	11.3	8.9	4.8	11.3	8.1	50	25

【管理例】
・分析頻度
　⇒区分Ⅰ：全ロット分析、区分Ⅱ：標本分析（10ロット毎）、区分Ⅲ：標本分析（20ロット毎）
・各区分とも、原料の購入先、銘柄、製造法を常に一定に管理する。
・区分Ⅱ、Ⅲの製造工程において、反応温度、時間等、通常の管理幅からの逸脱があった場合は、そのロットについて必ず分析を行い数値を確認する。
・工程の管理の見直し改善については常時行う。
・社内規格値超が観察された場合は、工程の管理状況の見直しを図り、当面の分析頻度を毎ロットとし、また、控えサンプルの分析を遡って行う等、原因の究明、対策を施し、その結果については年次の報告にて当局に報告する。
・万が一50ppmを超えるロットがあった場合は、直ちに3省に報告する。また、当該ロットについてはPCB処理認定業者に処理を委託し、特別管理産業廃棄物として処理する。
・万が一50ppm超の製品を出荷してしまった場合は、当局に対して直ちにその事実及び数量、用途、出荷先等を報告し、対応についての指示を伺う。また、当局と同時に顧客に報告し、直ちに使用を中止してもらう。

４. 副生PCBの今後の更なる低減方策

・本欄では、「副生PCBの今後の更なる低減方策」の記載が求められます。関係各社は将来に亘ってのPCB副生量の更なる低減方策について立案し仕組を構築しなければならないわけです。
・PCB副生に影響する原因がしっかり把握されている場合は、その原因を取り除く等の対策を具体的に記載することになるでしょう。また、今後副生の要因解析を行なっていく等の方針が明確である場合についても、現状描いているところの計画について述べれば良いわけです。
・もっとも、それら要因がしっかり把握されているケース、あるいは要因解析の計画が具体的に描かれているケースは、現段階において極めて稀であるようにも思えます。多くの事業者は、PCB副生に影響を与える要因は多岐に亘っていて、これらを把握することはかなり難題であると感じておられるのではないでしょうか。
・要因解析を実験室的、小スケールで試みたとしてもほとんど意味をなさず、あるいは、実際の製造現場において意図的にその製造条件を微妙に変動させる等の方法を採るにしても、やり方を一歩誤ると、製品そのものの品質を損ねてしまいかねない、また、PCBの副生量を増大させてしまうというリスクも無視できません。これではとても低減方策の立案・実行はできないということになります。
・その様な状況下で、今後どのようにPCBの低減を図っていくべきか？
・結局のところは、現状標準化されている工程管理法を忠実に再現、あるいは維持管理していくということが基本になるのではないかと考えられます。但し、日々の工程管理については常に綿密・詳細に記録することが肝要です。もし、標準化された管理幅からの逸脱があった場合は、それが如何に些細なものであったとしても、この事実を「通常とは違った事象」としてとらえ、そのロットについては必ず分析を行い数値を確認する等、PCB副生に影響を与える要因の解析を継続的に行っていく。
・このようなきめ細かなチェックを地道に行っていくことが、将来に亘っての更なる低減の実現に繋がっていくのではないかと考えられます。
・本欄においては、各社のおかれている現状を客観的に認識した上で、各社が日常の生産活動、製造管理の中で継続的に行うことができる方策を立案し述べるべきです。

＜最後に＞

・ここまで、事前の報告書式の順序に従い、管理方法作成と事前の報告実施のための留意事項について述べさせていただきました。また、参考となる情報、事例等についても紹介させていただきました。

・事前の報告書面の提出先は経済産業省製造産業局化学物質管理課化学物質安全室、期限は平成28年12月までとなっております。皆様の現在の状況をお察しするに、管理方法を如何に作成し実行していくか、事前の報告を如何にして行うべきか等悩まれておられるところでしょうか。あるいは、これまでに得られた分析データの整理等に余念がないといったところかもしれませんし、また、追加のデータ取りの作業もまだ残っている状況かもしれません。そうなると、分析依頼の集中による分析機関の混雑も充分に見積もらなければなりませんし、更なる管理法の見直し、報告書面の作成、社内手続と決裁等々、諸々発生する作業内容を勘案しますと、期日までけっして余裕のある状態とは言えないはずです。関係各社には一日も早く事前の報告の準備を開始されることをここに慫慂させていただきます。本資料が、管理方法の作成と事前の報告の実務を担当される皆様にとって少しでも役立ち、効率化、作業負担軽減に繋がりますことを願って止みません。

・本資料は皆様に自由に使っていただいて結構です。また、いかようにも加工いただいても結構ですが、冒頭申し上げたとおり、使用・利用にあたっては、本資料の中身につき充分にご吟味されまして、また使用・利用の適用可否と範囲につきましても、自らの責任において決定されますようお願い申し上げます。

・また、こちらも冒頭にて申し上げたとおり、本資料の内容は予告なく変更することがあります。もっとも、その変更については少しでも皆様のお役に立てる方向への改善を心がけたいと思っております。本資料についてのお問合せ、ご意見は協会窓口（化成品工業協会 土屋　tsuchiya@kaseikyo.jp）までご照会ください。管理の技術・方法に係る事項、管理の信頼度、効率の改善、省力、経済性向上に繋がるアイデア、歓迎いたします。改善には皆様のご協力が必要です。

・「年次の報告」の参考資料につきましては http://kaseikyo.jp/?p=29891 をご参照ください。

以上