

低濃度PCB含有廃棄物に関する測定方法
(第2版)

平成26年9月

環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課

目次

| | |
|--|----|
| はじめに | 1 |
| 第1章 低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法における分析精度管理 | 4 |
| 第2章 試料溶液作製までの分析手順書 | 9 |
| 1. 紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類（合成樹脂くず、合成ゴムくず等）（含有量試験） | 9 |
| 2. 廃活性炭（含有量試験） | 13 |
| 3. 汚泥（含有量試験） | 17 |
| 4. 廃プラスチック類（表面拭き取り試験） | 21 |
| 5. 金属くず（表面拭き取り試験） | 24 |
| 6. 金属くず（表面抽出試験） | 27 |
| 7. コンクリートくず（表面抽出試験） | 31 |
| 8. 塗膜くず（含有量試験） | 35 |
| 第3章 絶縁油中の微量 PCB の簡易測定法マニュアル（第3版）に記載の分析方法を適用するための手順書 | 39 |
| 1. 「2.1.1 高濃度硫酸処理/シリカゲルカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法」への接続手順 | 40 |
| 2. 「2.1.2 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ電子捕獲型検出器（GC/ECD）法」への接続手順 | 46 |
| 3. 「2.1.3 硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法」への接続手順 | 52 |
| 4. 「2.1.4 ゲルパーミエーションクロマトグラフ/多層シリカゲルカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法」への接続手順 | 58 |
| 5. 「2.2.1 溶媒希釈/ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析（GC/HRMS）法」への接続手順 | 63 |
| 6. 「2.3.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ/トリプルステージ型ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS/MS）法」への接続手順 | 68 |
| 7. 「2.4.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ | |

| | | |
|----|--|----|
| | 「四重極型質量分析計（GC/QMS）法」への接続手順 | 73 |
| 8. | 「2.5.1 スルホキシドカートリッジ/負イオン化学イオン化質量分析計（GC/NICI-MS）法」への接続手順..... | 78 |
| 9. | 「2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イムノセンサ一法」への接続手順..... | 85 |

はじめに

ポリ塩化ビフェニル（PCB）を含む廃棄物のうち微量 PCB 汚染廃電気機器等は、平成 21 年 11 月に廃棄物処理法に定める無害化処理認定制度の対象廃棄物に追加され、平成 22 年 6 月から同制度の下で焼却による処理が行われるようになった。また、平成 24 年 8 月には、PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下の PCB 汚染物等も同制度の処理対象廃棄物に加えられ、微量 PCB 汚染廃電気機器等とともに「低濃度 PCB 廃棄物」と総称されて、無害化処理認定施設で焼却処理できるようになった。これを受け、低濃度 PCB 廃棄物を適正に取り扱い、確実に焼却処理するための指針として「低濃度 PCB 廃棄物の処理に関するガイドライン—焼却処理編—」が作成され、平成 25 年 2 月に公表された。

無害化処理認定施設において処理可能な低濃度 PCB 廃棄物のうち、PCB 廃棄物の処理施設から排出される防護具類やウエスなどの二次汚染物等（微量 PCB 汚染廃電気機器等以外の低濃度 PCB 廃棄物。以下「低濃度 PCB 含有廃棄物」という。）を無害化処理認定施設で処理するためには、PCB 濃度に上限（5,000 mg/kg）が設けられたことから、あらかじめこれら廃棄物の PCB 含有量を測定し、上限濃度以下であることを明らかにしておく必要がある。

廃棄物中の PCB 含有量の測定方法としては、例えば「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）に示された方法（以下「告示 192 号」という。）や絶縁油中の PCB 濃度を簡易に測定する方法である「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）」（平成 23 年 5 月、以下「簡易測定法マニュアル」という。）が公表されており、広く適用されている。しかし、告示 192 号による方法は、無害化処理後の廃棄物（PCB 処理物）が特別管理廃棄物に該当しないことを検定するための方法であって、基準値前後のきわめて低いレベルの PCB 濃度を正確に測定することに主眼を置いていて複雑な分離操作等が必要であり、比較的高い濃度の PCB を簡便に測定する方法とはなっていない。また、簡易測定法マニュアルに示された簡易定量法（以下「簡易定量法」という。）は、絶縁油中の PCB 濃度の測定を目的にしたものであって、固形状の廃棄物に付着または染み込んだ PCB を抽出して分析用の試料溶液を調製する方法については記載されていない。

そこで、種々の低濃度 PCB 含有廃棄物の PCB 含有量を測定する方法として、一定の分析精度を確保しつつ、短時間にかつ低廉な費用で PCB 濃度が確実に 5,000 mg/kg 以下であることを容易に確認できるものとするため、上記の確立された手法を参考にしながら、まず紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類、汚泥、金属くず及びコンクリートくずなどの試料からの PCB の抽出・精製方法を検討し、「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法（第 1 版）」とする資料にまとめて平成 25 年 2 月に公表した。

同資料（第 1 版）では、抽出・精製後に得られた試料溶液からの PCB 濃度の測定方法として、告示 192 号による方法あるいは簡易定量法を適用して行うとしたが、実際には簡易定量法により測定されることが多いと考えられることから、簡易測定法マニュアルに掲載された 9 種の簡易定量法を選定して、これらの方法で定量する場合の試料溶液の調製方法

及びその留意事項を個別に定めることにした。また、分析精度管理に関する特記事項や、剥離剤が使用されて回収された鋼製橋梁等の剥離塗膜くずからの PCB の抽出・精製方法を追加して、「低濃度 PCB 含有廃棄物の測定方法（第2版）」としてまとめ、ここに示すことにした。

本資料の第1章では、本測定方法において、簡易定量法を適用する場合の分析精度管理の基本的な考え方について記載した。

実際の低濃度 PCB 含有廃棄物は PCB 濃度の範囲が広いことから、まずその抽出液の測定目標濃度範囲を 50～5,000 mg/kg に設定した。その上で、PCB 濃度が高く希釈操作のみで夾雑物の定量に及ぼす悪影響が無視できる場合には精製操作を省略できることとした。また、PCB 濃度が低く精製操作が必要な場合には内標準物質を測定用の試料溶液に添加して回収率を求め、精度管理を行うことになるが、その場合の内標準物質の使用方法及び得られた回収率の取扱に関する留意事項等を適用する簡易定量法ごとに規定した。

なお、ここで、本資料に掲載した方法は、測定対象とする低濃度 PCB 含有廃棄物が無害化処理認定施設で処理可能な上限濃度である 5,000 mg/kg 以下であるかどうかを判断することを目的としているため、多くの場合は定量下限を 50 mg/kg としており、それよりも低い濃度域の分析精度の精確性は求めている。そのため、本測定方法による分析値が 50 mg/kg 未満であったとしても、その試料が PCB 廃棄物に該当しないとはいえないことに留意する必要がある。

第2章では、種々の低濃度 PCB 含有廃棄物から PCB を抽出して精製し、分析に供するための試料溶液を作製する方法について示した。

具体的には、以下に掲げる廃棄物についてその試験方法を記載した。

- ① 紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類（合成樹脂くず、合成ゴムくず等）
（含有量試験）
- ② 廃活性炭（含有量試験）
- ③ 汚泥（含有量試験）
- ④ 廃プラスチック類（表面拭き取り試験）
- ⑤ 金属くず（表面拭き取り試験）
- ⑥ 金属くず（表面抽出試験）
- ⑦ コンクリートくず（表面抽出試験）
- ⑧ 塗膜くず（含有量試験）

ここで、④の廃プラスチック類及び⑤の金属くずの表面拭き取り試験は、容器などのように実用上、破碎して PCB の含有量を測定することが困難な試料についてその PCB 付着量を測定する方法として示したものである。また、⑥の金属くず及び⑦のコンクリートくずの表面抽出試験は、表面に付着したものの拭き取りが困難な試料について、付着物の全量をヘキサンで抽出し、PCB の量とヘキサンで抽出された付着物（油分）の量から付着物量当

たりの PCB の濃度を求める方法として示したものである。

第 3 章では、第 2 章に示す方法によって作製した試料溶液を用いて、簡易測定法マニュアルに示された 9 種の簡易定量法を適用して PCB 濃度を測定する場合の試料溶液の前処理手順及びそのための留意事項について掲載した。

第 1 章で述べたように、試料溶液中の PCB 濃度が高い場合には、希釈するだけで（精製操作を行わずに）PCB 濃度を測定できる場合がある。そこで、前処理手順には、「精製が不要な場合」と「精製が必要な場合」に分け、それぞれについて具体的な操作方法を示すことにした。

なお、分析に供する試料によっては、妨害成分が共存して本資料に掲載した方法では分析が困難な場合がある。そのような試料については、簡易定量法によらずに告示 192 号に定める方法により測定することとした。

また、簡易定量法は、PCB 製品そのもの（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）を測定対象とした方法であることから、PCB 製品と組成が異なる試料の測定には適用できないことに留意する必要がある。したがって、分析に供する試料に含まれる PCB の組成が PCB 製品と異なる場合は、簡易定量法によらず、告示 192 号の別表第 2 に定める方法により測定することとなる。

国内に存在する PCB 廃棄物は、PCB 廃棄物の適正な処理の推進に関する特別措置法において平成 39 年 3 月 31 日まで処理を終えることとされている。高濃度の PCB 廃棄物を処理する日本環境安全事業株式会社（JESCO）の拠点的広域処理施設での処理を補完し、また鋼製橋梁等の剥離塗膜くずのように今後発生量の増加が予想される 5,000 mg/kg 以下の低濃度 PCB 含有廃棄物の処理を担う無害化処理認定施設の位置づけは今後ますます重要になってくるといえる。本資料に示す低濃度 PCB 含有廃棄物の測定方法が、これらの廃棄物を排出する事業者及び無害化処理認定施設を運営する事業者のみならず、その関係者に広く活用され、処理の促進が図られていくことを期待するものである。

第 1 章 低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法における分析精度管理

低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法の分析精度管理に係る特性は、以下の 4 点にまとめることができる。

- ① PCB の抽出操作は、各機関の標準作業手順書（以下 SOP と表記）に準拠することで精確性を担保する。
- ② 低濃度 PCB 含有廃棄物抽出液は、PCB 濃度範囲が広いと予想される。それらの定量に用いる簡易定量法は、それぞれ定量濃度範囲が異なるので、適宜濃縮又は希釈する必要がある。
- ③ 廃棄物試料抽出液の PCB 濃度が高く、希釈操作により夾雑物が定量に及ぼす悪影響が無視できることを確認できれば、精製操作を省略することができる。
- ④ 定量に用いる簡易定量法及び精製操作を省略する場合と行う場合で、内標準物質の使い方が異なる。

本章では、これらの注意点について解説する。ここで言及しない精度管理項目については、簡易測定法マニュアルの第 1 章 5 節「精度管理について」の規定を、定量装置の性能に関する精度管理については適用する簡易定量法の各規定（第 2 章 1～5 及び 7 節）を適用する。

1. 抽出効率について

微量分析の抽出効率及び精度は、添加回収試験成績、クリーンアップスパイクの回収率、二重測定の結果の差等を指標として評価するのが一般的であるが、これらの方法を本マニュアル対象の多種多様な廃棄物試料に適用することは難しい。例えば、添加回収試験では、試料マトリックスが異なれば、それぞれの試料に対して同試験を行うことが原則であるが、多種多様な廃棄物試料に適用すると多くの時間が必要であること、また、測定目標濃度範囲（50～5000 mg/kg）に対応する濃度の PCB を疑似廃棄物試料に添加すると、実験後の廃棄物及び廃液の処理に費用がかかることが挙げられる。さらに、クリーンアップスパイクを用いる方法でも、高価な標準物質を多量に添加しなくてはならないので、同様の問題が生じる。その他、二重測定に関しては、分析試料の処理量の低下が挙げられる。

そこで、抽出工程の精度管理を以下の通りとする。

- (ア) 抽出操作の SOP を作成し、それに準拠して操作する。
- (イ) 実施した操作の詳細をトレースできるように SOP のなかで、操作記録方法を規定する。
- (ウ) 汚泥の含有量試験（水酸化カリウム・エタノール溶液を用いる抽出）は、他の抽出方法に比べて工程が複雑であり、分析者の技能の確認が不可欠である。したがって、分析者は、PCB 濃度既知の底質標準試料、あるいは底質試料に PCB を添加した試料を

3 個以上測定した場合に、底質標準試料の認証値±所間標準偏差の 2 倍以内であること又は添加回収試験の回収率が 80～120%であることを事前に確認することとする。

2. 定量濃度範囲について

本マニュアルに掲載している簡易定量法の定量濃度範囲及び本マニュアルで規定する方法に従って得られる測定溶液の PCB 濃度を表 1 及び表 2 に示す。

各簡易定量法の目標検出下限は 0.15 mg/kg で共通するが、供試する測定溶液量及び濃縮率の違いによって、検出下限値は相互に異なることになる。表 1 及び表 2 に示した簡易定量法の定量下限値は、0.15 mg/kg の (10/3) 倍の目標定量下限値を各簡易定量法が規定する供試試料量と濃縮率を用いて最終試料溶液中濃度に換算してある。この中で 2.5.1 GC/NICI-MS 法では、定容する最終測定溶液の体積で濃度を調整することとなっており、この値を 20 mL として算出した。また、2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イムノセンサー法については、簡易測定法マニュアル 150 頁、表 2.7.1.9「本測定における検出下限及び定量範囲の例」を引用して算出した。

定量上限については、2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イムノセンサー法では簡易測定法マニュアルに規定されているが、機器分析法では規定されていない。そのため、同表に示す機器分析法の定量上限値は、定量下限値の 100 倍とした。

表 1 及び表 2 の最終試料溶液の濃度範囲（定量下限と判定基準）算出に用いた抽出液の希釈等の詳しい手順は、本マニュアルの第 3 章の 1～9 節を参照されたい。

3. 精製操作について

(1) 精製操作の要否についての判定

廃棄物試料を抽出して得られる試料溶液を本マニュアルで規定する方法を用いて定量する場合には、下記事項を満足した場合に精製操作を省略することができる。

- GC を用いる定量法では、クロマトグラムのピーク形状、ベースラインの安定性、ゴーストピークの有無、ピーク分離度及び保持時間の安定性に関して「簡易測定法マニュアル」の精度管理の規定（第 1 章 5 節、第 2 章 1～5 節及び 7 節参照）を満足すること。
- GC 供試試料溶液に添加する内標準物質（適用する方法によってはクリーンアップスパイク又はシリンジスパイクと呼称されている）の回収率（算出方法は本マニュアル第 3 章を参照）が、2.1.1、2.1.2、2.1.3、2.1.4 の各 GC/ECD 法及び 2.5.1 GC/NICI-MS 法では 80～120%、2.2.1 GC/HRMS 法、2.3.1 GC/QMS 法及び 2.4.1 GC/MS/MS 法では 50～120% であること。
- 2.7.1 フロー式イムノセンサー法では、内標準物質の回収率が 85～110%であることに加えて、簡易測定法マニュアルで規定する精製度確認試験を満足すること。

(2) 精製操作を行った場合の精度管理

精製操作を行う分析者は、事前に精製操作を含む全分析操作の技能を添加回収試験によって確認する必要がある。添加回収試験用の試料は、標準試料もしくは PCB で汚染されていない絶縁油に PCB 製品等量混合標準液を添加して、PCB 濃度が 0.5 mg/kg 前後となるように調製したものをを用いる。採用する簡易定量法に基づいて自主作成した SOP に従って添加回収試験用の試料を 3 回以上分析し、総 PCB 濃度で計算した回収率が 80~120%かつ変動係数が 15%以内を合格とする。

4. 内標準物質の使用方法について

含有試験、表面拭き取り試験、表面抽出試験で得た試料溶液に適用する簡易定量法のうち、2.1.1、2.1.2、2.1.3、2.1.4 の各 GC/ECD 法及び 2.5.1 GC/NICI-MS 法で精製操作を省略した場合は、内標準物質の回収率を濃度補正に使用しない。精製操作を行った場合は、クリーンアップスパイク内標準物質の回収率で濃度補正を行う。2.3.1 GC/MS/MS 法、2.4.1 GC/QMS 法及び 2.2.1 GC/HRMS 法においては、精製操作を行ったかどうかにかかわらずクリーンアップスパイク内標準物質の回収率で濃度補正する。2.7.1 フロー式イムノセンサー法では、回収率の平均値及び標準偏差を用いて管理限界を設定して精製の要・不要を含む日常精度管理に用いることとし、濃度補正には使用しない。精製操作を行った場合も同様に、内標準物質の回収率を日常精度管理に用い、濃度補正には使用しない。

表 1 絶縁油簡易定量法の定量下限等（精製操作を省略できる場合）

| 簡易定量法No./検出器 | | 2.1.1/ ECD | 2.1.2/ ECD | 2.1.3/ ECD | 2.1.4/ ECD | 2.2.1/ HRMS | 2.3.1/ MS-MS | 2.4.1/ QMS | 2.5.1/ QMS (NICI) | 2.7.1/ イムノ センサー | |
|--------------------------------|---------------|--|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-----------------------|------------------|
| 絶縁油簡易定量法の定量下限 (mg/L) (1) | | 0.0125 | 0.20 | 0.050 | 0.25 | 0.00050 | 0.20 | 0.20 | 0.0050 | 0.00038 | |
| 絶縁油簡易定量法の定量上限 (mg/L) (2) | | 1.25 | 20 | 5.0 | 25 | 0.050 | 20 | 20 | 0.50 | 0.0039 | |
| 含有量試験 | 抽出操作 | 試料量 (g) | 10 ¹ | 10 ¹ | |
| | | 試料溶液 (mL) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | |
| | 試料溶液の希釈例 | 第一段階分取 (mL) | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ |
| | | 第一段階定容 (mL) | 100 | 20 | 100 | 20 | 50 | 20 | 20 | 10 | 300 |
| | | 第二段階分取 (mL) | - | - | - | - | 1 ¹ | - | - | - | - |
| | | 第二段階定容 (mL) | - | - | - | - | 20 | - | - | - | - |
| | 簡易定量法の適用部分 | 分取した希釈溶液 (mL) | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 0.02 ¹ | 0.2 ¹ | 0.2 ¹ | 0.3 ¹ | 0.4 ¹ |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 0.2 ¹ | 0.22 ¹ | 0.22 ¹ | 20 ¹ | 0.5 ¹ |
| | | 測定系における最終希釈率 (3) | - | - | - | - | - | - | - | - | 25 |
| | 測定溶液濃度 (mg/L) | PCB含有量が 50mg/kgの場合 (定量下限) | 0.049 | 0.24 | 0.049 | 0.24 | 0.00050 | 0.23 | 0.23 | 0.0075 | 0.00053 |
| PCB含有量が 5000mg/kgの場合 (判定基準) | | 4.9 | 24 | 4.9 | 24 | 0.050 | 23 | 23 | 0.75 | 0.0053 | |
| 表面拭き取り試験 | 抽出操作 | 拭き取り面積 (cm ²) | 100 ¹ | 100 ¹ | |
| | | (推定)試料量 (g) | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | |
| | | 試料溶液 (mL) | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | |
| | 簡易定量法の適用部分 | 分取 (mL) | - | - | - | - | 1 ¹ | - | - | - | 0.2 |
| | | 定容 (mL) | - | - | - | - | 20 ¹ | - | - | - | 60 |
| | | 分取した試料溶液 (mL) | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 0.02 ¹ | 0.2 ¹ | 0.2 ¹ | 0.3 ¹ | 0.4 ¹ |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 0.2 ¹ | 0.22 ¹ | 0.22 ¹ | 20 ¹ | 0.5 ¹ |
| | | 測定系における最終希釈率 | - | - | - | - | - | - | - | - | 50 |
| | 測定溶液濃度 (mg/L) | PCBの付着量が 0.01mg/100cm ² の場合 (定量下限) | 0.10 | 0.48 | 0.10 | 0.48 | 0.00050 | 0.45 | 0.45 | 0.0075 | 0.00053 |
| | | PCBの付着量が 1mg/100cm ² の場合 (判定基準) | 10 | 48 | 10 | 48 | 0.050 | 45 | 45 | 0.75 | 0.0053 |
| 表面抽出試験 | 抽出操作 | 抽出した付着物量 (mg) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | |
| | | 試料溶液 (mL) | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | |
| | 簡易定量法の適用部分 | 分取 (mL) | - | - | - | - | 1 ¹ | - | - | - | 0.2 |
| | | 定容 (mL) | - | - | - | - | 20 ¹ | - | - | - | 60 |
| | | 分取した試料溶液 (mL) | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 0.02 ¹ | 0.2 ¹ | 0.2 ¹ | 0.6 ¹ | 0.4 ¹ |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 1.02 ¹ | 0.52 ¹ | 0.2 ¹ | 0.22 ¹ | 0.22 ¹ | 20 ¹ | 0.5 ¹ |
| | | 測定系における最終希釈率 | - | - | - | - | - | - | - | - | 25 |
| | 測定溶液濃度 (mg/L) | 付着物量あたりの濃度が 50mg/kgの場合 (定量下限値) | 0.049 | 0.24 | 0.049 | 0.24 | 0.0013 | 0.23 | 0.23 | 0.0075 | 0.00053 |
| | | 付着物量あたりの濃度が 5000mg/kgの場合 (判定基準) | 4.9 | 24 | 4.9 | 24 | 0.13 | 23 | 23 | 0.75 | 0.0053 |

- (1) GC+検出器法: $0.15(\mu\text{g/g}) \times 10/3 \times \text{供試絶縁油量}(\text{g})/\text{最終試料液量}(\text{mL})$ 、フローイムノセンサー法: 簡易定量法マニュアル第3版150頁表2.7.1.9本測定における検出下限及び定量範囲の例に記載された値
- (2) GC+検出器法: 定量下限×100、イムノセンサー法: 簡易定量法マニュアル第3版150頁表2.7.1.9本測定における検出下限及び定量範囲の例に記載された値
- (3) フローイムノセンサー法のものに適用する。試料液の濃度に応じて希釈率を変更する。定量下限相当濃度の算出には表示の希釈倍率を、判定基準相当濃度の算出には表示した希釈倍率の10倍を用いた。

表2 絶縁油簡易定量法の定量下限等（精製操作を実施する場合）

| 簡易定量法No./検出器 | | 2.1.1/ ECD | 2.1.2/ ECD | 2.1.3/ ECD | 2.1.4/ ECD | 2.2.1/ HRMS | 2.3.1/ MS-MS | 2.4.1/ QMS | 2.5.1/ QMS (NICI) | 2.7.1/ イムノ センサー | |
|--------------------------------|------------------------------------|--|-----------------------------------|------------------|------------------|------------------|-------------------|------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| 絶縁油 簡易定量法の定量下限 (mg/L) (1) | | 0.0125 | 0.20 | 0.050 | 0.25 | 0.00050 | 0.20 | 0.20 | 0.0050 | 0.00038 | |
| 絶縁油 簡易定量法の定量上限 (mg/L) (2) | | 1.25 | 20 | 5.0 | 25 | 0.050 | 20 | 20 | 0.50 | 0.0039 | |
| 含有量試験 | 抽出操作 | 試料量 (g) | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | 10 ¹ | |
| | | 試料溶液 (mL) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| | 試料溶液の希釈例 | 第一段階分取 (mL) | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ | 1 ¹ |
| | | 第一段階定容 (mL) | 100 | 20 | 100 | 20 | 50 | 20 | 20 | 10 | 20 |
| | | 第二段階分取 (mL) | 1 ¹ | - | - | 4 ¹ | 1 ¹ | - | - | - | - |
| | | 第二段階定容 (mL) | 2 | - | - | 2 | 20 | - | - | - | - |
| | 簡易定量法の適用部分 | 分取した希釈溶液 (mL) | 0.5 ¹ | 0.2 ¹ | 1 ¹ | 0.5 ¹ | 0.02 ¹ | 0.2 ¹ | 0.2 ¹ | 0.3 ¹ | 0.2 |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1 | 0.25 | 1 | 1 | 0.2 | 0.25 | 0.25 | 20 | 0.25 |
| | | 測定系における最終希釈率 (3) | - | - | - | - | - | - | - | - | 375 |
| | 測定溶液濃度 (mg/L) | PCB含有量が 50mg/kgの場合 (定量下限) | 0.013 | 0.20 | 0.050 | 0.25 | 0.00050 | 0.20 | 0.20 | 0.0075 | 0.00053 |
| PCB含有量が 5000mg/kgの場合 (判定基準) | | 1.3 | 20 | 5.0 | 25 | 0.050 | 20 | 20 | 0.75 | 0.0053 | |
| 表面拭き取り試験 | 抽出操作 | 拭き取り面積 (cm ²) | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 ¹ | 100 |
| | | (推定)試料量 (g) | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| | 簡易定量法の適用部分 | 試料溶液 (mL) | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ |
| | | 分取 (mL) | 1 | - | - | 4 | 1 | - | - | - | 0.2 |
| | | 定容 (mL) | 2 | - | - | 2 | 20 | - | - | - | 4 |
| | | 分取した試料溶液 (mL) | 0.5 | 0.2 | 1 | 0.5 | 0.02 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | 0.2 |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1 | 0.25 | 1 | 1 | 0.2 | 0.25 | 0.25 | 20 | 0.25 |
| | | 測定系における最終希釈率 | - | - | - | - | - | - | - | - | 750 |
| | 測定溶液濃度 (mg/L) | PCBの付着量が 0.01mg/100cm ² の場合 (定量下限) | 0.025 | 0.40 | 0.10 | 0.50 | 0.00050 | 0.40 | 0.40 | 0.0075 | 0.00053 |
| | | PCBの付着量が 1mg/100cm ² の場合 (判定基準) | 2.5 | 40 | 10 | 50 | 0.050 | 40 | 40 | 0.75 | 0.0053 |
| 表面抽出試験 | 抽出操作 | 抽出した付着物量 (mg) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| | | 試料溶液 (mL) | 100 ¹ | 20 ¹ | 100 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 20 ¹ | 1 |
| | 簡易定量法の適用部分 | 分取 (mL) | 1 | - | - | 4 | 1 | - | - | - | 0.2 |
| | | 定容 (mL) | 2 | - | - | 2 | 20 | - | - | - | 4 |
| | | 分取した試料溶液 (mL) | 0.5 | 0.2 | 1 | 0.5 | 0.02 | 0.2 | 0.2 | 0.6 | 0.2 |
| | | 内標準添加後の測定溶液 (mL) | 1 | 0.25 | 1 | 1 | 0.2 | 0.25 | 0.25 | 20 | 0.25 |
| | | 測定系における最終希釈率 | - | - | - | - | - | - | - | - | 375 |
| | | 測定溶液濃度 (mg/L) | 付着物量あたりの濃度が 50mg/kgの場合 (定量下限値) | 0.013 | 0.20 | 0.050 | 0.25 | 0.0013 | 0.20 | 0.20 | 0.0075 |
| | 付着物量あたりの濃度が 5000mg/kgの場合 (判定基準) | | 1.3 | 20 | 5.0 | 25 | 0.13 | 20 | 20 | 0.75 | 0.0053 |

- (1) GC+検出器法: $0.15(\mu\text{g/g}) \times 10/3 \times \text{供試絶縁油量}(\text{g})/\text{最終試料液量}(\text{mL})$ 、フローイムノセンサー法: 簡易定量法マニュアル第3版150頁表2.7.1.9本測定における検出下限及び定量範囲の例に記載された値
- (2) GC+検出器法: 定量下限×100、イムノセンサー法: 簡易定量法マニュアル第3版150頁表2.7.1.9本測定における検出下限及び定量範囲の例に記載された値
- (3) フローイムノセンサー法のみ適用する。試料液の濃度に応じて希釈率を変更する。定量下限相当濃度の算出には表示の希釈倍率を、判定基準相当濃度の算出には表示した希釈倍率の10倍を用いた。

第2章 試料溶液作製までの分析手順書

1. 紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類（合成樹脂くず、合成ゴムくず等） （含有量試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ アセトン
- ウ 硫酸ナトリウム（無水）
- エ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア フラスコ
- イ 超音波洗浄器
- ウ 振とう機
- エ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- オ 漏斗
- カ 分液漏斗
- キ ピペット
- ク メスフラスコ

(3) 試料操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングを行い、代表性を確保したうえで 100 g 程度を採取する。
- ② 採取した試料は、木については 2 mm 以下のサイズに、その他の試料については、2～10 mm のサイズに粉碎又は細断し、よく混合した後、5～10 g 程度を分取し、これらを秤量して試験試料とする。

イ 抽出

- ① フラスコにア②で得られた試験試料を入れ、さらに試料量の 10 倍容程度（50～100 mL 程度）のヘキサンを加え、超音波洗浄器等を用いて 15 分程度抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を別のフラスコに入れる。^{注1)}
- ③ 漏斗に残った固形試料はフラスコに戻し、①②の操作を行い、合計 2 回以上抽出を行う。^{注2)}

- ④ フラスコ内容物を適量のヘキサンで3回洗い、洗浄液をろ過して、③の操作で得られたろ液と混ぜ、ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて脱水した後、ろ液を濃縮器で濃縮し、100 mL に定容したものを試料溶液とする。

注1) 試料の比重が小さく、ヘキサンに浮いてしまう場合には、ステンレス製メッシュ等を押さえ蓋として用い、試料がヘキサンに浸るようにして超音波抽出を行う。若しくは超音波抽出を振とう抽出に変更する。

注2) 試験試料に水が多く含まれる場合は、アのヘキサンによる1回目の抽出操作の前にアセトンによる抽出を行う。その後、ヘキサンでイ①～③の操作を行う。アセトンのろ液は、ヘキサンのろ液とは別に分液漏斗に入れ、アセトンの10倍容の水及びアセトンと等量のヘキサンを加え、液-液振とう抽出して、得られたヘキサン層をヘキサンのろ液と併せる。この液-液振とう抽出をさらに1回実施し、得られたヘキサン層をヘキサンのろ液と併せる。

ウ 前処理及び測定

イ④の操作で得られた試料溶液について、以下のⅠ又はⅡに記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第3章に示す。

なお、試料中のPCB濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第3章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

Ⅰ 「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）」（平成23年5月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中のPCB簡易定量法

Ⅱ 「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」（平成4年厚生省告示第192号）別表第三の第三（部材採取試験法）

(4) 判定

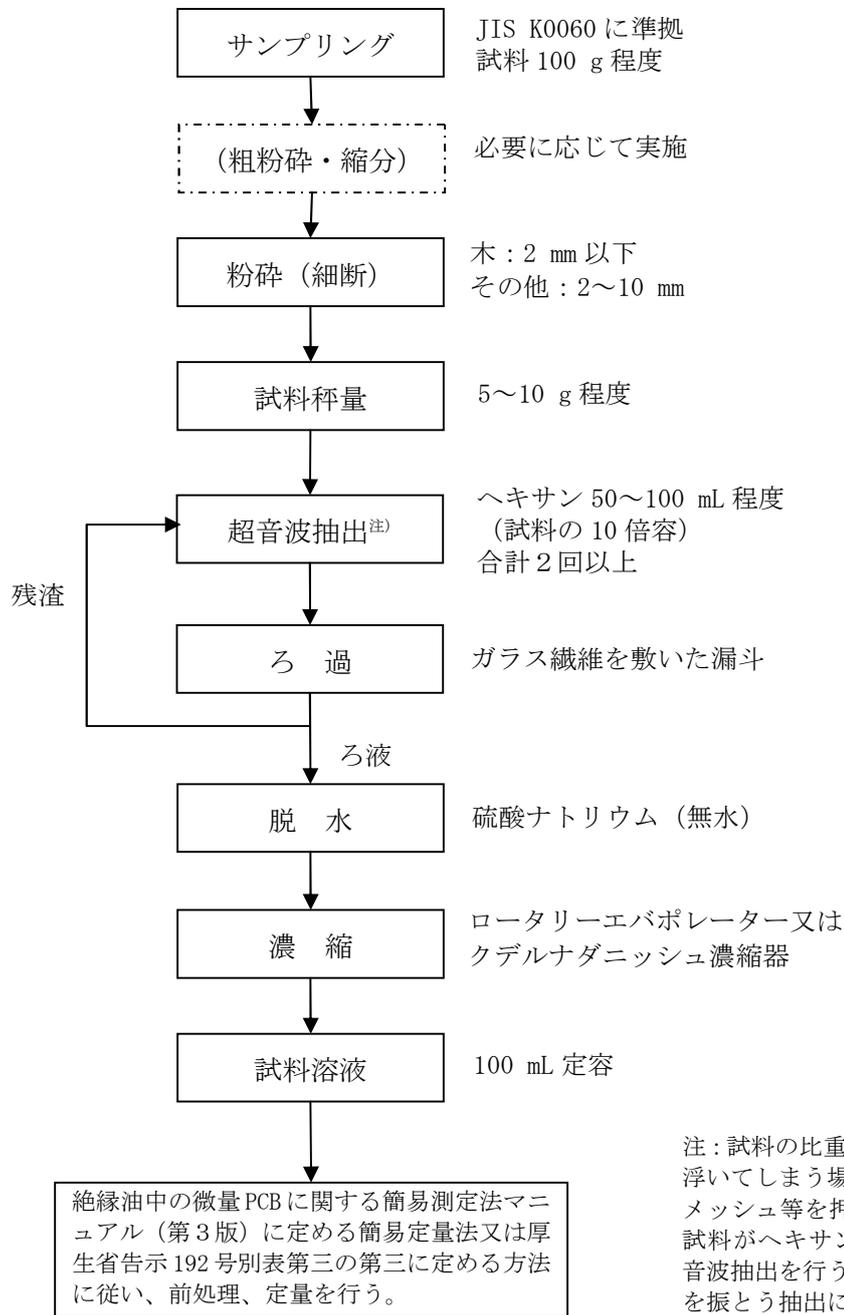
(3)で求めた試料のPCB含有量が5,000 mg/kg以下であること。

なお、定量下限値を50 mg/kg以下とする。

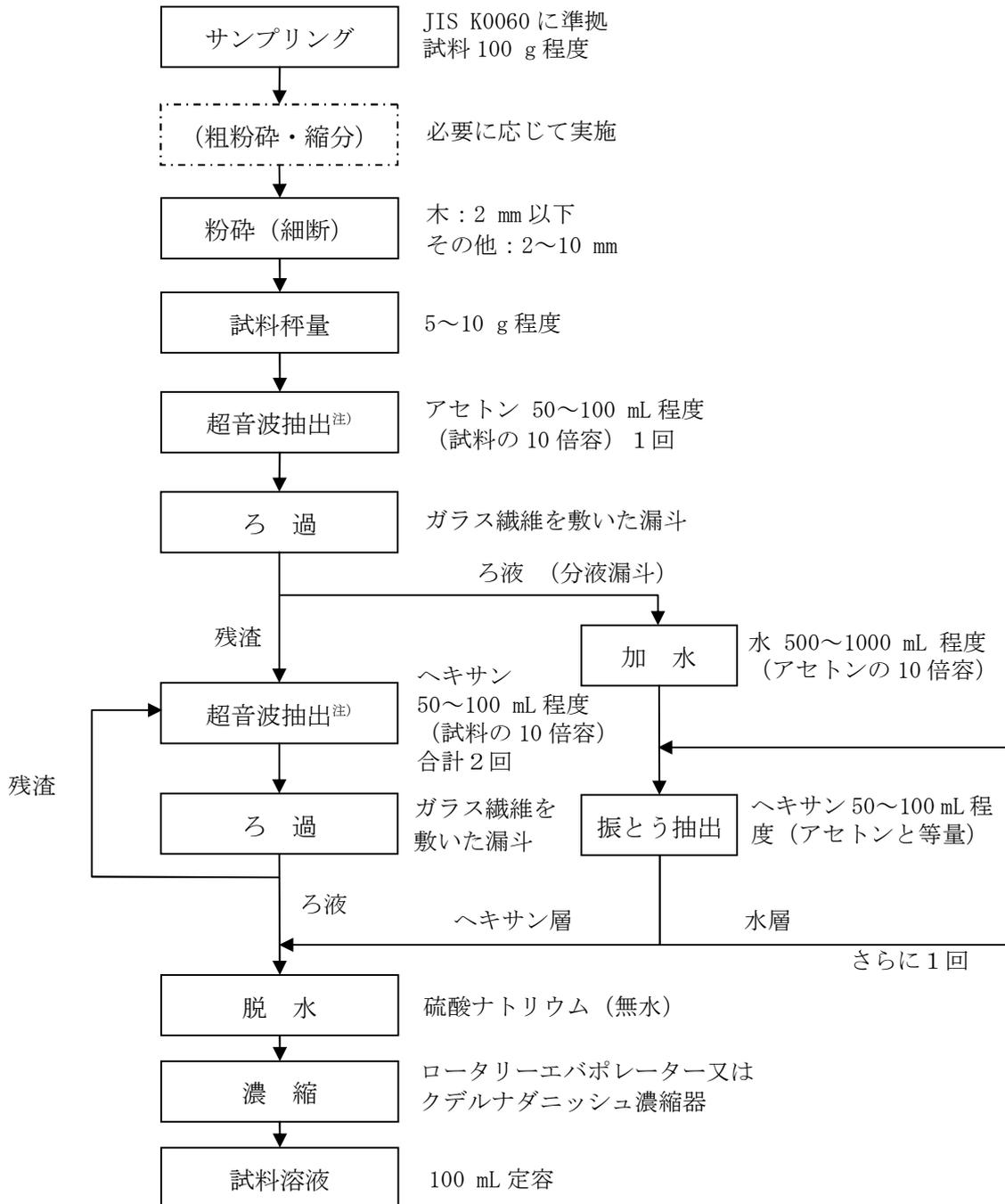
備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3)ウのⅠ又はⅡに定めるところによる。

フローチャート：紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類(合成樹脂くず、合成ゴムくず等)
 (含有量試験) (水分を多く含んでいない試料)



フローチャート :紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類(合成樹脂くず、合成ゴムくず等)
(含有量試験) (水分を多く含んだ試料)



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) に定める簡易定量法又は厚生省告示 192 号別表第三の第三に定める方法に従い、前処理、定量を行う。

注: 試料の比重が小さく、ヘキサン (アセトン) に浮いてしまう場合には、ステンレス製メッシュ等を押さえ蓋として用い、試料がヘキサン (アセトン) に浸るようにして超音波抽出を行う。若しくは超音波抽出を振とう抽出に変更する。

2. 廃活性炭（含有量試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア トルエン
- イ アセトン
- ウ ヘキサン
- エ 硫酸ナトリウム（無水）
- オ ガラス繊維
- カ 円筒ろ紙

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア ソックスレー抽出器
- イ 振とう器
- ウ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- エ 漏斗
- オ 分液漏斗
- カ ピペット
- キ メスフラスコ

(3) 試験操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングを行い、代表性を確保したうえで 100 g 程度を採取する。
- ② 採取した試料をよく混合した後、10 g 程度を分取し、これらを秤量して試験試料とする。

イ 抽出

- ① ア②で得られた試験試料を円筒ろ紙に入れ、トルエンで 16 時間以上ソックスレー抽出を行う。^{注1)}
- ② ①の操作で得られた抽出液を、ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて脱水する。^{注2)}
- ③ トルエン抽出液を濃縮後、ヘキサンに溶媒置換する。その後 100 mL に定容したものを試料溶液とする。^{注3)}

注1) 試験試料が水を多く含む場合には、トルエンでのソックスレー抽出の前にアセトンを用いて 3 時間程度ソックスレー抽出を行う。アセトン抽出液は、適量濃縮後、分液漏斗に移し、濃縮液量の 10 倍容程度の水及び濃縮液量と同等量の

ヘキサンを加え、液 - 液振とう抽出して、ヘキサン層と水層を分ける。この水層について、液 - 液振とう抽出をさらに 1 回実施し、得られたヘキサン層を併せる。

注 2) 試験試料が水を多く含む場合には、注 1) で得られたヘキサン層を同様の方法で脱水する。

注 3) 試験試料が水を多く含む場合には、注 2) で得られた脱水後のヘキサン層をトルエン抽出液と併せて濃縮し、その後にヘキサンに溶媒置換する。

ウ 前処理及び測定

イ③の操作で得られた試料溶液について、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第 3 章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第 3 章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第三（部材採取試験法）

(4) 判定

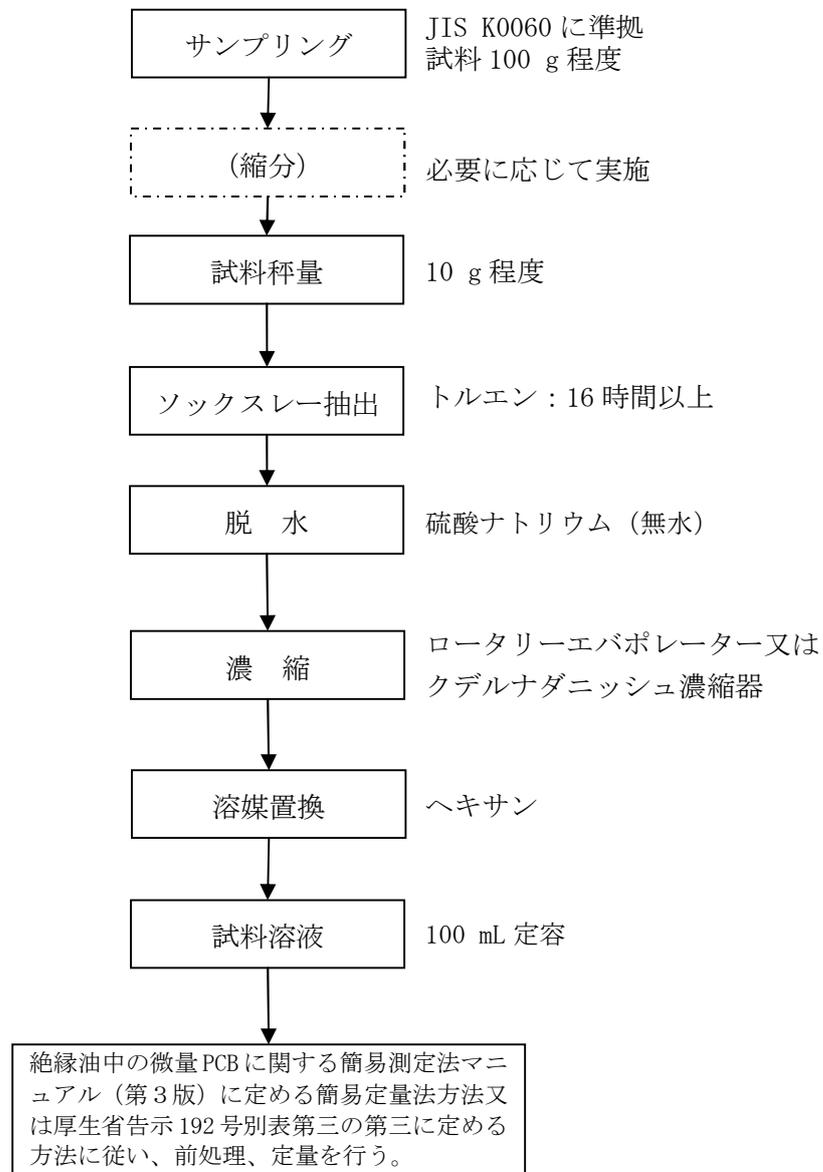
(3) で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

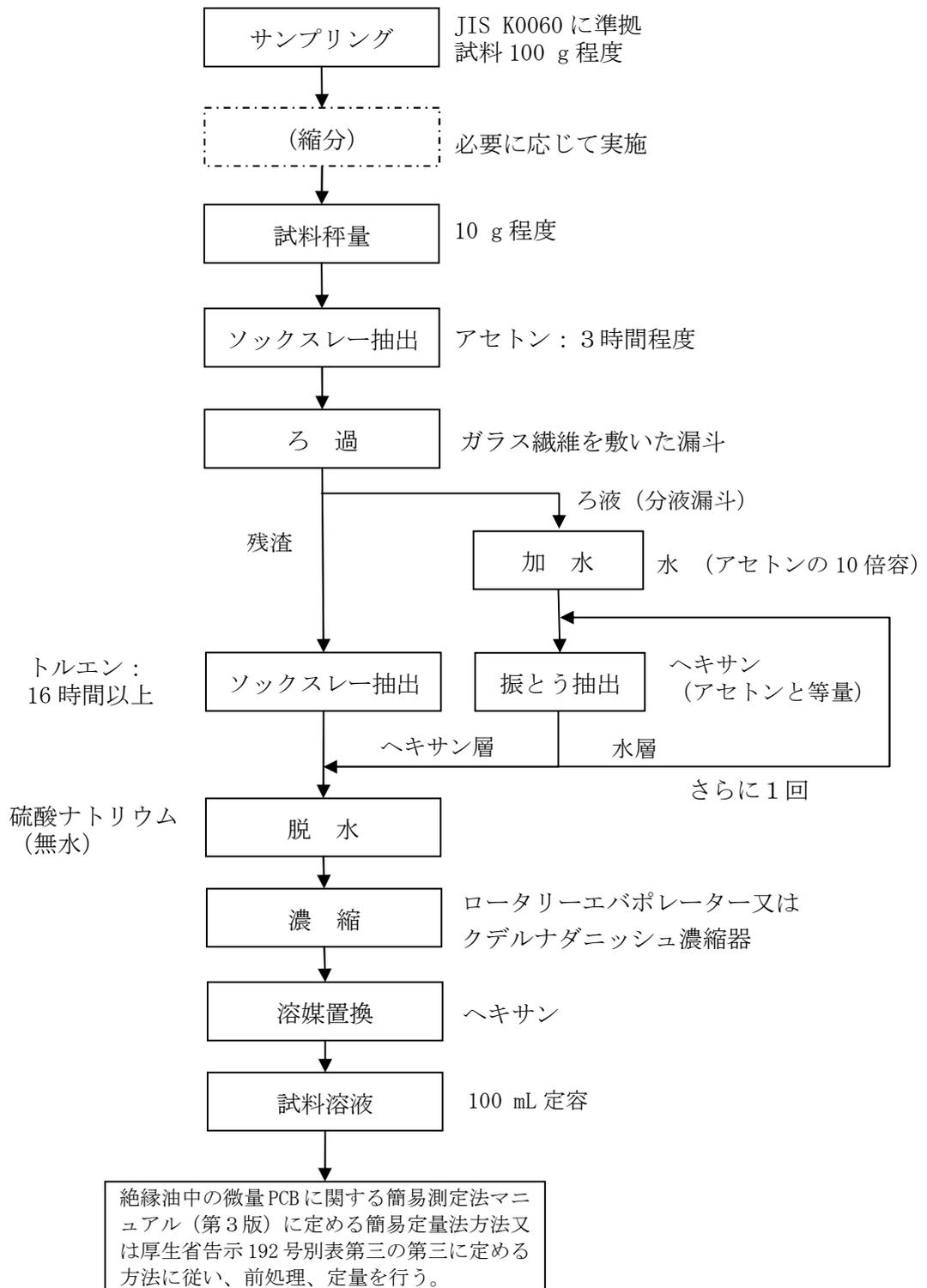
備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3) ウの I 又は II に定めるところによる。

フローチャート： 廃活性炭（含有量試験）（水分を多く含んでいない試料）



フローチャート：活性炭（含有量試験）（水分を多く含んでいる試料）



3. 汚泥（含有量試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ アセトン
- ウ トルエン
- エ 水酸化カリウム－エタノール溶液
- オ メタノール
- カ 硫酸ナトリウム（無水）
- キ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア ソックスレー抽出器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ 還流冷却器
- エ 漏斗
- オ 分液漏斗
- カ ピペット
- キ 共栓付フラスコ
- ク メスフラスコ

(3) 試験操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングを行い、代表性を確保したうえで 100 g 程度を採取する。
- ② 採取した試料をよく混合した後、5～10 g 程度を分取し、これらを秤量して試験試料とする。

イ 抽出

- ① 底質調査方法（平成 24 年 8 月 環境省 水・大気環境局）又はモニタリング調査マニュアル（平成 17 年 3 月 環境省 環境保健部 環境安全課）に記載されている手法に準拠して抽出する。

なお、水分を多く含んだ試料では、上記 2 資料に記載されている水酸化カリウム－エタノール溶液を用いた抽出方法によることが望ましい。またソックスレー抽出を行う場合には、「ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル」（平成 21 年 3 月 環境省水・大気環境局水環境課）の p. 15-16 注(14)の方法を用いて抽出することもできる。

- ② いずれの抽出方法を用いた場合においても、得られた抽出液は、ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて脱水した後、ろ液を濃縮器で濃縮し、100 mL に定容したものを試料溶液とする。

ウ 前処理及び測定

イ②の操作で得られた試料溶液について、以下のⅠ又はⅡに記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第3章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第3章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

Ⅰ 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

Ⅱ 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第三（部材採取試験法）

(4) 判定

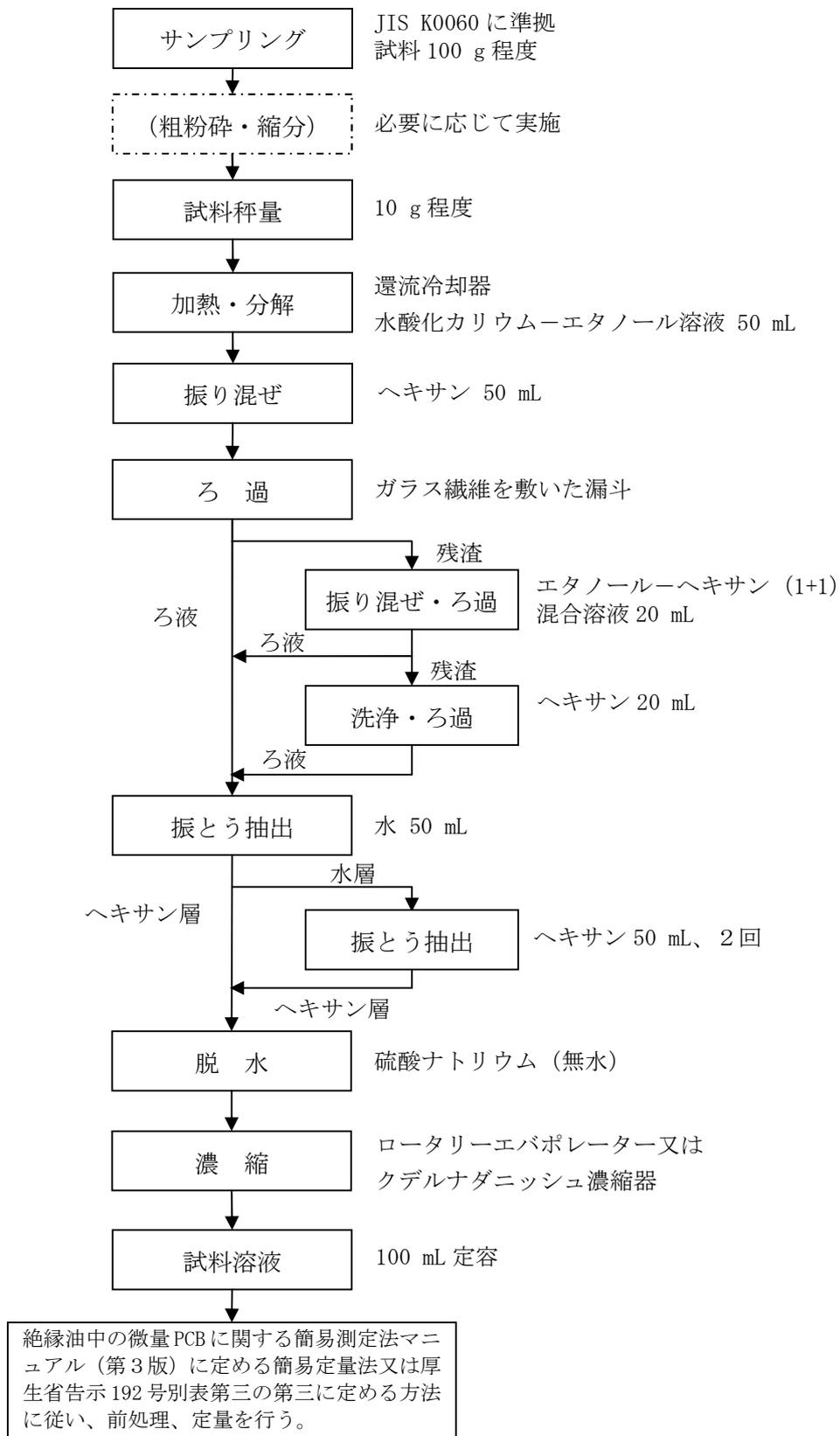
(3) で求めた汚染物の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。

なお、定量下限を 50 mg/kg 以下とする。

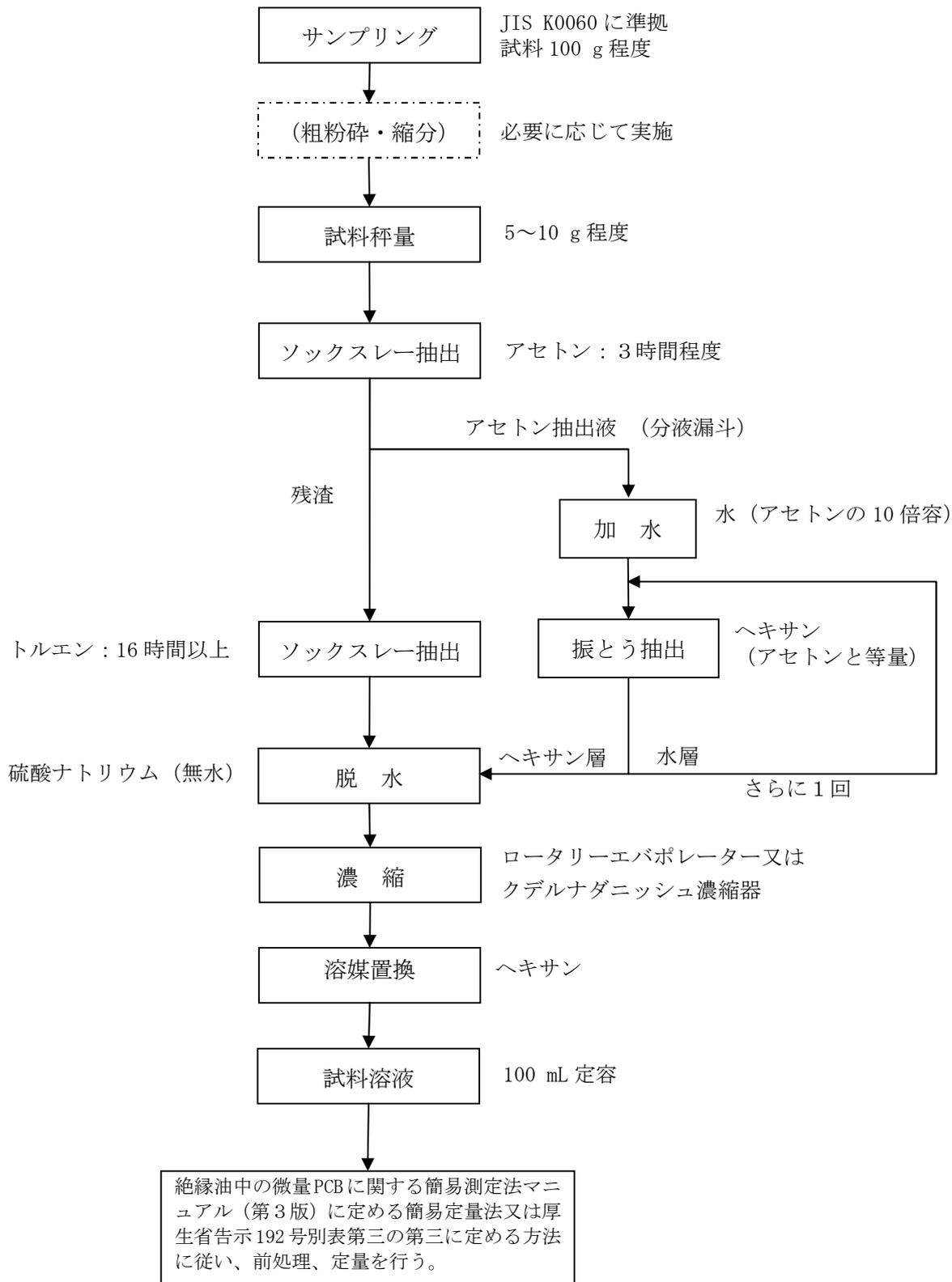
備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、上記(3)ウのⅠ又はⅡに定めるところによる。

フローチャート：汚泥（含有量試験）（水酸化カリウム-エタノール溶液を用いた抽出）



フローチャート：汚泥（含有量試験）（ソックスレー抽出）



4. 廃プラスチック類（表面拭き取り試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ 硫酸ナトリウム（無水）
- ウ 脱脂綿
- エ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア 超音波洗浄器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ 漏斗
- エ ビーカー
- オ フラスコ
- カ ピンセット
- キ ピペット
- ク メスフラスコ

(3) 試験操作

ア 試料の採取

ヘキサンを染み込ませた脱脂綿等により、廃プラスチックの表面の2ヶ所以上から合計100 cm²以上を拭き取る。

イ 抽出

- ① ビーカーにアで得られた脱脂綿等を入れ、さらにヘキサンを脱脂綿等の10倍容程度加え、超音波洗浄器を用いて10分～15分抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を別のフラスコに入れる。
- ③ 漏斗に残った固形試料はビーカーに戻し、①②の操作をさらに1回行い、得られたろ液を②の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ④ ビーカーの内容物を適量のヘキサンで3回洗い、洗浄液をろ過して、③の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ⑤ ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて、④の操作で得られた抽出液を脱水後、濃縮器で20 mL以下^{注1)}に濃縮する。
- ⑥ ⑤の操作で得られた試料をメスフラスコに移し入れて20 mLに定容^{注1)}し、試料溶液とする。

注1) 20 mL以下への濃縮及び20 mLへの定容は、定量下限値50 mg/kgを考慮したも

のである。よって、明らかに PCB 濃度が高い試料の場合の定容量は 100 mL で十分である。また、第 3 章にある分析法の選択によっても、100 mL で十分な場合がある。

ウ 前処理及び測定

イ⑥の操作で得られた試料溶液について、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第 3 章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第 3 章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

- I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法
- II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第二（拭き取り試験法）

(4) 判定

(3) で求めた廃プラスチックへの PCB の付着量が $1 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ 以下であること。

$1 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ を超える場合は、廃プラスチックの含有量測定法に従って再度分析すること。

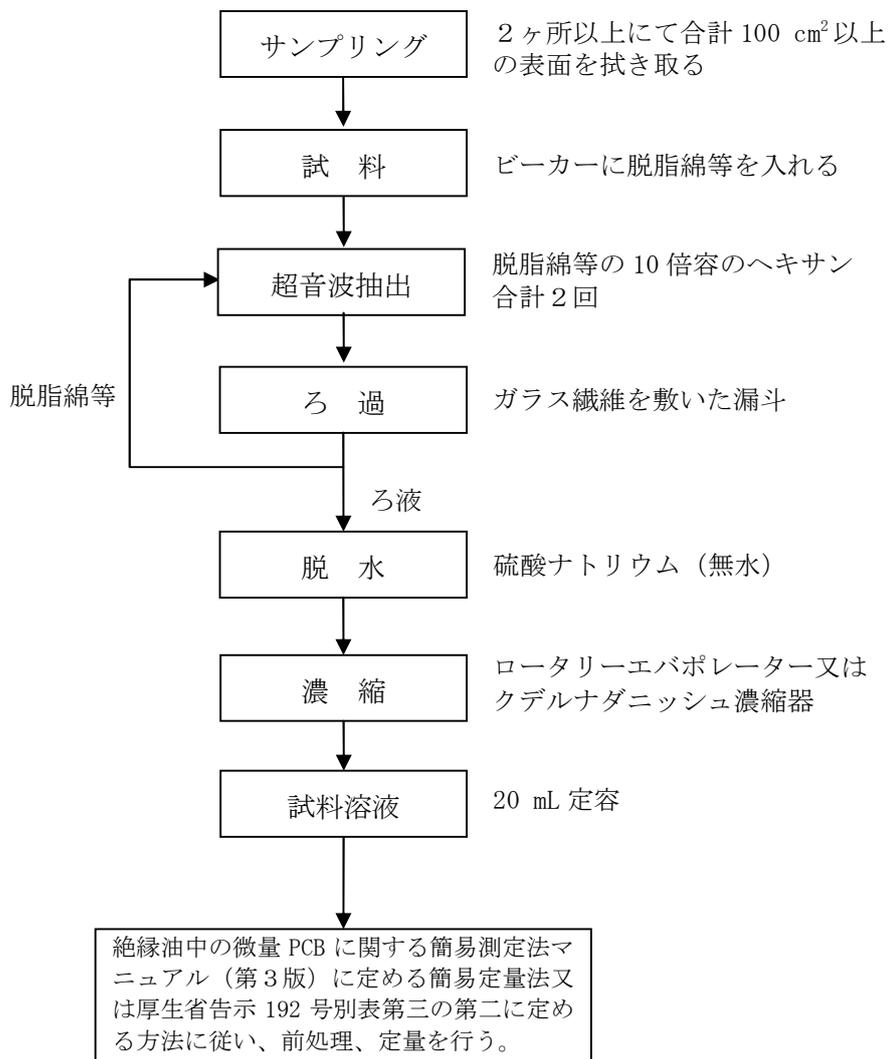
なお、定量下限値を $0.01 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ 以下とする。

備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3)ウ I 又は II に定めるところによる。

なお、この表面拭き取り試験は、所定の面積の平滑面がない試料には適用できない。

フローチャート： 廃プラスチック（表面拭き取り試験）



5. 金属くず（表面拭き取り試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ 硫酸ナトリウム（無水）
- ウ 脱脂綿
- エ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア 超音波洗浄器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ ビーカー
- エ 漏斗
- オ フラスコ
- カ ピンセット
- キ ピペット
- ク メスフラスコ

(3) 試験操作

ア 試料の採取

ヘキサンを染み込ませた脱脂綿等により、金属の表面の2ヶ所以上から合計100 cm²以上を拭き取る。

イ 抽出

- ① ビーカーにアで得られた脱脂綿等を入れ、更にヘキサンを脱脂綿等の10倍容程度加え、超音波洗浄器を用いて10分～15分抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を別のフラスコに入れる。
- ③ 漏斗に残った固形試料はビーカーに戻し、①から②の操作をさらに1回行い、得られたろ液を②の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ④ ビーカーの内容物を適量のヘキサンで3回洗い、洗浄液をろ過して、③の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ⑤ ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて、④の操作で得られた抽出液を脱水後、濃縮器で20 mL以下^{注1)}に濃縮する。
- ⑥ ⑤の操作で得られた試料をメスフラスコに移し入れて20 mLに定容^{注1)}し、試料溶液とする。

注1) 20 mL以下への濃縮及び20 mLへの定容は、定量下限値50 mg/kgを考慮したも

のである。よって、明らかに PCB 濃度が高い試料の場合の定容量は 100 mL で十分である。また、第 3 章にある分析法の選択によっても、100 mL で十分な場合がある。

ウ 前処理及び測定

イ⑥の操作で得られた試料溶液について、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第 3 章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第 3 章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第二（拭き取り試験法）

(4) 判定

(3) で求めた金属くずへの PCB の付着量が $1 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ 以下であること。

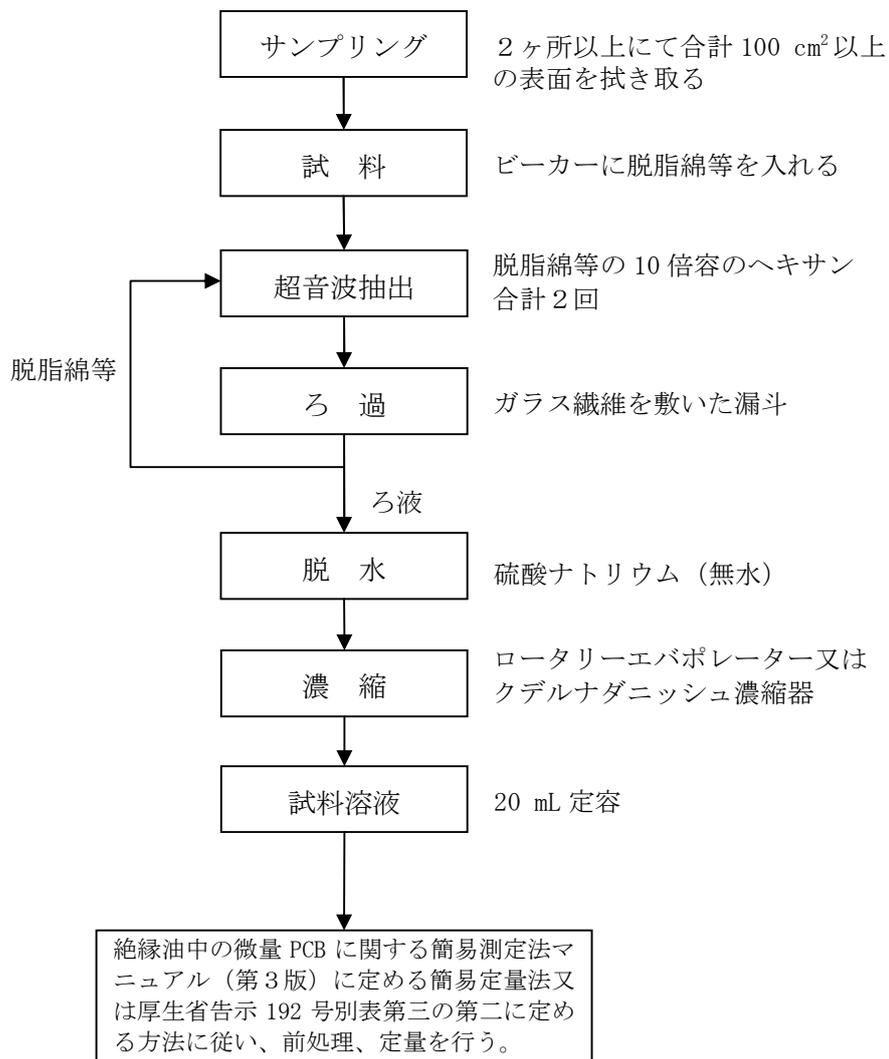
なお、定量下限値を $0.01 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ とする。

備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3) ウの I 又は II に定めるところによる。

なお、この表面拭取り試験は、所定の面積の平滑面がない試料には適用できない。

フローチャート : 金属くず (表面拭き取り試験)



6. 金属くず（表面抽出試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ 硫酸ナトリウム（無水）
- ウ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア 超音波洗浄器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ ビーカー
- エ 漏斗
- オ フラスコ
- カ ピペット
- キ メスフラスコ
- ク 蒸発容器

(3) 試験操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングし、1 kg 程度を採取する。
- ② 採取した試料を適宜細断し、代表性を確保したうえで、50 g 程度を秤量し、試験試料とする。

イ 抽出

- ① ビーカーにア②で得られた試験試料を入れ、更にヘキサンを試験試料の10倍容（100 mL程度）加え、超音波洗浄器を用いて10分～15分抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を別のフラスコに入れる。
- ③ 漏斗に残った固形試料はビーカーに戻し、①から②の操作をさらに1回行い、得られたろ液を②の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ④ ビーカーの内容物を適量のヘキサンで3回洗い、洗浄液をろ過して③の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ⑤ ガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて、④の操作で得られた抽出液を脱水後、濃縮器で20 mL以下^{注1)}に濃縮する。
- ⑥ ⑤の操作で得られた試料をメスフラスコに移し入れて20 mLに定容^{注1)}し、試料溶液とする。

注1) 20 mL以下への濃縮及び20 mLへの定容は、定量下限値50 mg/kgを考慮したも

のである。よって、明らかに PCB 濃度が高い試料の場合の定容量は 100 mL で十分である。また、第 3 章にある分析法の選択によっても、100 mL で十分な場合がある。

ウ 前処理及び測定

イ⑥の操作で得られた試料溶液を十分に均一化した後、PCB 測定用に分取する。^{注2)} 分取した溶液からさらに測定に供する量を正確に分取し、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。試料溶液の残りは、エの付着物量（油分）の測定^{注3)}に供する。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第 3 章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第 3 章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第三（部材採取試験法）

測定で得られた PCB 量を、エで求める付着物量当たりの濃度（mg/kg）に換算する。

注 2）再測定ができる量を確保して分取するべきである。

注 3）PCB 濃度が高い場合には、作業環境や周囲の汚染等、作業上の注意を要する。

付着物量の測定より前に PCB 濃度を測定することが望ましい。

エ 付着物量（油分）の測定

- ① ウの操作に供しない残りの溶液の量を測定し、蒸発容器に入れる。
- ② 水質汚濁に係る環境基準について（環境庁告示第 59 号）付表 13（n-ヘキサン抽出物質の測定方法）に準拠して付着物量を測定する。
- ③ 別に、ヘキサンについて全操作にわたり空試験を行い、次式によって試料の付着物量を算出する。

付着物量（mg）

$$= \{ \text{試験前後の蒸発容器の質量の差 (mg)} - \text{空試験前後の蒸発容器の質量の差 (mg)} \} \\ \times \frac{\text{試料溶液の定容量 (mL)}}{\text{付着物量測定に用いた量 (mL)}}$$

④ ③の結果から、付着物量当たりの PCB 濃度を算出する。^{注4)}

注4) PCB の定量下限値 50 mg/kg を満たすために、付着物量として 100 mg 程度を確保することが望ましいが、油分の少ない試料では、それが困難な場合が考えられる。付着物量の定量下限値は付表 13 によれば 2 mg であるが、そのような場合は、PCB 測定用の溶液を濃縮する等して、PCB の定量下限値 50 mg/kg を確保するように努める。

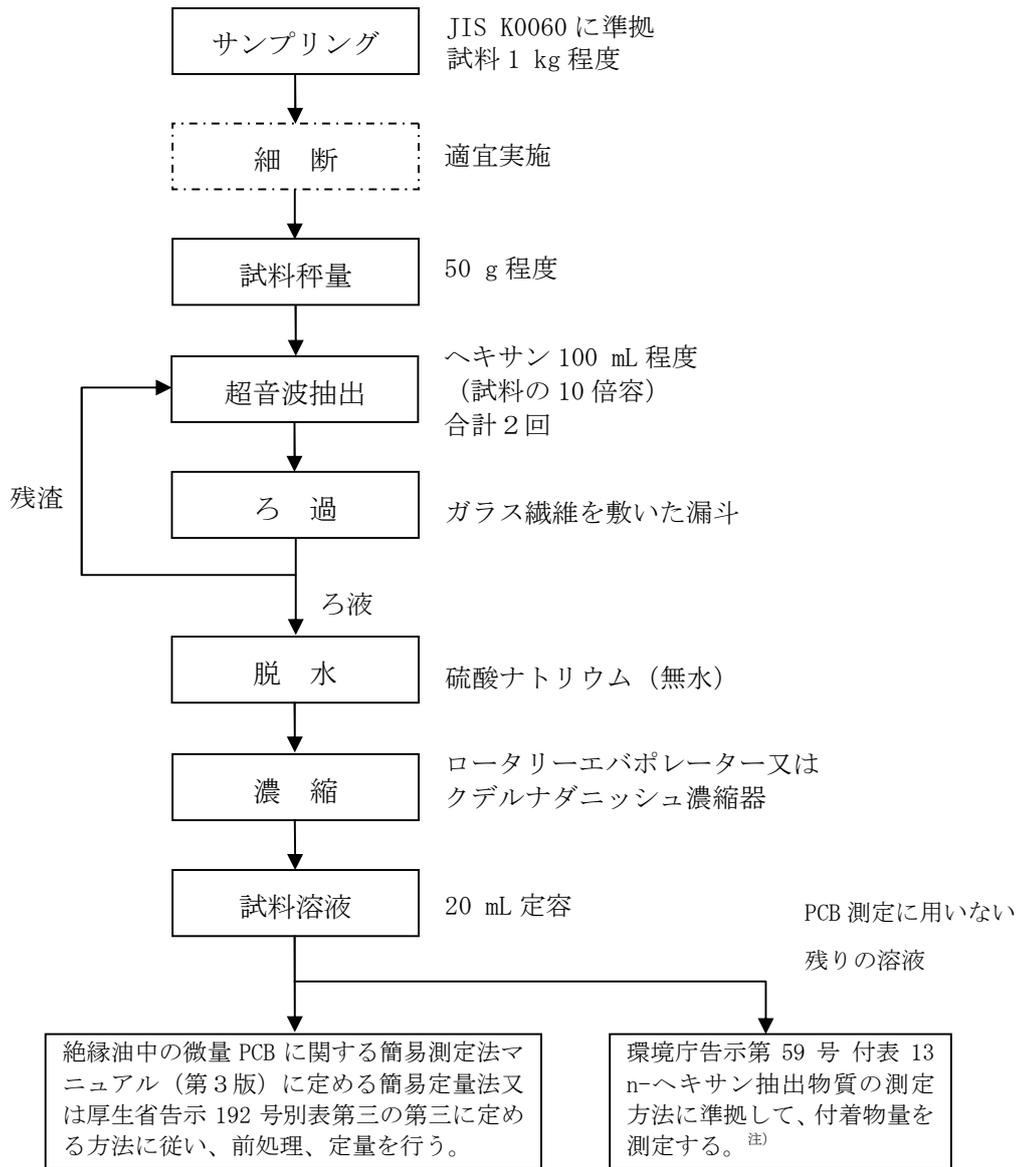
(4) 判定

(3)で求めた金属くずの付着物量当たりの PCB の付着量が 5,000 mg/kg 以下であること。
なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3)ウのⅠ又はⅡ、水質汚濁に係る環境基準について（環境庁告示第 59 号）付表 13（n-ヘキサン抽出物質の測定方法）に定めるところによる。

フローチャート：金属くず（表面抽出試験）



注：PCB 濃度が高い場合には、作業環境や周囲の汚染等、作業上の注意を要する。付着物量の測定より前に PCB 濃度を測定することが望ましい。

7. コンクリートくず（表面抽出試験）

(1) 試薬（PCBの分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ 硫酸ナトリウム（無水）
- ウ ガラス繊維

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCBの分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア 超音波洗浄器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ ビーカー
- エ 漏斗
- オ フラスコ
- カ ピペット
- キ メスフラスコ
- ク 蒸発容器

(3) 試験操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングし、1 kg 程度を採取する。
- ② 採取した試料を粗粉碎し、代表性を確保したうえで、5 mm 以下に篩ったもの 20 g 程度を秤量し、試験試料とする。

イ 抽出

- ① ビーカーにア②で得られた試験試料を入れ、更にヘキサンを試験試料の 10 倍容（100 mL 程度）加え、超音波洗浄器等を用いて 10 分～15 分抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を別のフラスコに入れる。
- ③ 漏斗に残った固形試料はビーカーに戻し、①から②の操作を、さらに 1 回行い、得られたろ液を②の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ④ ビーカーの内容物を適量のヘキサンで 3 回洗い、洗浄液をろ過して、③の操作で得られたろ液と混ぜる。
- ⑤ ガラス繊維を敷いた上に、硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて、④の操作で得られた抽出液を脱水後、濃縮器で 20 mL 以下^{注1)}に濃縮する。
- ⑥ ⑤の操作で得られた試料をメスフラスコに移し入れて 20 mL に定容^{注1)}し、試料溶液とする。

注1) 20 mL 以下への濃縮及び 20 mL への定容は、定量下限値 50 mg/kg を考慮したものである。よって、明らかに PCB 濃度が高い試料の場合の定容量は 100 mL で十分である。また、第3章にある分析法の選択によっても、100 mL で十分な場合がある。

ウ 前処理及び測定

イ⑥の操作で得られた試料溶液を十分に均一化した後、PCB 測定用に分取する。^{注2)} 分取した溶液からさらに測定に供する量を正確に分取し、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。試料溶液の残りは、エの付着物量（油分）の測定^{注3)} に供する。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第3章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第3章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第三（部材採取試験法）

測定で得られた PCB 量を、エで求める付着物量当たりの濃度（mg/kg）に換算する。

注2) 再測定ができる量を確保して分取するべきである。

注3) PCB 濃度が高い場合には、作業環境や周囲の汚染等、作業上の注意を要する。

付着物量の測定より前に PCB 濃度を測定することが望ましい。

エ 付着物量（油分）の測定

- ① ウの操作に供しない残りの溶液の量を測定し、蒸発容器に入れる。
- ② 水質汚濁に係る環境基準について（環境庁告示第 59 号）付表 13（n-ヘキサン抽出物質の測定方法）に準拠して付着物量を測定する。
- ③ 別に、ヘキサンについて全操作にわたり空試験を行い、次式によって試料の付着物量を算出する。

付着物量（mg）

$$= \{ \text{試験前後の蒸発容器の質量の差 (mg)} - \text{空試験前後の蒸発容器の質量の差 (mg)} \} \\ \times \frac{\text{試料溶液の定容量 (mL)}}{\text{付着物量測定に用いた量 (mL)}}$$

④ ③の結果から、付着物量当たりの PCB 濃度を算出する。^{注4)}

注4) PCB の定量下限値 50 mg/kg を満たすために、付着物量として 100 mg 程度を確保することが望ましいが、油分の少ない試料では、それが困難な場合が考えられる。付着物量の定量下限値は付表 13 によれば 2 mg であるが、そのような場合は、PCB 測定用の溶液を濃縮する等して、PCB の定量下限値 50 mg/kg を確保するように努める。

(4) 判定

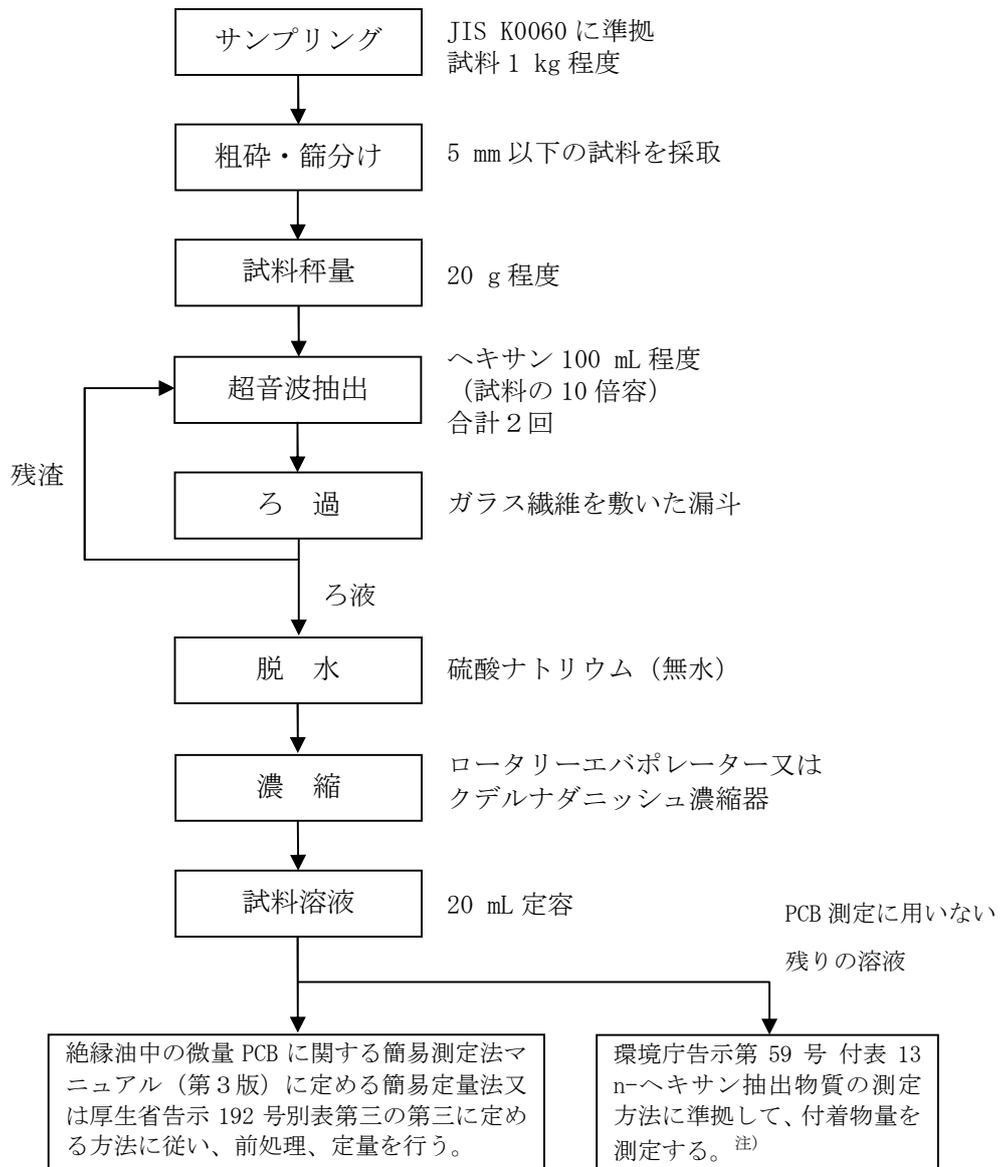
(3)で求めたコンクリートくずの付着物量当たりの PCB の付着量が 5,000 mg/kg 以下であること。

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3)ウの I 又は II、水質汚濁に係る環境基準について（環境庁告示第 59 号）付表 13（n-ヘキサン抽出物質の測定方法）に定めるところによる。

フローチャート : コンクリートくず(表面抽出試験)



注：PCB 濃度が高い場合には、作業環境や周囲の汚染等、作業上の注意を要する。付着物量の測定より前に PCB 濃度を測定することが望ましい。

8. 塗膜くず（含有量試験）

(1) 試薬（PCB の分析に妨害を生じないものに限る。）

- ア ヘキサン
- イ ジクロロメタン^{注1)}
- ウ 硫酸
- エ 硫酸ナトリウム（無水）
- オ ガラス繊維

注1) ジクロロメタン以外の溶媒として塗膜試料を溶解させる溶媒があれば適宜選択する。一例として、N-メチル-2-ピロリドン（NMP）がある。

(2) 器具及び装置（試薬とともに空試験を行い、PCB の分析に影響を及ぼす妨害成分を含まないことが確認されたものに限る。）

- ア 超音波洗浄器
- イ 濃縮器（ロータリーエバポレーター又はクデルナダニッシュ濃縮器）
- ウ ビーカー
- エ 漏斗
- オ フラスコ
- カ 分液漏斗
- キ メスフラスコ
- ク 蒸発容器

(3) 試料操作

ア 試料の採取

- ① 試料を JIS K0060 に準じてサンプリングを行い、代表性を確保したうえで 100 g 程度を採取する。
- ② 採取した試料のうち、汚泥状のものについては小石等の異物を除去しよく混合したもの、汚泥状以外のものについては粉碎又は細断し、代表性を確保したうえで 5 mm 以下としたもの、2～5 g 程度を秤量し、試験試料とする。

イ 抽出

- ① フラスコにア②で得られた試験試料を入れ、さらに試料量の 10 倍容程度（20～50 mL 程度）のジクロロメタンを加え、超音波洗浄器等を用いて 15 分程度抽出する。
- ② ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液をビーカーに入れる。^{注2)}
- ③ 漏斗に残った固形試料はフラスコに戻し、①②の操作を行い、2 回目の抽出を行う。
- ④ ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液は②の操作で得られたろ液と合わせる。
- ⑤ フラスコ内容物を適量のジクロロメタンで 3 回洗い、洗浄液もろ過して、先のろ液

に合わせる。

- ⑥ ろ液はガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて脱水する。
- ⑦ 漏斗に残った固形試料は別のフラスコに入れ、ヘキサン 20 mL を添加し、試料を分散した状態で、硫酸 20 mL を加えて溶解させる。
- ⑧ 分液漏斗に移し、5 分間振とうする。
- ⑨ ヘキサン層を分離し、別のフラスコに入れる。
- ⑩ ヘキサン 20 mL を元の分液漏斗に加え、2 回目の抽出を行う。
- ⑪ 2 回目のヘキサン層を⑨のヘキサン溶液に合わせる。
- ⑫ ヘキサン溶液は少量の水で洗浄し、ヘキサン層を分離する。
- ⑬ ヘキサン層はガラス繊維を敷いた上に硫酸ナトリウム（無水）を充填した漏斗を用いて脱水する。
- ⑭ ⑥のろ液と合わせて濃縮器で濃縮し、ヘキサンの 100 mL に定容したものを試料溶液とする。

注 2) 試料の比重が小さく、ジクロロメタンに浮いてしまう場合には、ステンレス製メッシュ等を押さえ蓋として用い、試料がジクロロメタンに浸るようにして超音波抽出を行う。若しくは超音波抽出を振とう抽出に変更する。

ウ 前処理及び測定

イ⑭の操作で得られた試料溶液について、以下の I 又は II に記載された方法によって、前処理及び測定を行う。具体的な操作方法については、各方法に定めるところによる。

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための手順書を第 3 章に示す。

なお、試料中の PCB 濃度が高い場合には、希釈のみでも測定可能である。その場合の手順等を第 3 章の各測定法中に「精製が不要な場合」として示す。

I 「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）」（平成 23 年 5 月環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）2 絶縁油中の PCB 簡易定量法

II 「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」（平成 4 年厚生省告示第 192 号）別表第三の第三（部材採取試験法）

(4) 判定

(3) で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。

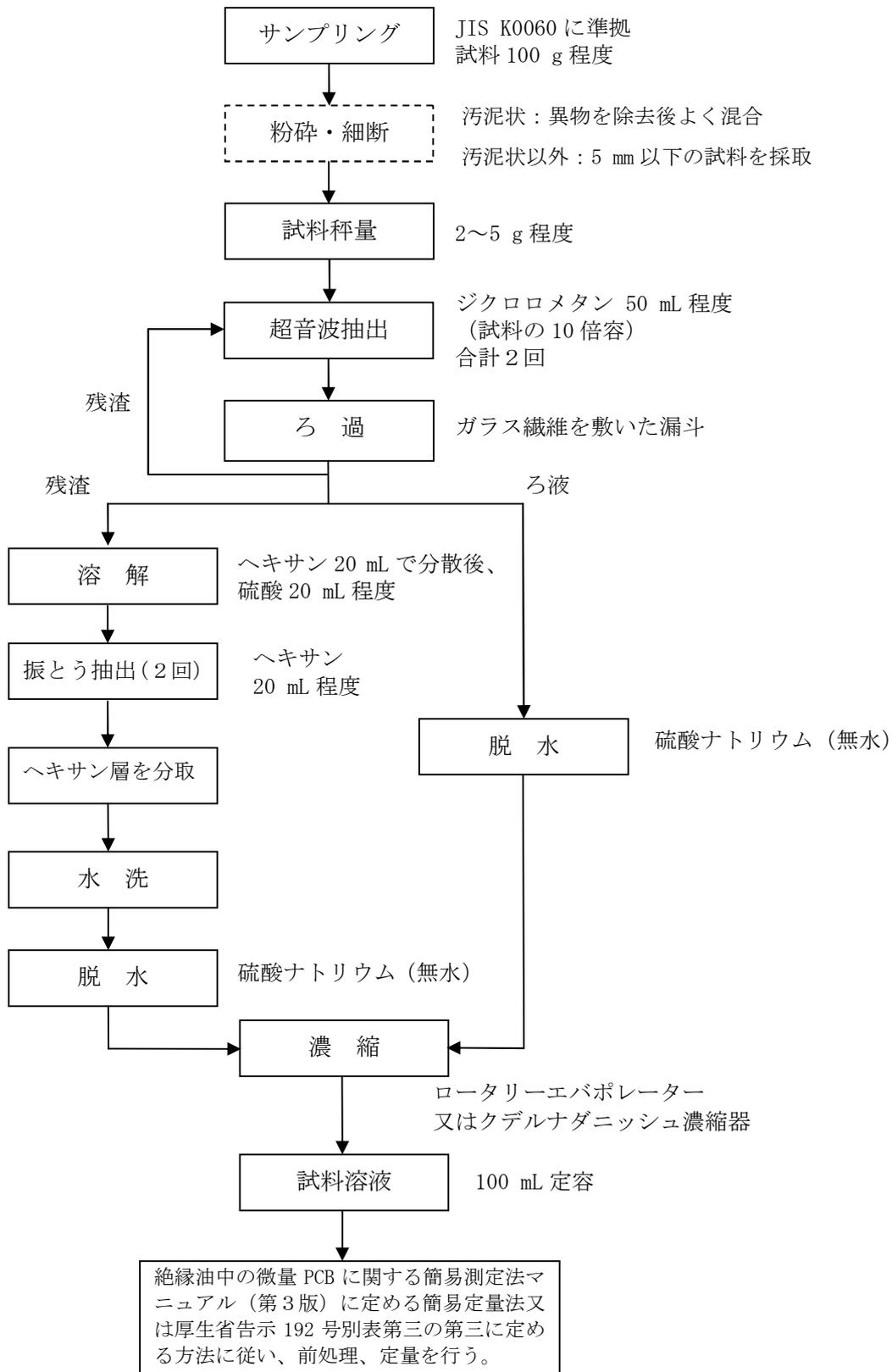
なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

備考

この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めが

ないものについては、(3)ウのⅠ又はⅡに定めるところによる。

フローチャート：塗膜くず（含有量試験）



第3章 絶縁油中の微量 PCB の簡易測定法マニュアル（第3版）に 記載の分析方法を適用するための手順書

対象簡易測定法

- 2.1.1 高濃度硫酸処理/シリカゲルカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法
- 2.1.2 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ電子捕獲型検出器（GC/ECD）法
- 2.1.3 硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法
- 2.1.4 ゲルパーミエーションクロマトグラフ/多層シリカゲルカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器（GC/ECD）法
- 2.2.1 溶媒希釈/ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析（GC/HRMS）法
- 2.3.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ/トリプルステージ型ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS/MS）法
- 2.4.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ/四重極型質量分析計（GC/QMS）法
- 2.5.1 スルホキシドカートリッジ/負イオン化学イオン化質量分析計（GC/NICI-MS）法
- 2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イムノセンサー法

1. 「2.1.1 高濃度硫酸処理/シリカゲルカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD) 法」への接続手順

1.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.1.1 (以下、マニュアル 2.1.1) における(3)に準じる。ここでは、PCB 標準溶液及びクリーンアップスパイク溶液、シリジンスパイク溶液は、ヘキサンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 100 倍希釈する。その希釈溶液から 1 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

100 mL に定容した試料溶液から 1 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.1 (5)に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.1 (5)に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2 (\%) }{\sum \text{CB}_0 (\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 100 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2 (\%) }{\sum \text{CB}_0 (\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \\ &\times \frac{\Sigma \text{CB}_2 (\%)}{\Sigma \text{CB}_0 (\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000 \end{aligned}$$

留意事項

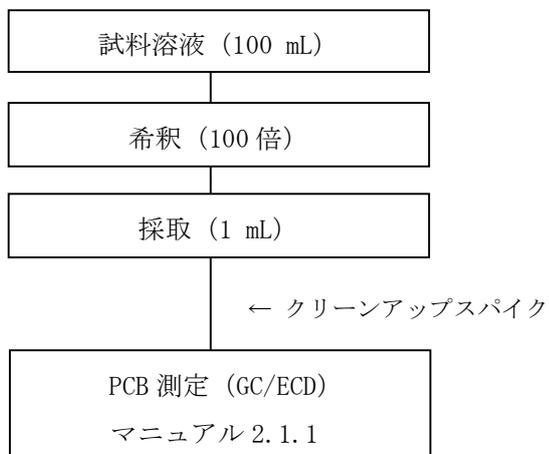
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 1 mL に、2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

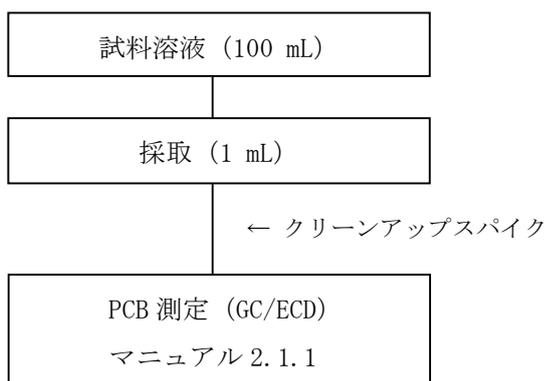
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

1.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.1.1 (以下、マニュアル 2.1.1) における(3)に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 100 倍希釈する。その希釈溶液から 1 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

100 mL に定容した抽出液から 1 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 前処理 マニュアル 2.1.1 (4)に準じる。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.1 (5)に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.1 (5)に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 100 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \\ \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

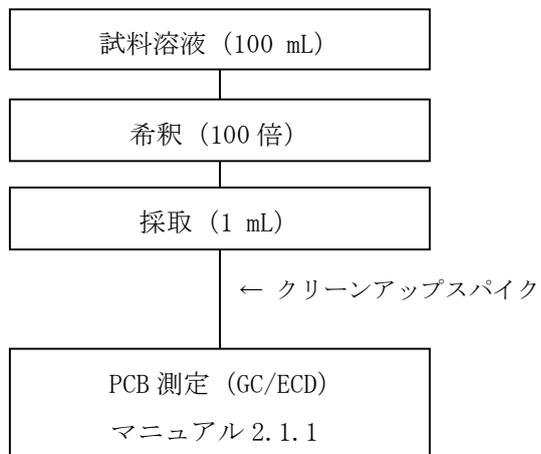
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%) }{\Sigma\text{CB}_0(\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{付着物量 (mg)} } \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{試料溶液の分取液量 (mL)} } \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

2. 「2.1.2 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ電子捕獲型検出器 (GC/ECD) 法」への接続手順

2.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.1.2 (以下、マニュアル 2.1.2) における(3)に準じるが、ここでは、トルエン及びイソオクタン、多層シリカゲルカラム、アルミナカラム、試験管、多層シリカゲルカラム加熱用ヒーター、アルミナカラム加熱用ヒーターは不要である。なお、PCB 標準溶液及びクリーンアップスパイク溶液、シリンジスパイク溶液は、ヘキサンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.5 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.5 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.2 (5)1)a 及び b i に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.2 (5)2)a に準じる。なお、測定溶液を希釈して再測定する場合は、ヘキサンを用いて希釈する。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2 (\%) }{\sum \text{CB}_0 (\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{試料量 (g)} } \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)} } \times 20 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2(\%)}{\sum \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2(\%)}{\sum \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000$$

留意事項

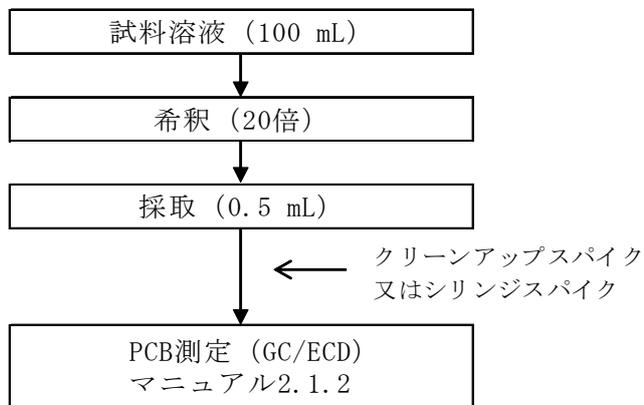
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 0.5 mL に、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

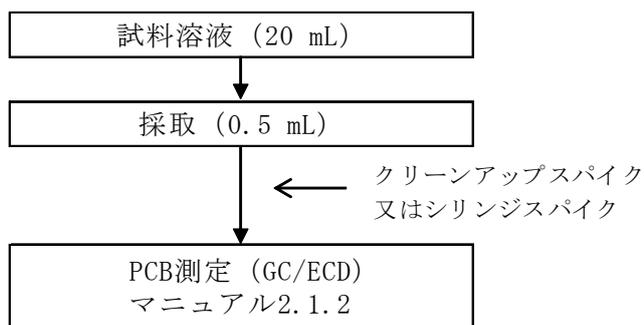
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

2.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.1.2 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。
その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.2 mL を正確に分取し、試験管に移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 前処理 マニュアル 2.1.2 (4)2) に準じる。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.2 (5)1) に準じる。

② 試料の測定及び定性（ピーク同定）方法 マニュアル 2.1.2 (5)2) に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\sum \text{CB}_2(\%) }{\sum \text{CB}_0(\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{試料量 (g)}} \\ & \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\sum \text{CB}_2(\%) }{\sum \text{CB}_0(\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \\ & \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

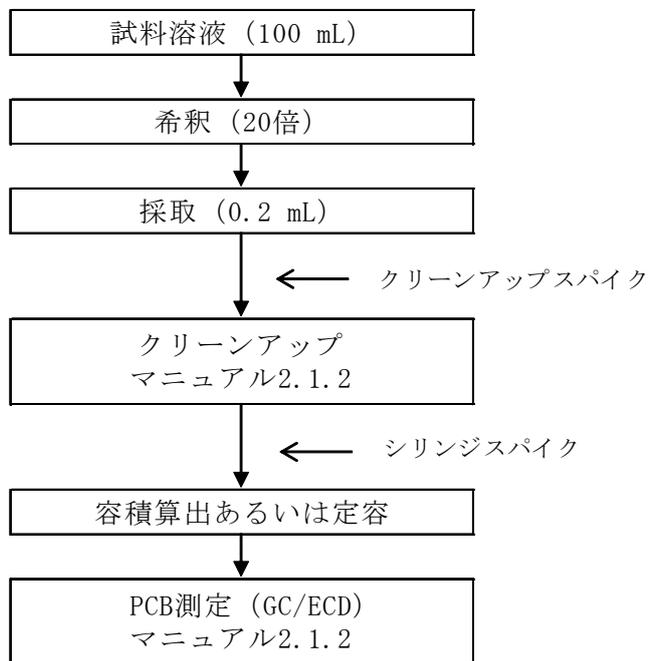
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

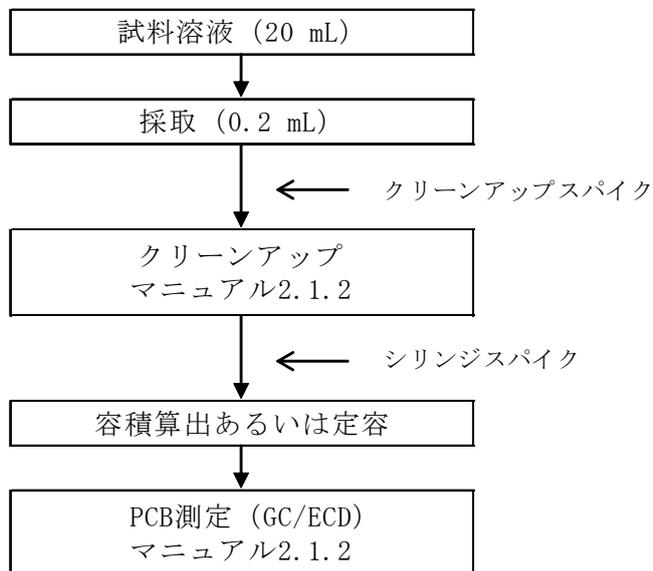
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii) に同じ。

3. 「2.1.3 硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD) 法」への接続手順

3.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.1.3 (以下、マニュアル 2.1.3) における(3)に準じるが、ここでは、マニュアル 2.1.3 (4)前処理 1)固相抽出カラムの前処理、マニュアル 2.1.3 (4)前処理 2)試料の前処理は不要である。なお、PCB 標準溶液はヘキサン、クリーンアップスパイク溶液及びシリンジスパイク溶液はイソオクタンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 100 倍希釈する。その希釈溶液から 1 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、500 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μ L (10 ng) を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

100 mL に定容した試料溶液から 1 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、500 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μ L (10 ng) を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.3 (5)1)に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.3 (5)2)に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2 (\%)}{\sum \text{CB}_0 (\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 100 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{ g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{ g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000 \end{aligned}$$

留意事項

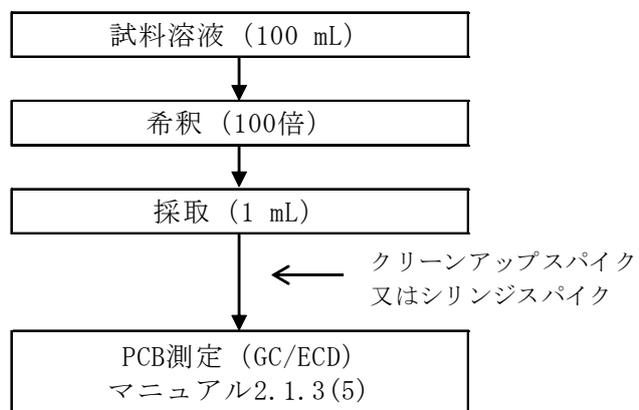
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認等が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適切かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 1 mL に、500 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

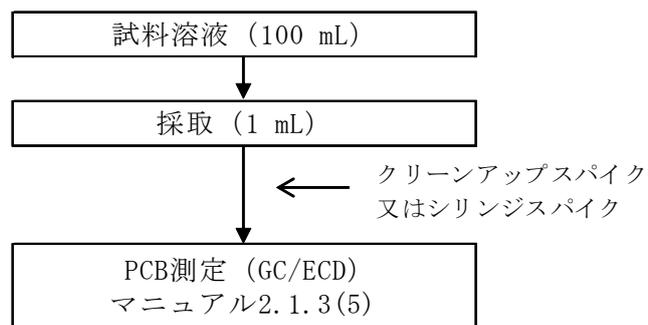
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

3.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.1.3 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 100 倍希釈する。その希釈溶液から 1 mL を抜き取り、試験管に移し入れ、500 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L (10 ng) を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

100 mL に定容した試料溶液から 1 mL を抜き取り、試験管に移し入れ、500 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L (10 ng) を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 前処理

マニュアル 2.1.3 (4) 1) に従い事前に固相抽出カラムの前処理を行う。2. (2) アの操作で調製し、試料はマニュアル 2.1.3 (4) 2) に従い試料の前処理を行う。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.3 (5) 1) に準じる。

② 試料の測定及び定性（ピーク同定）方法 マニュアル 2.1.3 (5) 2) に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \\ & \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 100 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \\ & \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

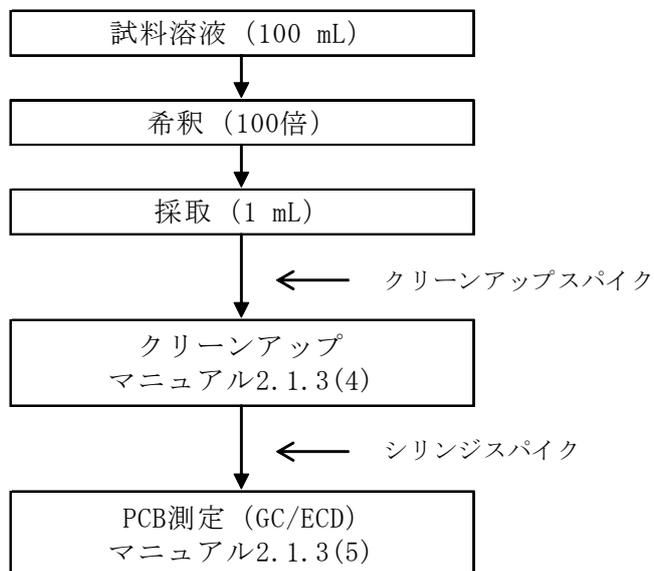
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

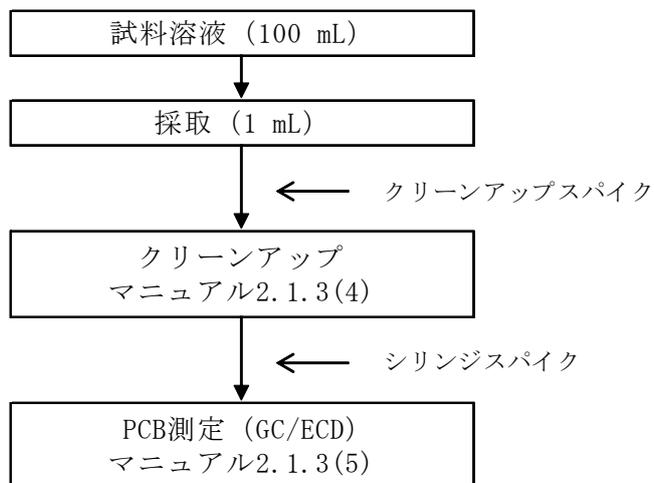
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

4. 「2.1.4 ゲルパーミエーションクロマトグラフ/多層シリカゲルカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD) 法」への接続手順

4.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

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）の簡易定量法（環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課 平成23年5月）（以下、マニュアル）「2.1.4 ゲルパーミエーションクロマトグラフ/多層シリカゲルカラム/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD) 法」（以下、2.1.4）における(3)に準じるが、ここでは、アセトン、シクロヘキサン、ノナン、多層シリカゲルカラム、シリカゲル、10%硝酸銀シリカゲル、硫酸、硫酸ナトリウム（無水）は、不要である。なお、PCB標準溶液及びクリーンアップスパイク溶液、シリンジスパイク溶液は、ヘキサンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に20倍希釈する。その希釈溶液から0.5 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から0.5 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル2.1.4 (5)に準じる。

② 試料の測定及び定性（ピーク同定）方法 マニュアル2.1.4 (5)2)aに準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料のPCB濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ &\times \frac{\sum \text{CB}_2(\%)}{\sum \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma \text{CB}_2(\%)}{\Sigma \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma \text{CB}_2(\%)}{\Sigma \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000 \end{aligned}$$

留意事項

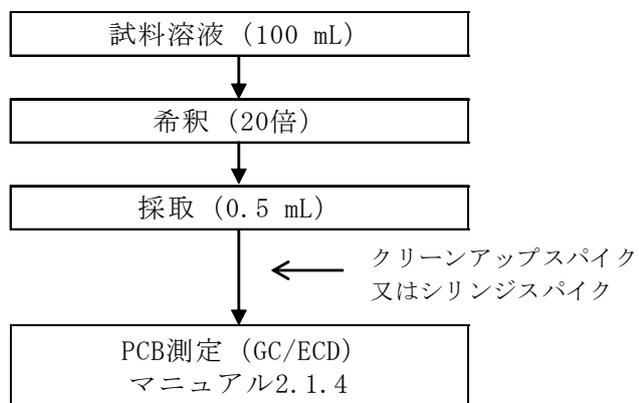
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 0.5 mL に、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液、又はシリンジスパイク溶液のいずれか 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

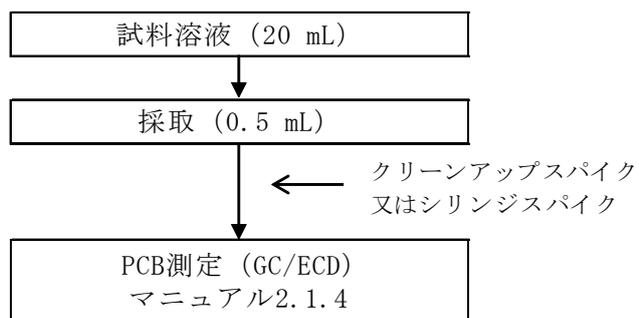
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

4.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.1.4 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液から一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 4 mL を正確に分取し、濃縮操作を実施後、全量フラスコ (2 mL) に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加してヘキサンで定容する。

② 表面ふき取り試験

20 mL に定容した試料溶液から一部 (通常 4 mL) を正確に分取し、濃縮操作を実施後、全量フラスコ (2 mL) に移し入れ、クリーンアップスパイク溶液 40 ng (2000 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L) を添加してヘキサンで定容する。

③ 表面抽出試験の場合

② に同じ。

イ 前処理 マニュアル 2.1.4 (4) に準じる。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.1.4 (5) に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.4 (5)2a に準じる。なお、測定溶液を希釈して再測定する場合は、ヘキサンを用いて希釈する。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \\ & \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \\ \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

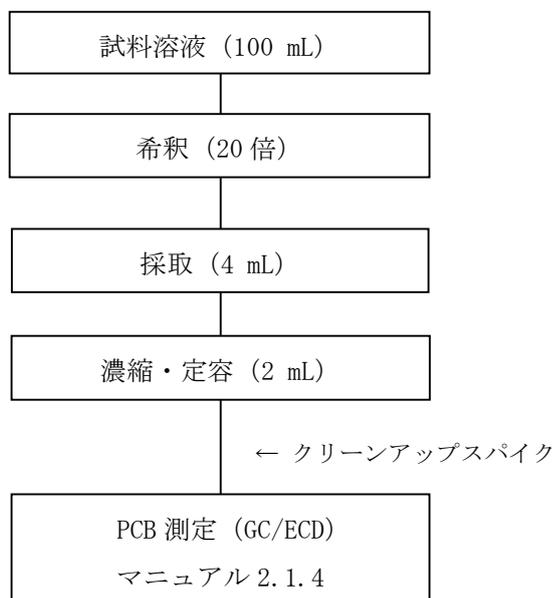
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

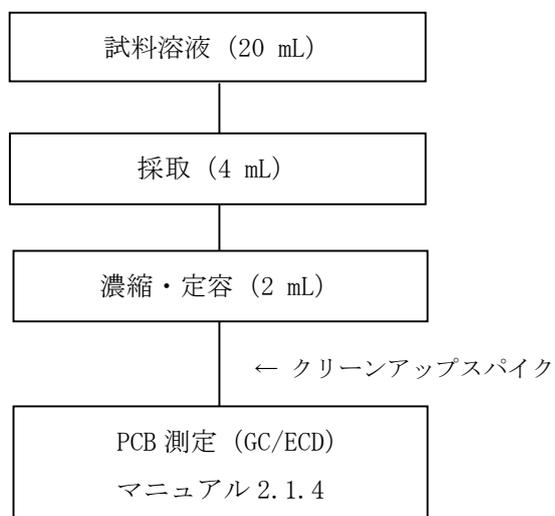
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

5. 「2.2.1 溶媒希釈/ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析 (GC/HRMS) 法」への接続手順

溶媒希釈法では希釈操作のみで精製が不要であるが、試料によっては、妨害物質の影響で測定が困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については留意事項を参照すること。

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.2.1 (以下、マニュアル 2.2.1) における(3)に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 50 倍希釈する。その希釈溶液から 1 mL を正確に分取し、マニュアル 2.2.1 (4)1)b に従い、ヘキサン (又はトルエン) で 20 mL に定容する。

② 表面拭き取り試験の場合

100 mL に定容した試料溶液から 1 mL を正確に分取し、マニュアル 2.2.1 (4)1)b に従い、ヘキサン (又はトルエン) で 20 mL に定容する。

③ 表面抽出試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 1 mL を正確に分取し、マニュアル 2.2.1 (4)1)b に従い、ヘキサン (又はトルエン) で 20 mL に定容する。

イ 前処理

マニュアル 2.2.1 (4)1)d に従い、内標準物質を 0.25 ng (一部異性体は 0.5 ng) 相当程度を添加したバイアル瓶に、アで作製した希釈溶液から 20 μ L を正確に分取する。これに溶媒を添加し最終液量を 200 μ L として測定溶液とする。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.2.1 (5)に準じる。

② 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

当該塩素化合物の濃度 (mg/kg) =

$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{測定溶液に添加した内標準物質の量} (\mu\text{g})}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \times \frac{1}{\text{試料量} (\text{g})} \times \frac{\text{試料溶液量} (\text{mL})}{\text{希釈溶液の分取液量} (\text{mL})} \times 50 (\text{希釈倍率}) \times 20 (\text{希釈倍率})$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} & \text{当該塩素化合物の濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \\ & \frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{測定溶液に添加した内標準物質の量 } (\mu\text{g)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ & \times \frac{1}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

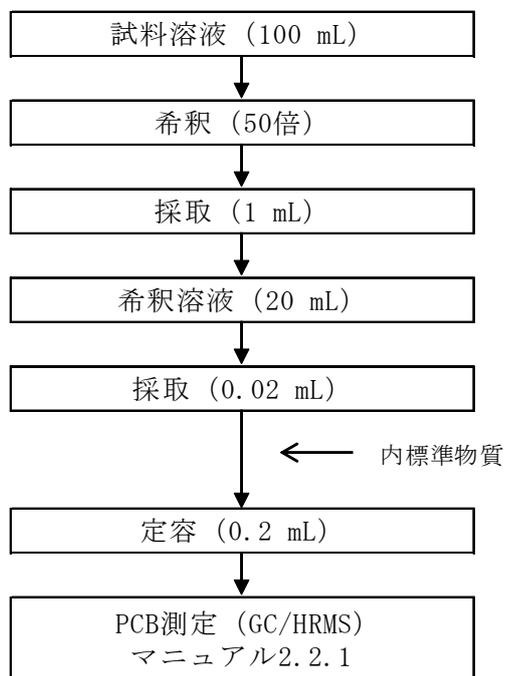
$$\begin{aligned} & \text{当該塩素化合物の濃度 (mg/kg)} = \\ & \frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{測定溶液に添加した内標準物質の量 } (\mu\text{g)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ & \times \frac{1}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \times 1000 \end{aligned}$$

留意事項

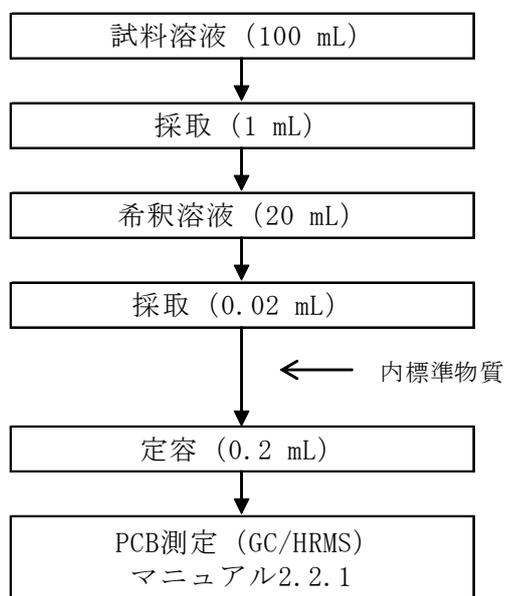
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

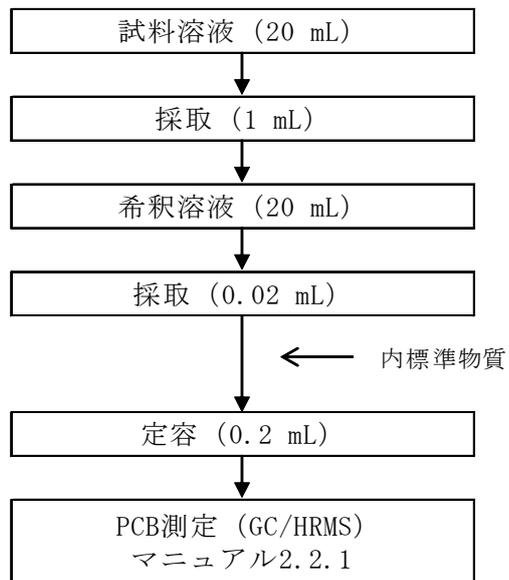
i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合



6. 「2.3.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ/トリプルステージ型ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS/MS) 法」への接続手順

6.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.3.1 (以下、マニュアル 2.3.1) における(3)に準じるが、ここでは、多層シリカゲルカラム及びアルミナカラム、シリンジスパイク溶液、試験管、多層シリカゲルカラム加熱用ヒーター、アルミナカラム加熱用ヒーターは不要である。なお、PCB 標準溶液及びクリーンアップスパイク溶液、検量線用 PCB 標準溶液は、ヘキサンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.3.1 (5)1)に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.3.1 (5)2)a、b、c、d に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

当該塩素化合物の濃度 (ng/g) =

$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{試料に添加した内標準物質の量 (ng)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \times \frac{1}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

当該塩素化合物の濃度 (ng/100 cm²) =

$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{試料に添加した内標準物質の量 (ng)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ \times \frac{1}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}}$$

iii) 表面抽出試験の場合

当該塩素化合物の濃度 (ng/g) =

$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{試料に添加した内標準物質の量 (ng)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ \times \frac{1}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000$$

留意事項

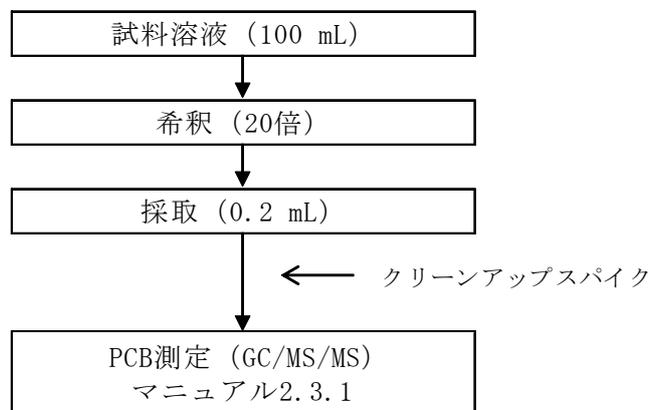
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 0.2 mL に、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

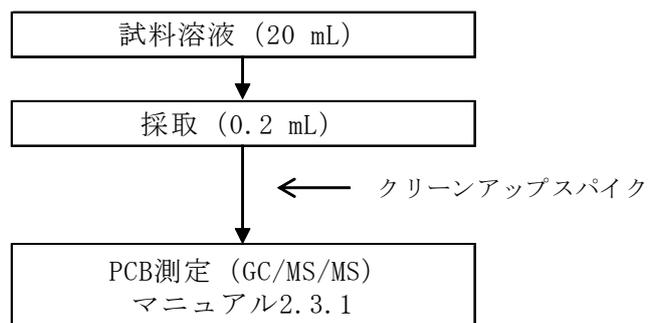
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

6.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.3.1 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

② に同じ。

イ 前処理 マニュアル 2.3.1 (4) に準じる。

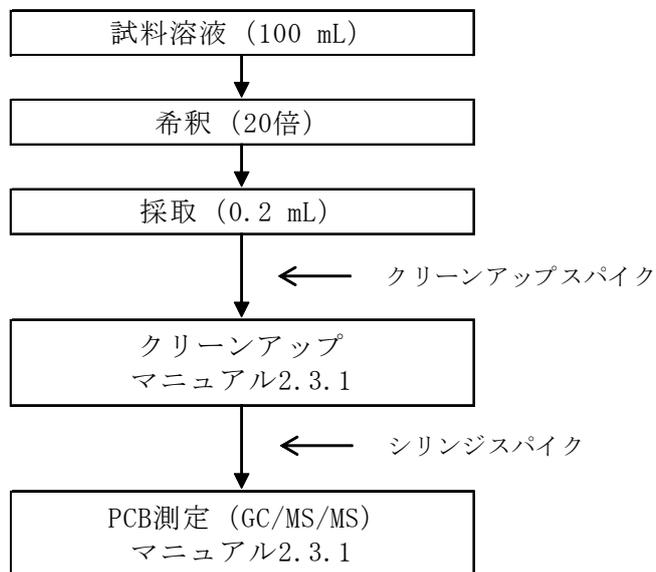
ウ 測定 1. (2)イに同じ。回収率の確認は、マニュアル 2.3.1 (5)2)g に準じる。

留意事項

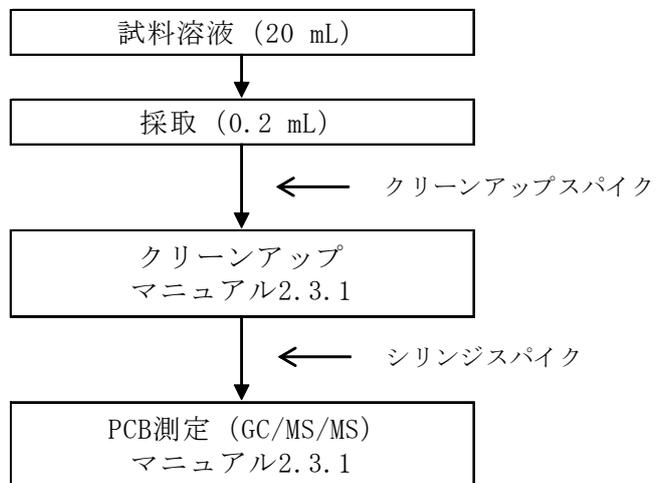
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

7. 「2.4.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/ガスクロマトグラフ/四重極型質量分析計 (GC/QMS) 法」への接続手順

7.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.4.1 (以下、マニュアル 2.4.1) における(3)に準じるが、ここでは、多層シリカゲルカラム及びアルミナカラム、シリンジスパイク溶液、試験管、多層シリカゲルカラム加熱用ヒーター、アルミナカラム加熱用ヒーターは不要である。なお、PCB 標準溶液及びクリーンアップスパイク溶液、検量線用 PCB 標準溶液は、ヘキサンで調製しておく。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.4.1 (5)1)に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.4.1 (5)2)に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

PCB濃度 (mg/kg) = PCB検出量の総和 (μ g)

$$\times \frac{1}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \text{PCB検出量の総和 (}\mu\text{g)} \\ \times \frac{1}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB検出量の総和 (}\mu\text{g)} \\ \times \frac{1}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000$$

留意事項

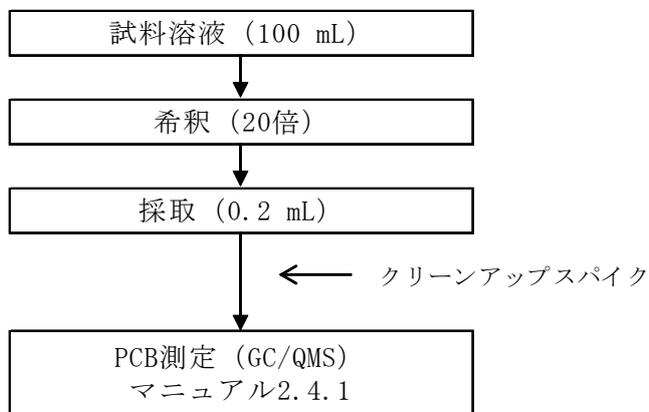
- ・ 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- ・ 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- ・ 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 0.2 mL に、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

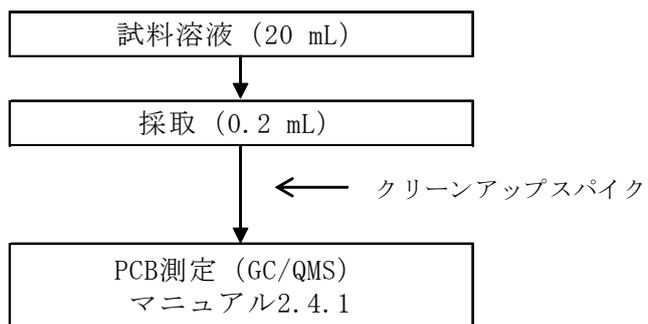
- ・ 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

7.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.4.1 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.2 mL を正確に分取し、ガラスバイアルに移し入れ、100 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 20 μ L を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

② に同じ。

イ 前処理 マニュアル 2.4.1 (4)2) に準じる。

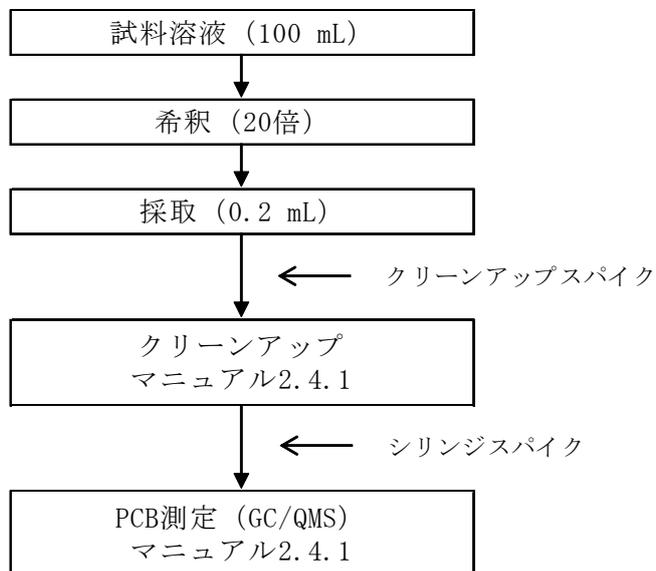
ウ 測定 1. (2)イに同じ。回収率の確認は、マニュアル 2.4.1 (5)3)b に準じる。

留意事項

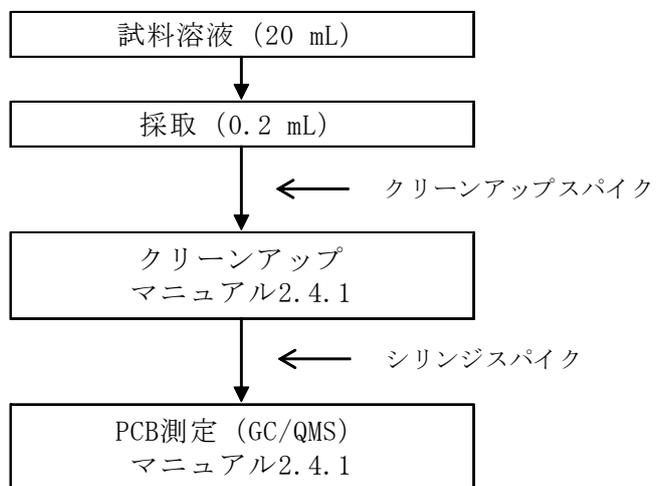
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

8. 「2.5.1 スルホキシドカートリッジ/負イオン化学イオン化質量分析計 (GC/NICI-MS) 法」への接続手順

8.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.5.1 (以下、マニュアル 2.5.1) における(3)に準じるが、ここでは、シリンジスパイク溶液は不要である。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで正確に 10 倍希釈する。その希釈溶液から 0.3 mL を正確に分取し、20 mL 容全量フラスコに移し入れ、0.2 mg/L クリーンアップスパイク混合標準溶液を 100 μ L 添加し、ヘキサンで定容し測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.3 mL を正確に分取し、20 mL 容全量フラスコに移し入れ、0.2 mg/L クリーンアップスパイク混合標準溶液を 100 μ L 添加し、ヘキサンで定容し測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

③ 表面抽出試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.6 mL を正確に分取し、20 mL 容全量フラスコに移し入れ、0.2 mg/L クリーンアップスパイク混合標準溶液を 100 μ L 添加し、ヘキサンで定容し測定溶液とする。測定まで、測定溶液が揮発しないように注意する。

イ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.5.1 (5)2) に準じる。

② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.5.1 (5)3) 及び 4) に準じる。なお、測定は質量分析計の感度の直線性が得られる PCB 濃度範囲で行うこと。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ \times \frac{\sum \text{CB}_2 (\%)}{\sum \text{CB}_0 (\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 10 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma \text{CB}_2(\%)}{\Sigma \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} &= \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \\ &\times \frac{\Sigma \text{CB}_2(\%)}{\Sigma \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000 \end{aligned}$$

留意事項

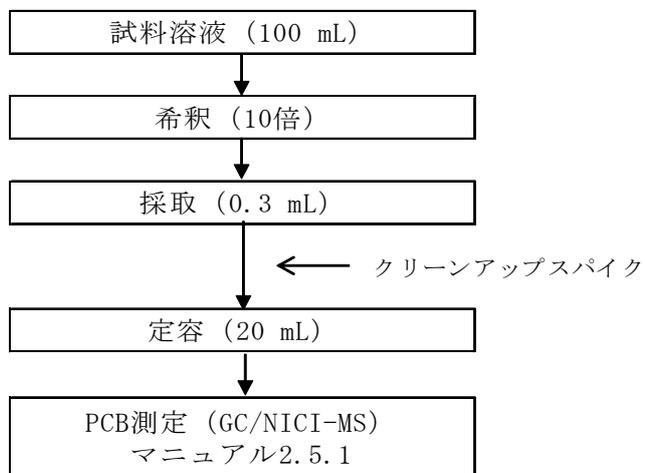
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認等が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略することが適当かどうかの判定基準の一つとして用いることができる。ここで、As は、試料の測定溶液における内標準物質の応答値を、Ais は、内標準物質標準溶液における内標準物質の応答値を示す。なお、内標準物質標準溶液とは、ヘキサン 1 mL に、0.02 mg/L のクリーンアップスパイク混合溶液 5 μL を添加したものである。

$$\text{内標準物質の回収率 (\%)} = \frac{A_s}{A_{is}} \times 100$$

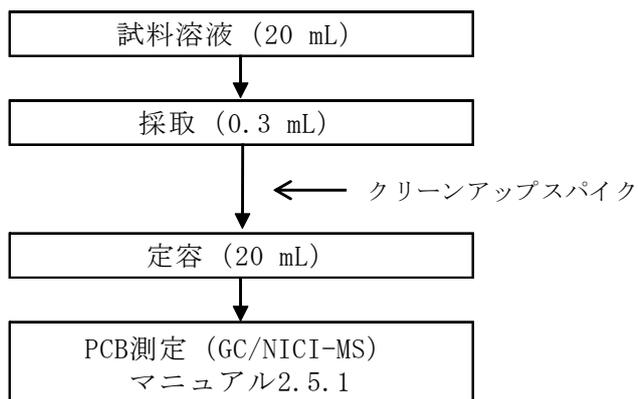
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

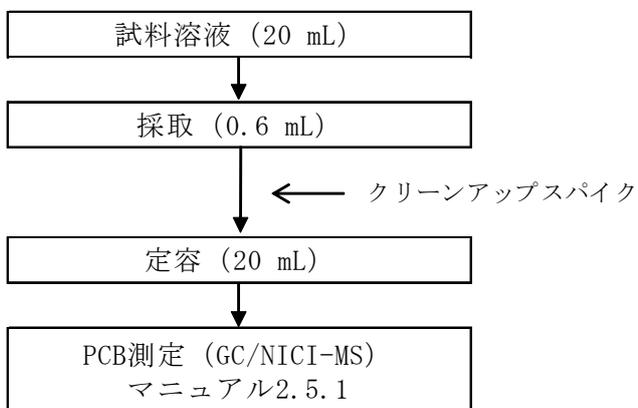
i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合



8.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.5.1 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を分取し、ヘキサンで正確に 10 倍希釈する。その希釈溶液から 0.3 mL を正確に分取し、10 mL 共栓付き試験管に移し入れ、0.2 mg/L のクリーンアップスパイク混合標準液 100 μ L を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.3 mL を正確に分取し、10 mL 共栓付き試験管に移し入れ、0.2 mg/L のクリーンアップスパイク混合標準液 100 μ L を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

20 mL に定容した試料溶液から 0.6 mL を正確に分取し 10 mL 共栓付き試験管に移し入れ、0.2 mg/L のクリーンアップスパイク混合標準液 100 μ L を添加して混合する。

イ 前処理 マニュアル 2.5.1 (4) に準じる。

ウ 測定

① 測定条件 マニュアル 2.5.1 (5)2) に準じる。

② 試料の測定及び定性（ピーク同定）方法 マニュアル 2.5.1 (5)3) 及び 4) に準じる。

③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \\ & \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 10 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = & \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \\ & \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{1000} \end{aligned}$$

iii) 表面抽出試験の場合

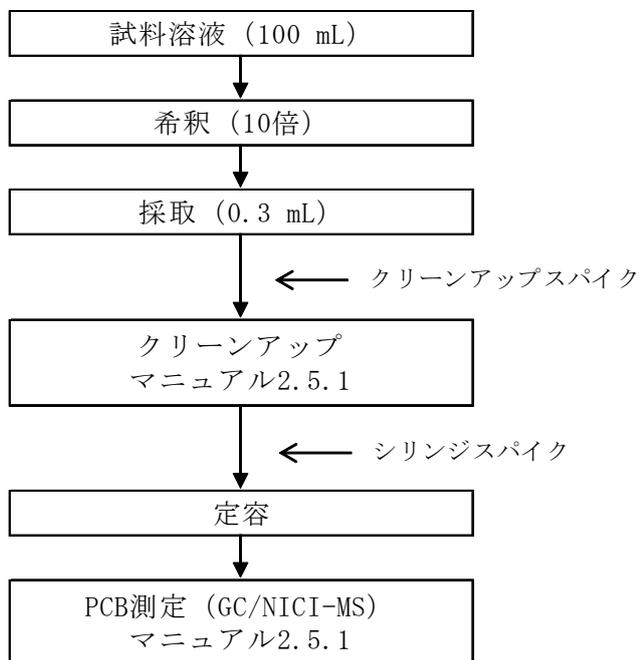
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

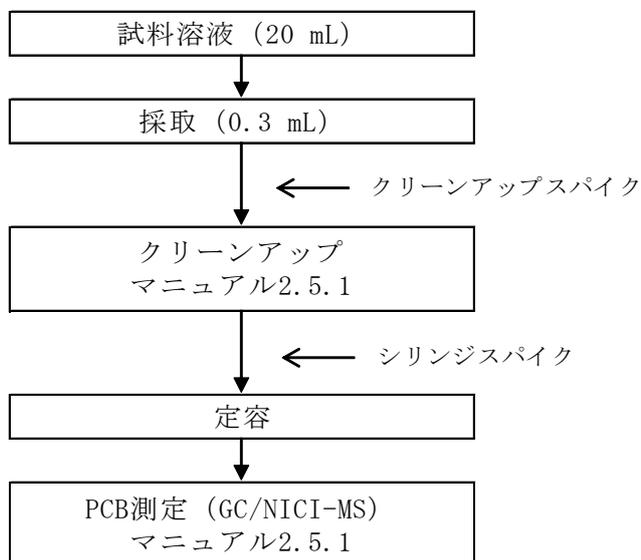
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

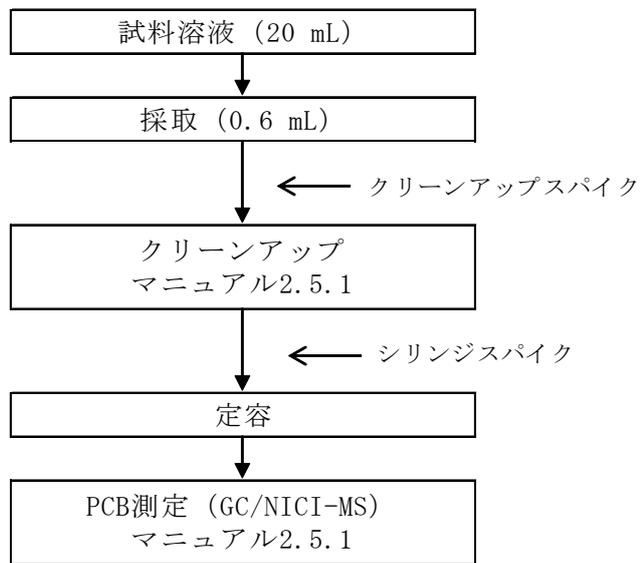
i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合



9. 「2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イムノセンサー法」への 接続手順

9.1 精製が不要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 2.7.1 (3) に準じるが、ここでは、2.7.1 (4) に使用する試薬、機器及び装置は不要である。クリーンアップスパイク溶液は、ジメチルスルホキシド(DMSO)により調製しておく(クリーンアップスパイク DMSO 溶液)。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

ヘキサンにより 100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、DMSO で正確に 300 倍希釈する。その希釈溶液から 0.4 mL を正確に分取し、50 ng/mL クリーンアップスパイク DMSO 溶液を 100 μ L 添加し、試料溶液とする。

② 表面拭き取り試験の場合

ヘキサンにより 20 mL に定容した試料溶液を濃縮し、1 mL に定容後、0.2 mL を正確に分取し、DMSO で 60 mL に定容する (300 倍希釈)。その希釈溶液から 0.4 mL を正確に分取し、50 ng/mL クリーンアップスパイク DMSO 溶液を 100 μ L 添加し、試料溶液とする。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

イ 測定

① 測定試料の調製 マニュアル 2.7.1 (4)3)、4)、6)、8)及び9) に準じる。

② 測定条件 マニュアル 2.7.1 (5)1) に準じる。

③ PCB 濃度の算出 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度 (mg/kg) を求める。

i) 含有量試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^*}{\text{換算係数}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times 300 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^{\ast}}{\text{換算係数}} \\ \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 300 \text{ (希釈倍率)} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^{\ast}}{\text{換算係数}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times 300 \text{ (希釈倍率)} \times 1000$$

※測定系の希釈率：抗体溶液やバッファー溶液による試料溶液の希釈率

留意事項

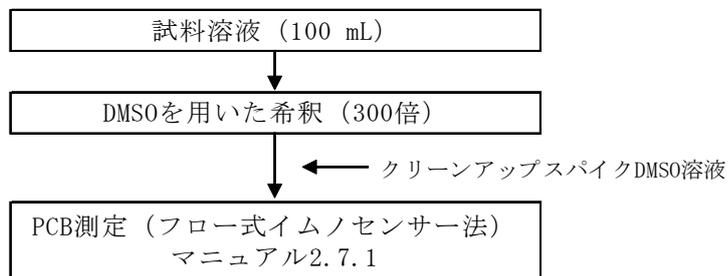
- 本法の下限値は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）を目標とする。表面拭き取り試験と表面抽出試験において、試料中の PCB 濃度が高いと想定される場合にはヘキサンにより 20 mL に定容した試料溶液の濃縮操作を省略する。
- 精製要否の判断には、試料の定量値の変動係数 (C.V. (%)) や、試料測定後の校正溶液の分析値等の確認が有効である。具体的には、精度管理の章を参考として総合的に判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、「精製が必要な場合」の方法で再分析する。
- クリーンアップスパイク DMSO の回収率は、次にあげる式によって求める。

$$\text{クリーンアップスパイク回収率 (\%)} = \frac{\text{標準物質相当濃度 (ng/mL)} \times \text{測定系の希釈率}}{\text{試料溶液中のクリーンアップスパイクDMSO濃度 (ng/mL)}} \times 100$$

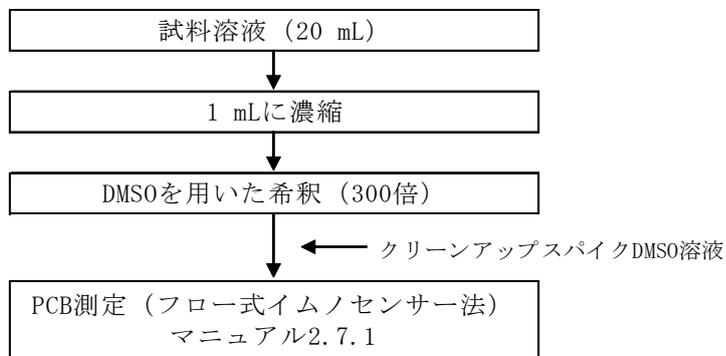
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。

9.2 精製が必要な場合

(1) 試薬、器具及び装置

マニュアル 2.7.1 (3) に準じる。

(2) 試験操作

ア 試料の調製

① 含有量試験の場合

100 mL に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキサンで 20 倍希釈する。その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、試験管等に移し入れ、50 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 160 μ L を添加して混合する。

② 表面拭き取り試験の場合

1. 精製が不要な場合(2)ア②の操作で 1 mL に定容した溶液から、0.2 mL を正確に分取し、4 mL に定容する。^{注1)} その希釈溶液から 0.2 mL を正確に分取し、試験管等に移し入れ、50 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 160 μ L を添加して混合する。

③ 表面抽出試験の場合

②に同じ。

注1) 1. 精製が不要な場合(2)ア②で濃縮操作を省略した場合は、20 mL に定容した試料溶液をそのまま用いる。

イ 前処理 マニュアル 2.7.1 (4)2) に準じる。

ウ 測定

① 測定試料の調製 マニュアル 2.7.1 (4) 3)、4)、6)、8)及び9)に準じる。

② 測定条件 マニュアル 2.7.1 (5)1)に準じる。

③ PCB 濃度の算出 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度 (mg/kg) を求める。

得られた蛍光強度と検量線 (応答曲線) から測定試料中の KC-mix 相当濃度が求められ、測定結果より、PCB 濃度が下式を用いて算出される。

i) 含有量試験の場合

$$\begin{aligned} \text{PCB濃度 (mg/kg)} = & \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^{\ast}}{\text{換算係数}} \\ & \times \frac{\text{調製液量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 20 \text{ (希釈倍率)} \end{aligned}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/100 cm}^2\text{)} = \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^{\ast}}{\text{換算係数}} \\ \times \frac{\text{調製液量 (mL)}}{\text{拭き取り面積 (cm}^2\text{)}} \times 100 \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{1}{1000}$$

iii) 表面抽出試験の場合

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \frac{\text{KC-mix相当濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \text{測定系の希釈率}^{\ast}}{\text{換算係数}} \\ \times \frac{\text{調製液量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times 1000$$

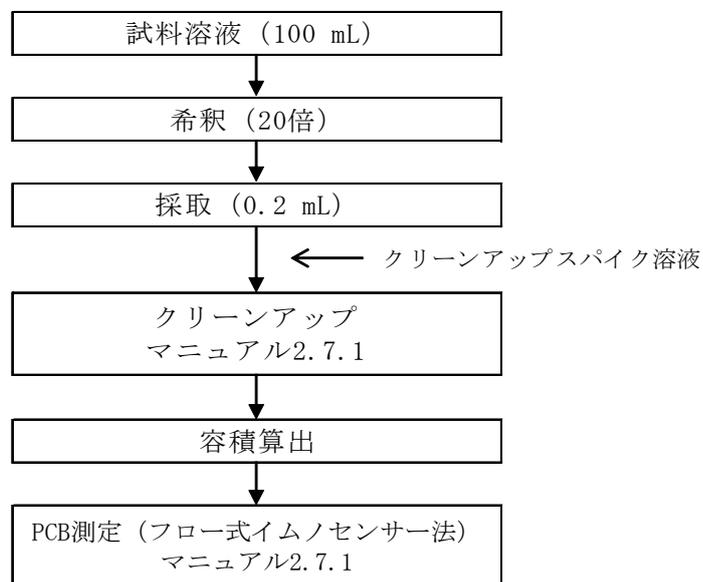
※測定系の希釈率：抗体溶液やバッファー溶液による試料溶液の希釈率

留意事項

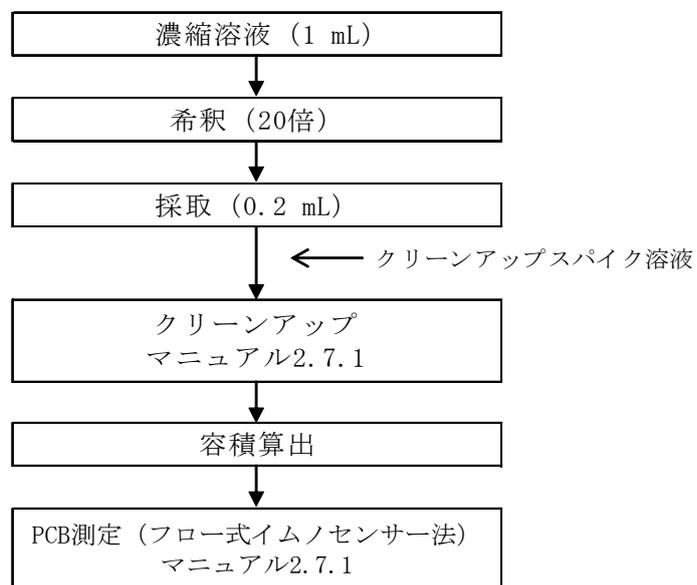
- 本法の下限值は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）を目標とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従っても尚、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、平成 4 年厚生省告示第 192 号で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

i) 含有量試験の場合



ii) 表面拭き取り試験の場合



iii) 表面抽出試験の場合

ii)に同じ。