

低濃度PCB含有廃棄物に関する測定方法
(第4版)

令和元年 10月

環境省 環境再生・資源循環局 廃棄物規制課
ポリ塩化ビフェニル廃棄物処理推進室

目 次

はじめに	1
第1章 低濃度 PCB 含有廃棄物・低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法における分析精度管理	5
第2章 試料溶液作製までの分析手順書.....	13
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）	13
2. 廃活性炭（含有量試験）	18
3. 汚泥（含有量試験）	22
4. 廃プラスチック類（表面拭き取り試験）	26
5. 金属くず（表面拭き取り試験）	29
6. 金属くず（表面抽出試験）	32
7. コンクリートくず（表面抽出試験）	36
8. 塗膜くず（含有量試験）	40
9. 廃感圧紙（含有量試験）	44
10. 廃シーリング材（含有量試験）	58
第3章 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）に記載の分析方法を適用するための手順書（低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用）	64
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.....	65
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.....	71
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	77
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....	83
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	89
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	93
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.....	98
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.....	103
9.	「2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イミノセンサー法」への接続手順.....	110
第4章	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) に記載の分析方法を適用するための手順書 (低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用)	116
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.....	117
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.....	119
3.	「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	121
4.	「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	123
5.	「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.....	125
6.	「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.....	127
7.	「2.7.1 加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム/フロー式イミノセンサー法」への接続手順.....	129

はじめに

(経緯)

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。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（以下「低濃度 PCB 含有廃棄物」という。）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。

低濃度 PCB 含有廃棄物を無害化処理認定施設で処理する際には、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、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ることから、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たもので、複雑な PCB の分離操作を必要とするなど、5,000 mg/kg 程度の濃度の 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又は染み込んだ 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、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）」としてまとめて平成 25 年 2 月に公表した。

平成 26 年 9 月には、「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法（第 2 版）」を公表した。第 2 版では、第 1 版で抽出・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 号による方法又は簡易定量法を適用するとしたにも関わらず、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たことから、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た。また、分析精度管理に関する特記事項や、剥離剤を使用し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・精製方法を追加した。

その後、従来 PCB 含有量が 3～5 重量%であるとされてきた PCB 入り廃感圧複写紙（以下「廃感圧紙」という。）に関して実際には 5,000 mg/kg 以下の感圧紙も少なからず存在することが報告された。これを受け、平成 29 年 4 月に改訂された「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法（第 3 版）」では、5,000 mg/kg 以下の廃感圧紙を低濃度 PCB 含有廃棄物と分類する方法を定めるため、廃感圧紙の基紙上に塗布されているマイクロカプセル中に内包された PCB を適切に抽出等する手法を定め、追加した。なお、廃感圧紙は、その種類によっては低濃度 PCB 含有廃棄物に適合しないものも含まれることから、保管されている廃感圧紙からの分析試料の採取方法についても補足して示した。

（第 4 版について）

令和元年 10 月 11 日付け通知「ポリ塩化ビフェニル汚染物等の該当性判断基準について」（以下「汚染物等該当性判断基準通知」という。）において、その値以下であれば PCB 処理物に該当しないとされるいわゆる卒業基準（以下「PCB 処理物の卒業基準」という。）に加えて、その値以下であれば PCB 汚染物に該当しないとする基準（以下「PCB 汚染物の該当性判断基準」という。）が示された。「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法（第 4 版）」では、これを受けて、第 3 版までで示していた低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法に加え、紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類及び汚泥に関して、その PCB 含有濃度に基づいて低濃度 PCB 汚染物（PCB 汚染物のうち、PCB の濃度が 5,000 mg/kg 以下のものをいう。）に該当するかどうかを判断するための方法を追加した。

第 1 章では、簡易定量法を低濃度 PCB 含有廃棄物・低濃度 PCB 汚染物の測定に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。第 2 版で追記された「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法の分析精度管理」を第 1 章第 1 節とし、新たに「低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法の分析精度管理」を新たに追加して、それを第 1 章第 2 節とした。

第 1 節の「低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法の分析精度管理」においては、低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定の目的が、測定対象とする廃棄物の PCB 濃度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であるため、定量下限値を 5,000 mg/kg の 100 分の 1 とし、定量濃度範囲を 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ている。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い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、上述のとおり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かどうかの判断のためには、PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断

基準以下であるかどうかの確認が必要である。

第2節の「低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法の分析精度管理」においては、低濃度 PCB 汚染物に関する測定の目的が、測定対象とする廃棄物が低濃度 PCB 汚染物に該当するかどうかを判断することであるため、定量下限を PCB 汚染物の該当性判断基準である 0.5 mg/kg とし、定量濃度範囲を 0.5～50 mg/kg に設定した。なお、測定の結果、PCB の濃度が該当性判断基準以上であった場合、高濃度の PCB 汚染物に該当する可能性がある場合には、必要に応じて低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定を行うべき場合があることに留意が必要である。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なるため、簡易測定法マニュアルと同等の精度管理が必要である。また、測定対象となる試料には PCB 濃度が 0.5 mg/kg 以下から数十%のものまで存在する可能性があるため、クロスコンタミネーションに最大限の注意が必要であり、これを防ぐための方法についても記載した。

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）
- ⑨ 廃感圧紙（含有量試験）
- ⑩ 廃シーリング材（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、破砕して 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4版では、廃シーリング材の含有量試験について⑩として追加した。さらに、含有量試験である①、②、③、⑧、⑨及び⑩について、「前処理及び測定」及び「判定」の項に、低濃度 PCB 汚染物の該当性判断に係る記述を記載した。なお、汚染物等該当性判断基準通知の別表においては、対象となる廃棄物を廃棄物処理法上の産業廃棄物の種類ごとに分類して記載している一方で、本資料では試験試料の種類ごとに測定方法を記載しているため、これらの分類が一对一で対応しない場合がある。例えば、②廃活性炭、③汚泥及び⑧塗膜くず

のいずれも一般的に廃棄物処理法上「汚泥」に分類され得る。測定においては、それぞれ試験試料の種類に鑑みて①～⑩のうち適切な分析方法を採用するよう留意する必要がある（同様に、廃棄物処理法上「紙くず」に分類される廃棄物には①及び⑨が含まれ得る。また、廃棄物処理法上「廃プラスチック類」に分類される廃棄物には④と⑧及び⑩が含まれ得る）。

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「試料中のPCB濃度が5,000 mg/kgを超過するかどうか」の判定（低濃度PCB含有廃棄物の該当性判断）に適用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号の別表第二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。分析に供する試料に含まれるPCBの組成がPCB製品と異なる場合には、簡易定量法によらず、告示192号の別表第二に定める方法により測定することとなる。

第4章は、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7種の簡易定量法を「試料中のPCB濃度が0.5 mg/kgを超過するかどうか」の判定（低濃度PCB汚染物の該当性判断）に適用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。

なお、本資料には作業従事者の安全衛生対策については示していないが、試料採取や試料調製等に当たっては高濃度PCB廃棄物も取り扱うことを想定した防護具を着用して作業する等、作業従事者の安全衛生対策に留意することが重要である。

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2027年3月31日までに処理を終えることとされている。高濃度のPCB廃棄物を処理する中間貯蔵・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・低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法における分析精度管理

第1節 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5点にまとめることができる。

- ① 高濃度 PCB 廃棄物であるか低濃度 PCB 含有廃棄物であるかの判断基準が 5,000 mg/kg であることから、定量濃度範囲は 50 mg/kg から 5,000 mg/kg とする。
- ② 低濃度 PCB 含有廃棄物抽出液は、PCB 濃度の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それぞれの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。
- ⑤ PCB の抽出操作は、各機関の標準作業手順書 (Standard operating procedure。以下「SOP」という。) に準拠することで精確性を担保する。

本節では、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、定量濃度範囲(50～5,000 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、又は底質試料に 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。表 1 及び表 2 では、試験試料を 10 g としたときの例を示した。

各簡易定量法の検出下限は 0.15 mg/kg 以下で共通するが、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 PCB 濃度の範囲（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

含有量試験、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の例（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 (NIC)	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	10	10	10	10	10	10	10	
		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	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	-	-	-	-
		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	0.5	1	0.5	0.02	0.2	0.2	0.3	0.4
		内標準添加後の測定溶液 (mL)	1.02	0.52	1.02	0.52	0.2	0.22	0.22	20	0.5
		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 ^a 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 ^a 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	100	100	100	100	100	100	100	
		(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	20	100	20	100	20	20	20	1
	簡易定量法の適用部分	分取 (mL)	-	-	-	-	1	-	-	-	0.2
		定容 (mL)	-	-	-	-	20	-	-	-	60
		分取した試料溶液 (mL)	1	0.5	1	0.5	0.02	0.2	0.2	0.3	0.4
		内標準添加後の測定溶液 (mL)	1.02	0.52	1.02	0.52	0.2	0.22	0.22	20	0.5
		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 ^a 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 ^a 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	20	100	20	20	20	20	20	1
	簡易定量法の適用部分	分取 (mL)	-	-	-	-	1	-	-	-	0.2
		定容 (mL)	-	-	-	-	20	-	-	-	60
		分取した試料溶液 (mL)	1	0.5	1	0.5	0.02	0.2	0.2	0.6	0.4
		内標準添加後の測定溶液 (mL)	1.02	0.52	1.02	0.52	0.2	0.22	0.22	20	0.5
		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 ^a 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 ^a 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: $0.15(\mu\text{g/g}) \times 10/3 \times \text{供試絶縁油量(g)} / \text{最終試料液量(mL)}$ 、フローイムセンサー法: 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) フローイムセンサー法のみに適用する。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の例（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 (NIC)	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	10	10	10	10	10	10	10	
		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
		第一段階定容 (mL)	100	20	100	20	50	20	20	10	20
		第二段階分取 (mL)	1	-	-	4	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	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 (3)	-	-	-	-	-	-	-	-	375
	測定溶液濃度 (mg/L)	PCB含有量が ^a 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 ^a 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	100	100	100	100	100	100	100	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
	抽出操作	試料溶液 (mL)	100	20	100	20	100	20	20	20	1
		分取 (mL)	1	-	-	4	1	-	-	-	0.2
	簡易定量法の適用部分	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 ^a 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 ^a 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	20	100	20	100	20	20	20	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
	測定溶液濃度 (mg/L)	付着物量あたりの濃度が ^a 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	0.00053
		付着物量あたりの濃度が ^a 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: $0.15(\mu\text{g/g}) \times 10/3 \times \text{供試絶縁油量(g)} / \text{最終試料液量(mL)}$ 、フローイムセンサー法: 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) フローイムセンサー法のみに適用する。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。

第2節 低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法における分析精度管理

低濃度 PCB 汚染物に関する測定方法のうちの含有量試験における分析精度管理に係る特性は、以下の5点にまとめることができる。

- ① 低濃度 PCB 汚染物であるかどうかの判断基準が 0.5 mg/kg であることから、定量濃度範囲は 0.5 mg/kg から 50 mg/kg とする。なお、検出下限値は簡易測定法マニュアルで示した検出下限値と同じ 0.15 mg/kg 以下である。
- ② 低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法に比べて、定量下限値が 1/100 となるため、厳しい管理を必要とする。
- ③ 低濃度 PCB 汚染物抽出液は、PCB 濃度の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それぞれの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。
- ④ 夾雑物が定量に及ぼす悪影響が想定されるため、精製操作を省略することはできない。
- ⑤ PCB の抽出操作は、各機関の SOP に準拠することで精確性を担保する。

本節では、低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用として特に注意すべき点について解説する。低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準である 0.5 mg/kg の濃度の PCB を測定することは、良く整備された実験室、測定機器、そして訓練された技術者を必要としており、正確な分析結果を得るためには十分な精度管理が必要である。絶縁油の基準である 0.5 mg/kg の濃度の PCB を測定するための精度管理については、簡易測定法マニュアルの第1章5節「1.5 精度管理について」に規定しているが、低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準である 0.5 mg/kg の濃度の PCB を測定するための精度管理についても、簡易測定法マニュアルの「1.5 精度管理について」を適用する。

1. 分析性能について

簡易測定法マニュアルの第1章5節「1.5.3 (3)分析性能試験」に従い、操作ブランク試験、機器の感度確認、クリーンアップスパイク内部標準回収率算出、試料の二重測定、分析法検出下限値の測定、添加回収試験、変動係数の測定等を行い、評価すること。

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3に示す。表3では、試験試料を 10 g としたときの例を示した。各簡易定量法の検出下限は 0.15 mg/kg 以下で共通するが、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3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。なお、報告下限値は

0.15 mg/kg 以下とする。

3. 精製操作について

低濃度 PCB 汚染物を測定するためには精製操作は不可欠であるため、低濃度 PCB 含有廃棄物に関する測定方法の精製操作が必要な場合と同様の精度管理を行うこと。

4. 内標準物質の使用方法について

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。ただし、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を日常精度管理に用い、濃度補正には使用しない。

5. 測定方法について

簡易定量法では、検出方法として、2.1.1、2.1.2、2.1.3、2.1.4 の各 GC/ECD 法、2.2.1 GC/HRMS 法、2.3.1 GC/MS/MS 法、2.4.1 GC/QMS 法、2.5.1 GC/NICI-MS 法、2.7.1 イムノセンサー法があるが、各 GC/ECD 法、2.5.1 GC/NICI-MS 法、2.7.1 イムノセンサー法では、分析不可能な試料が存在することが分かっている。そのため、塗膜くずの分析での塩化ゴム系成分による妨害ピークのように対象となる PCB 以外のピークの出現及びバックグラウンドの変動等による分析の困難な試料については、別の簡易定量法（2.2.1 GC/HRMS 法、2.3.1 GC/MS/MS 法、2.4.1 GC/QMS 法）又は告示 192 号別表第二に従って測定し正確な分析値を得ること。

6. クロスコンタミネーションについて

低濃度 PCB 汚染物に含まれる PCB の濃度は範囲が広く、数千 mg/kg にのぼる比較的高い濃度の試料もあれば、PCB 汚染物の該当性判断基準である 0.5 mg/kg を下回る試料も存在する。0.5 mg/kg 付近の分析に当たっては、高濃度試料を取り扱ったことによる実験室の汚染や、試料間のクロスコンタミネーションに最大限の注意が必要である。クロスコンタミネーションを管理する方法は、以下の 8 点にまとめることができる。

- ① 使用する器具は、低濃度試料用（5,000 mg/kg 以下）と高濃度試料用（5,000 mg/kg 超）に分けて管理すること。
- ② 使用する器具は、個別に番号をつけて管理し、使用履歴を記録すること。
- ③ 試料と器具番号及び GC への注入順序との関連づけを行い、過去に遡って、使用履歴が確認できるようにすること。
- ④ 未知濃度の試料の前処理には、低濃度試料用の器具を使用すること。
- ⑤ 測定後、高濃度試料と判定された試料に使用した一連の器具は、高濃度試料用に切り替えること。
- ⑥ 連続測定において、キャリーオーバーが問題になる濃度差（例えば、高濃度試料と低濃度試料の濃度差が 1,000 倍以上）があり、PCB の組成が類似する場合は再測定すること。

- ⑦ 測定バッチ毎に必ず操作ブランク試験を行い、ブランク値が 0.05 mg/kg 以下であることを確認した後、次の試料の分析を開始すること。
- ⑧ 実験室の汚染を防ぐよう細心の注意を払うこと。

表 3 絶縁油簡易定量法の定量下限等の例（低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用）

簡易定量法 No./検出器		2.1.1/ ECD	2.1.2/ 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	0.00050	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	0.050	20	20	0.50	0.0039
抽出操作	試料量(g)	10	10	10	10	10	10	10
	試料溶液(mL)	100	100	100	100	100	100	100
試料溶液の 希釈/濃縮例	第一段階分取(mL)	1	1	2	1	1	100	100
	第一段階定容/濃縮(mL)	1	0.2	20	0.2	0.2	10	20
簡易定量法の適 用部分	分取した希釈溶液/濃縮溶液(mL)	0.5	0.2	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	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0.15mg/kgの場合(検出下限値)(4)	0.0075	0.06	0.00015	0.06	0.06	0.0023	0.06
	PCB含有量が0.5mg/kgの場合(定量下限値)	0.025	0.20	0.00050	0.20	0.20	0.0075	0.20
	PCB含有量が0.5mg/kgの場合(判定基準)	0.025	0.20	0.00050	0.20	0.20	0.0075	0.20

(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 $\times 100$ 、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。

(4) 検出下限値は定量下限値の(3/10)倍となる。

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

たる液と混ぜ、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、①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「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）別表第二

Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第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。

また、Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用手順書を第4章に示す。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。(及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。)

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

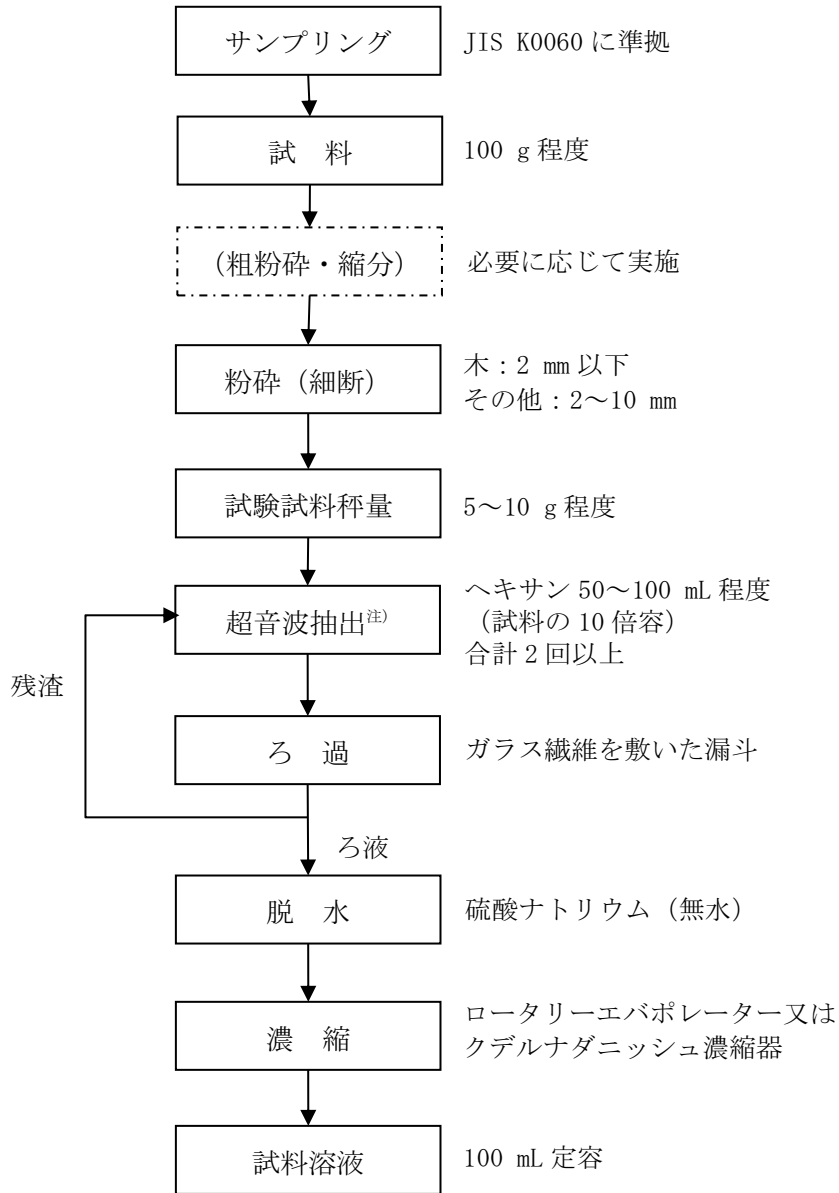
(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。(及び 5,000 mg/kg 以下であること。)

なお、定量下限値を 0.5 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。

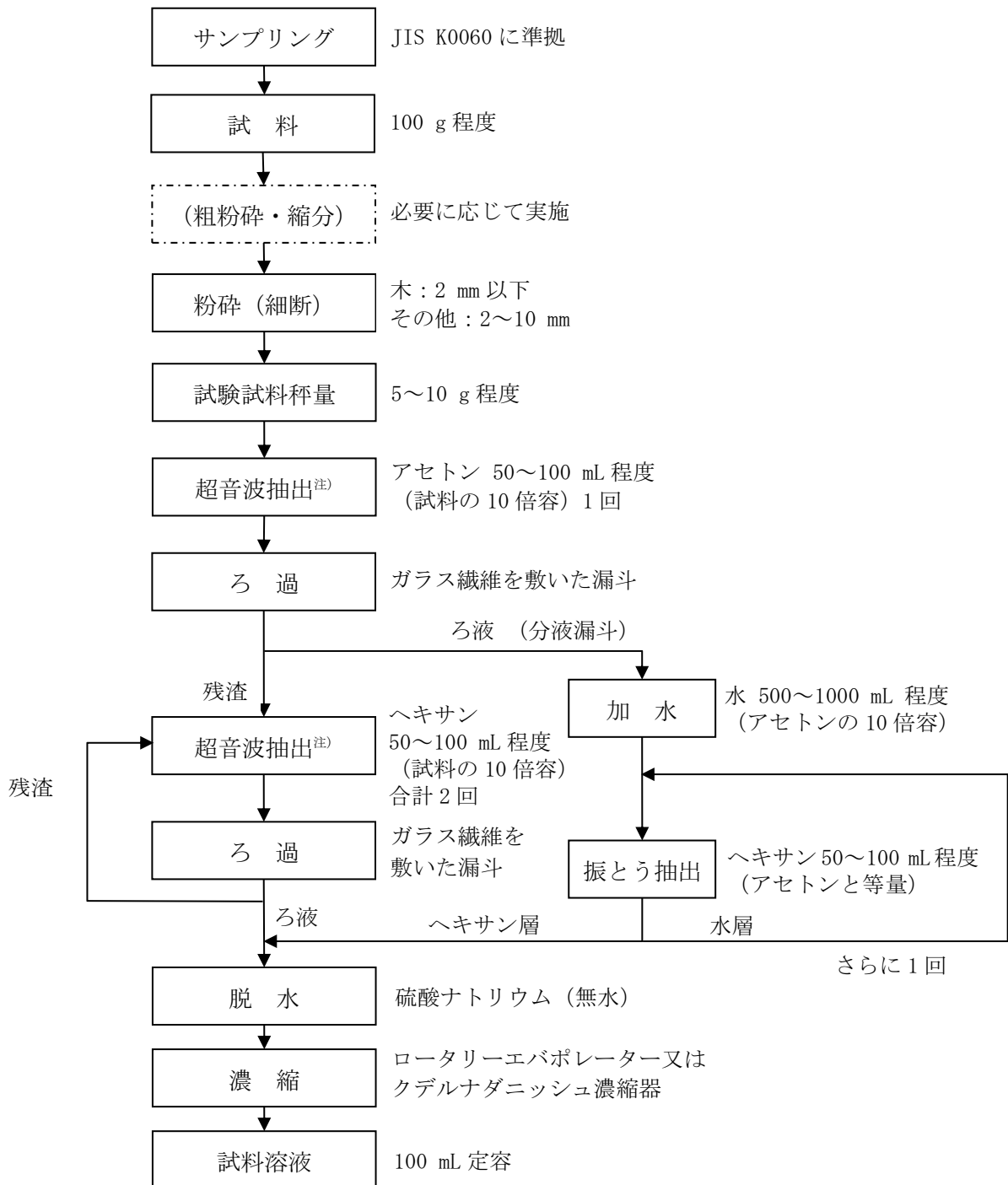
フローチャート：紙くず、木くず、繊維くず、廃プラスチック類(合成樹脂くず、合成ゴムくず等)
(含有量試験) (水分を多く含んでいない試料)



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第192号別表第二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。

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第 192 号別表第二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使い、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、適当量に濃縮後、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「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）別表第二

Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第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。

また、Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用手順書を第4章に示す。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。(及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。)

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

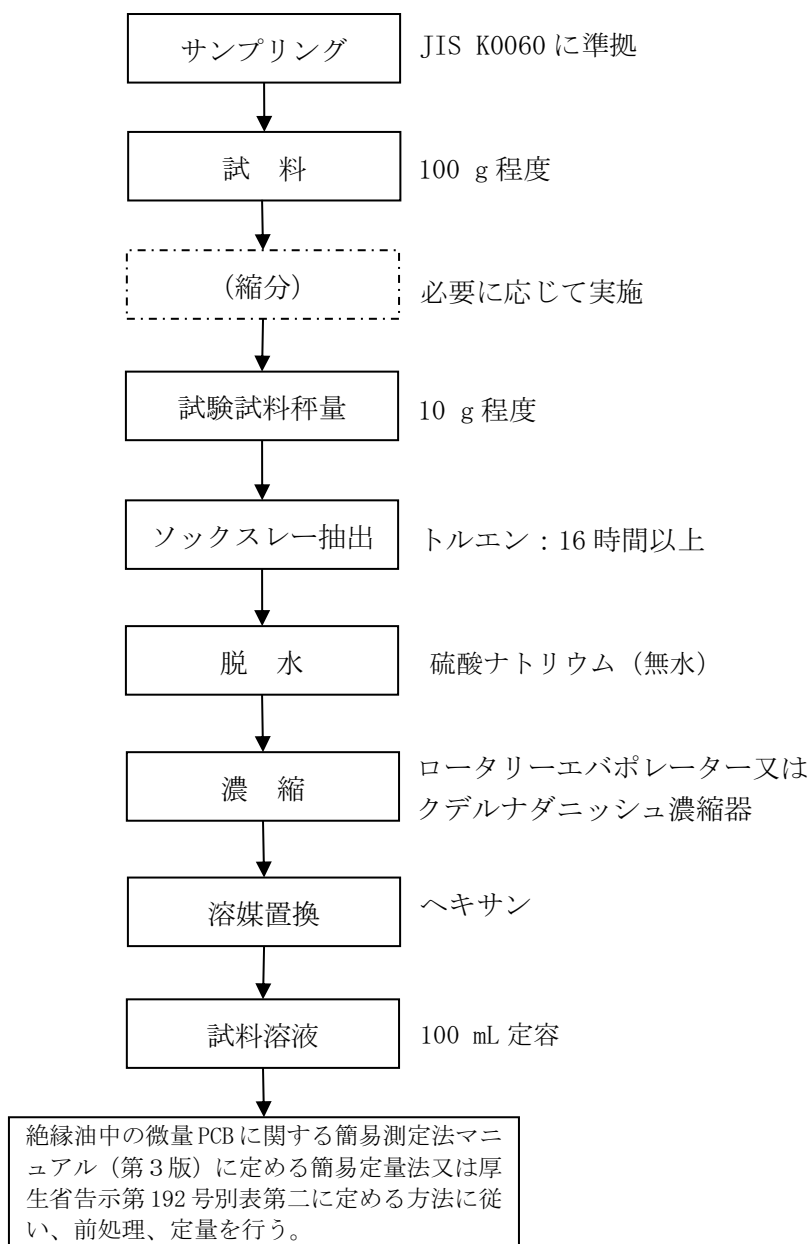
(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。(及び 5,000 mg/kg 以下であること。)

なお、定量下限値を 0.5 mg/kg 以下とする。

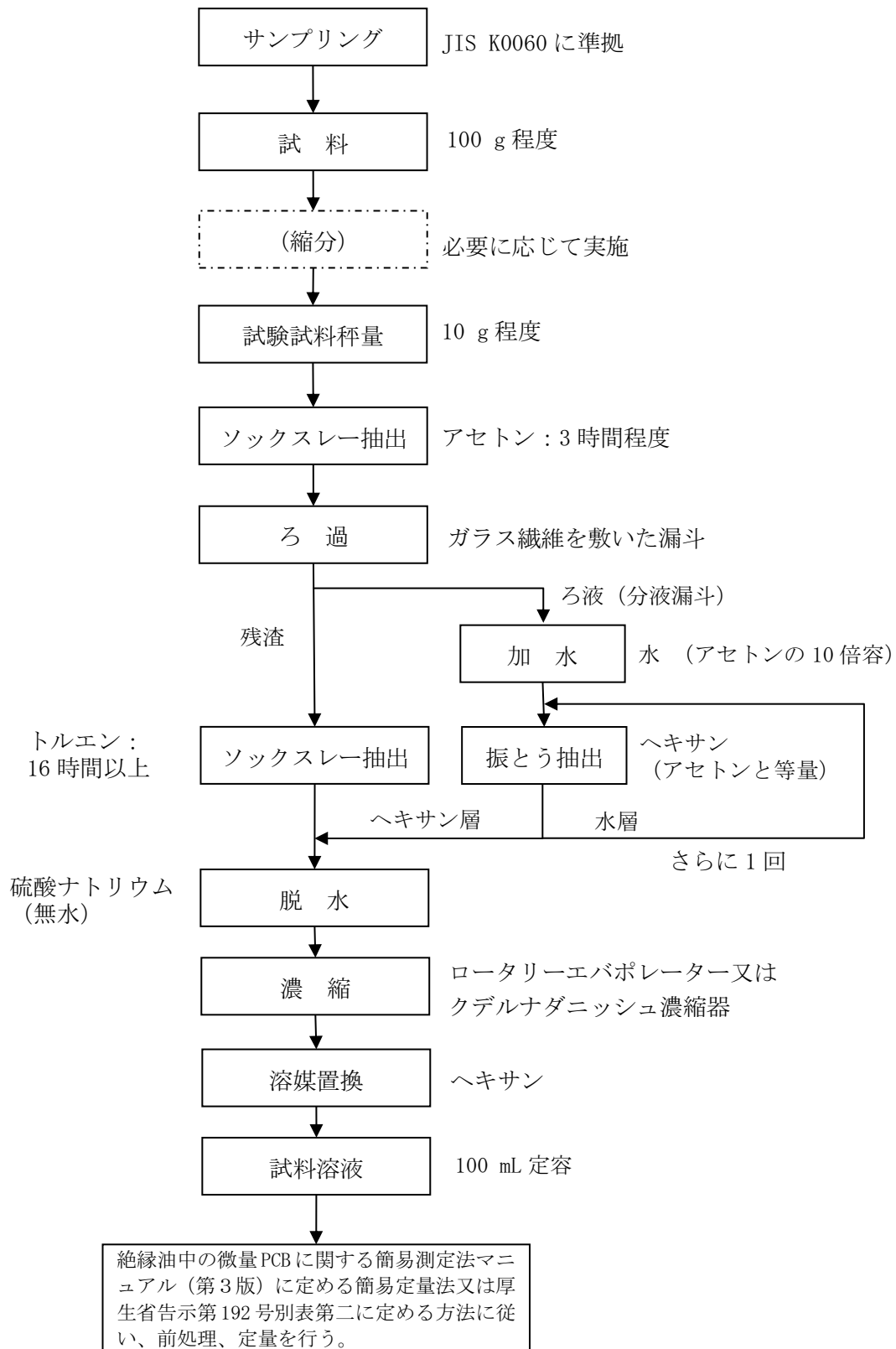
備考

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 つの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 「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）別表第二

Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断手順書を第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。

また、Ⅰのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断手順書を第4章に示す。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。（及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。）

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

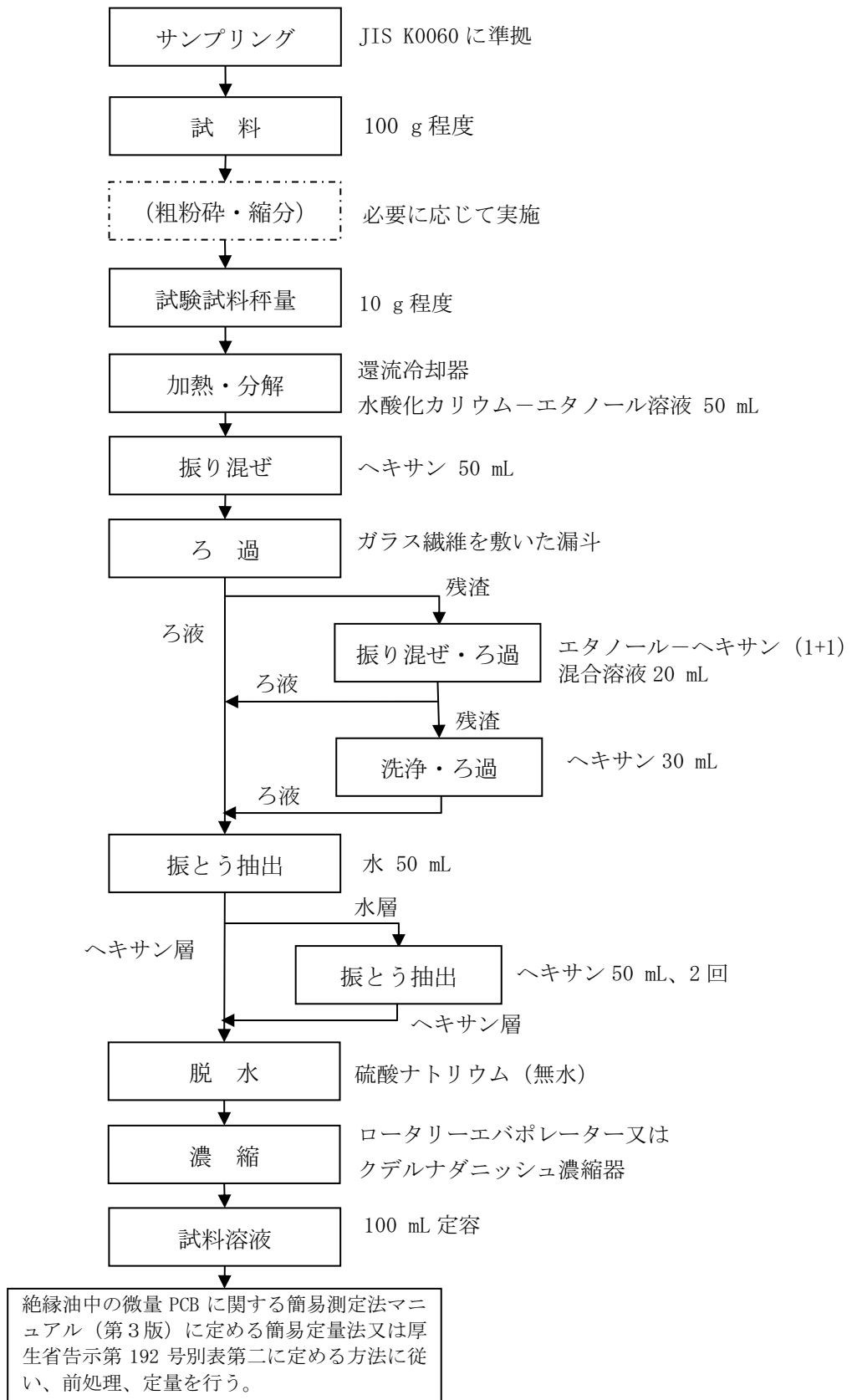
(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。（及び 5,000 mg/kg 以下であること。）

なお、定量下限値を 0.5 mg/kg 以下とする。

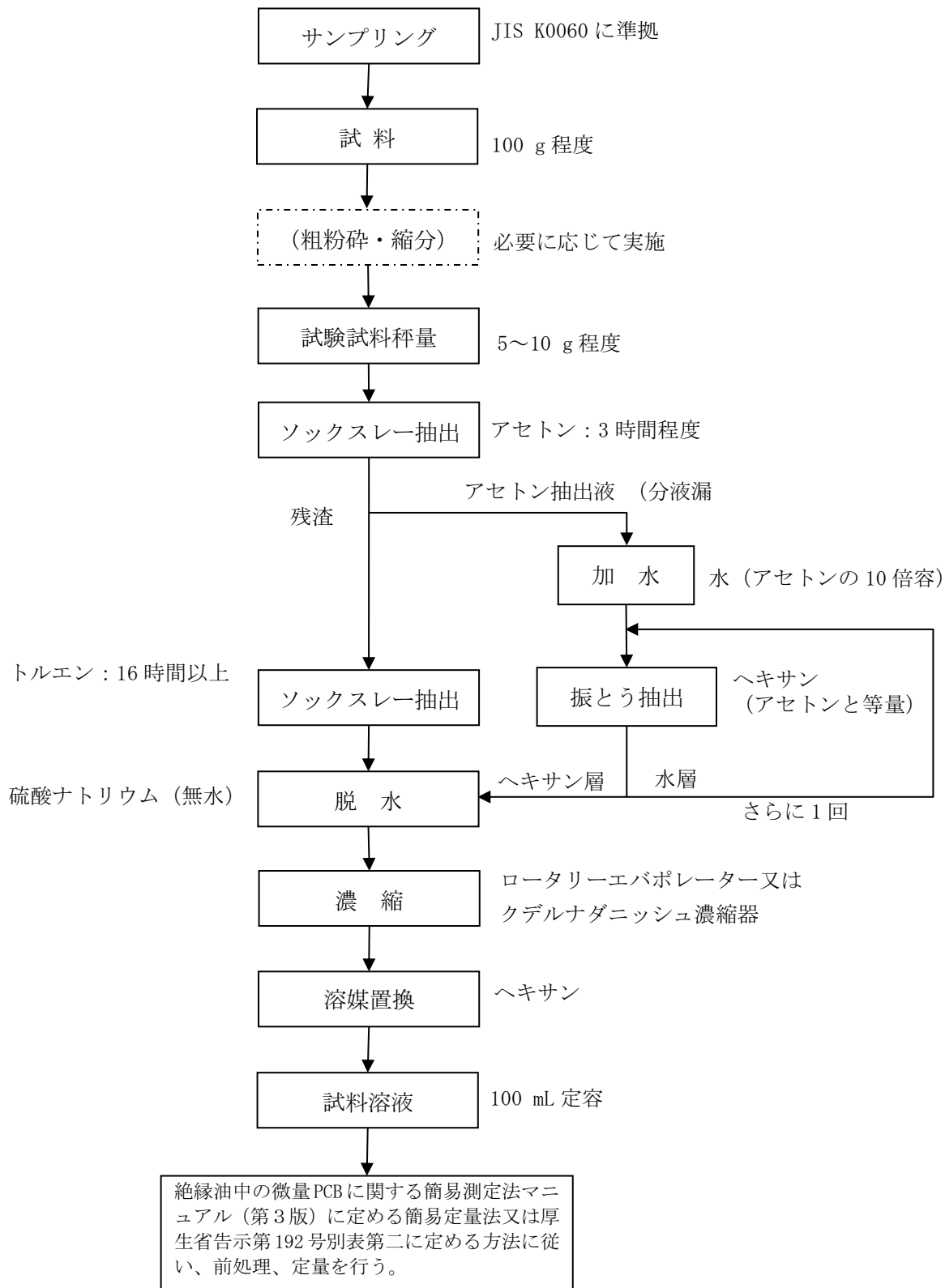
備考

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か所以上から合計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 「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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第 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。

(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。

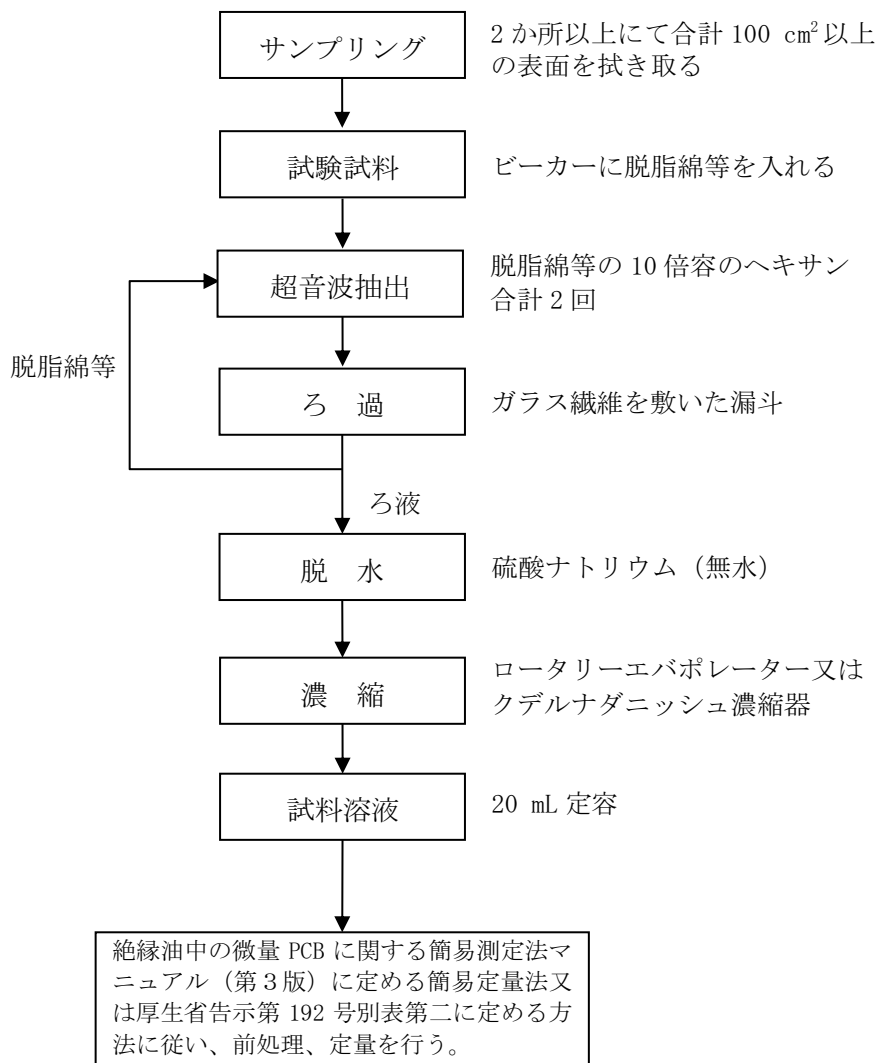
なお、定量下限値を $0.01 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ 以下とする。

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 か所以上から合計 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 「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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第 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。

(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。

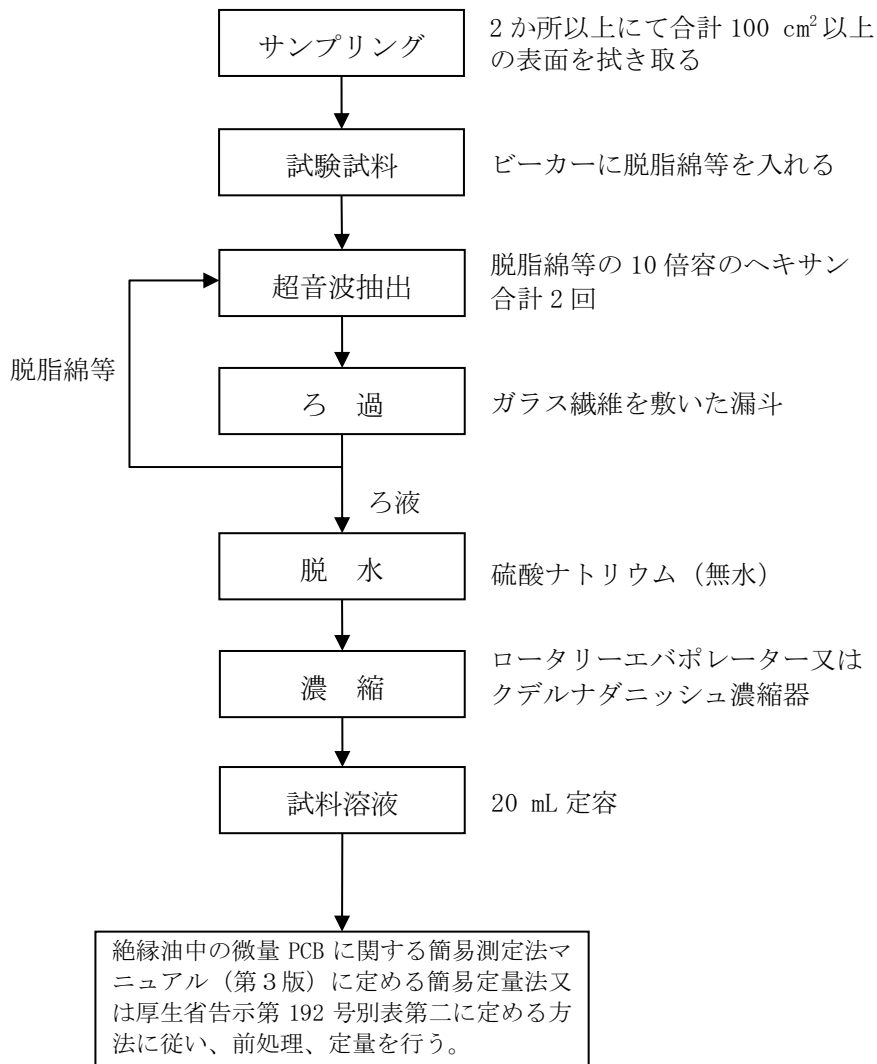
なお、定量下限値を $0.01 \text{ mg}/100 \text{ cm}^2$ とする。

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（油分等）の測定^{注3)} に供する。

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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第 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。

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（油分等）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 14（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 14 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。

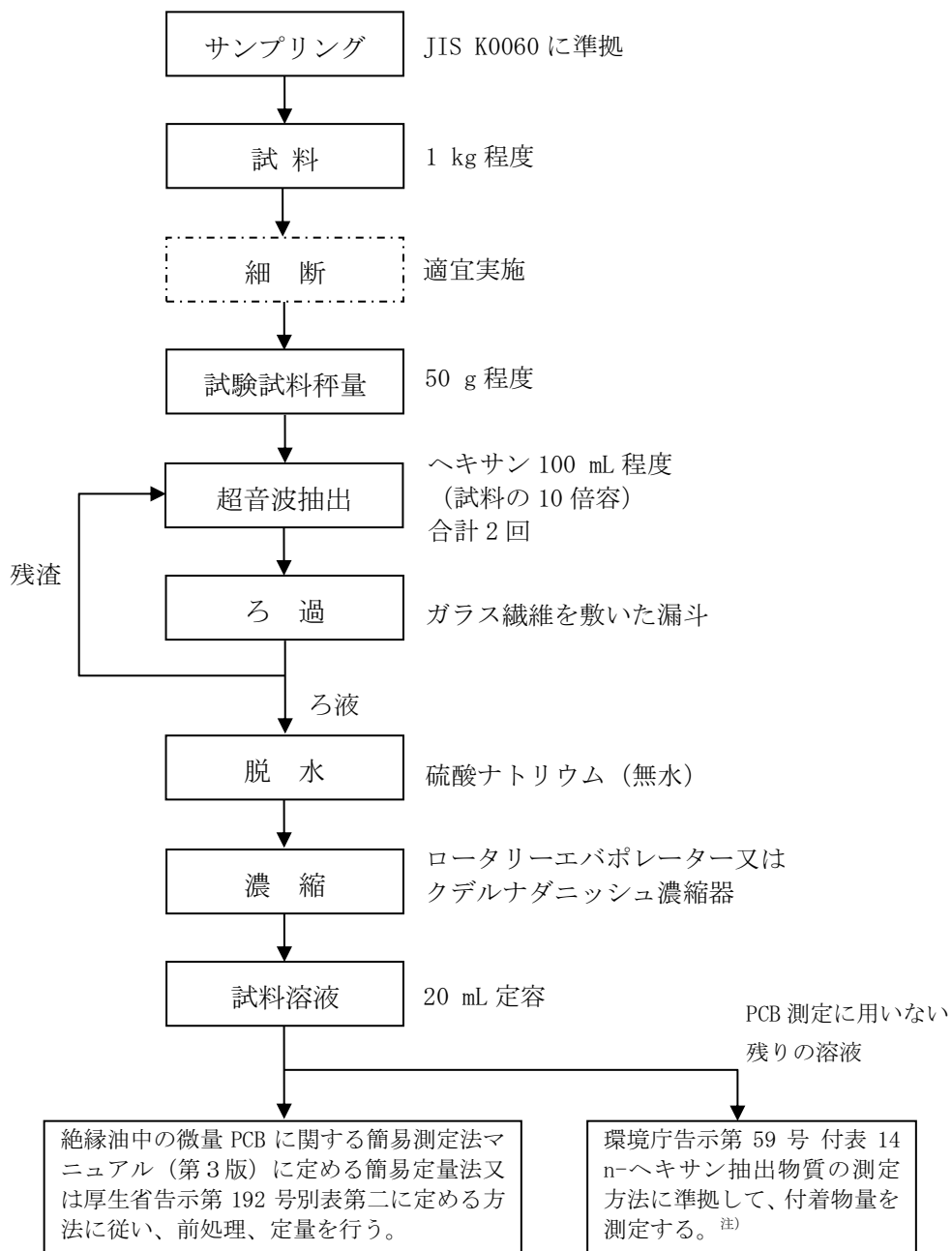
(4) 判定

(3) で求めた金属くずの付着物量当たりの PCB の濃度が 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 14（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（油分等）の測定^{注3)} に供する。

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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第 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。

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（油分等）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 14（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 14 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

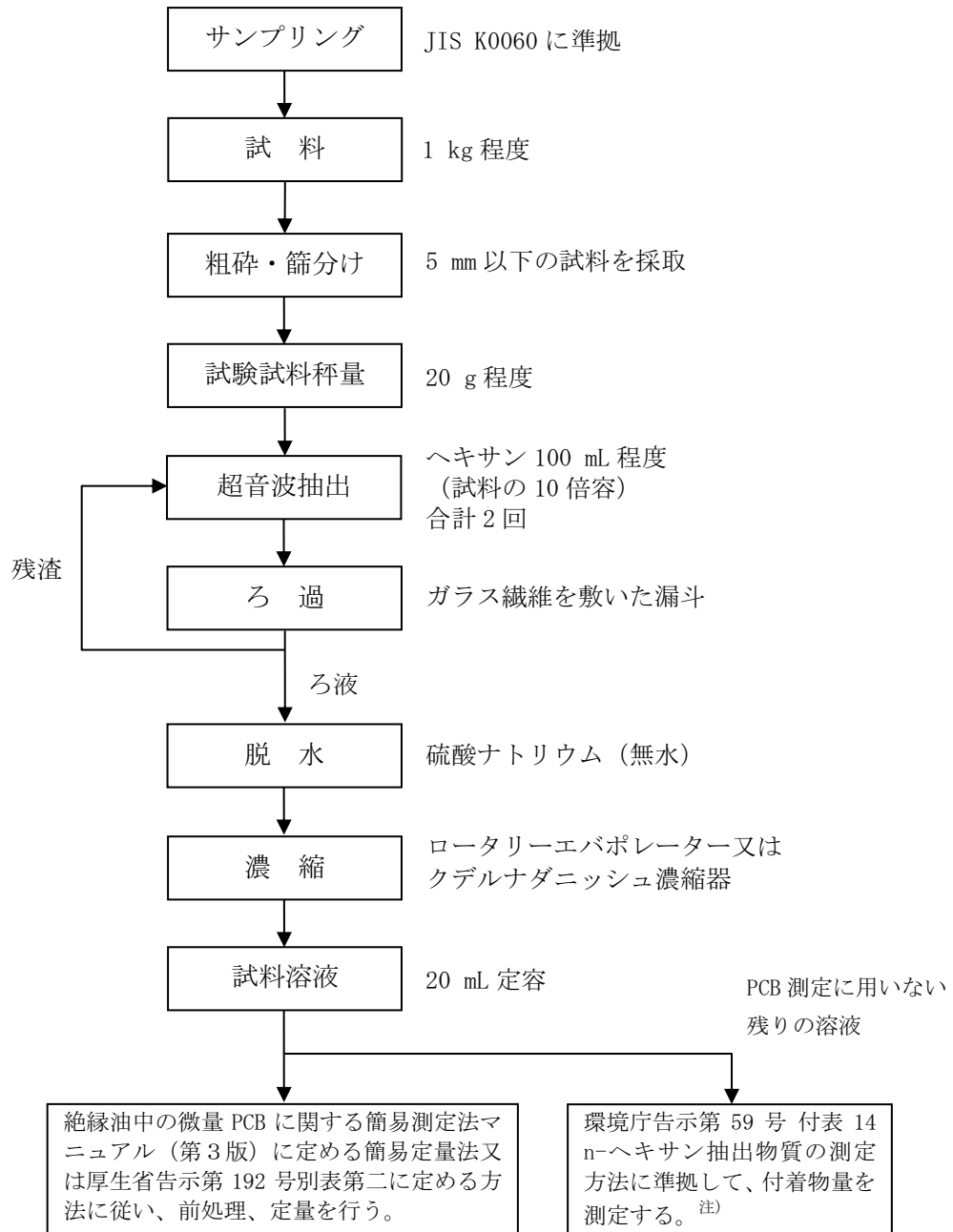
(3)で求めたコンクリートくずの付着物量当たりの PCB の濃度が 5,000 mg/kg 以下であること。

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 14（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

(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。ヘキサン層の分離が困難な場合は遠心分離を用いても良い。
- 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、ヘキサンで 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 「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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断手順書を第 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。

また、I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断手順書を第 4 章に示すが、塗膜くずの低濃度 PCB 汚染物の該当性判断に適用可能な分析方法は 2.2.1 GC/HRMS 法、2.3.1 GC/MS/MS 法、2.4.1 GC/QMS 法のみである。^{注 3)}

注 3) 塗膜には塩化ゴム系塗料が多く使用されており、ECD 測定等では適切な分析が困難となる場合が多い。そのため、分析機器は質量分析計に限定した。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。(及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。)

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

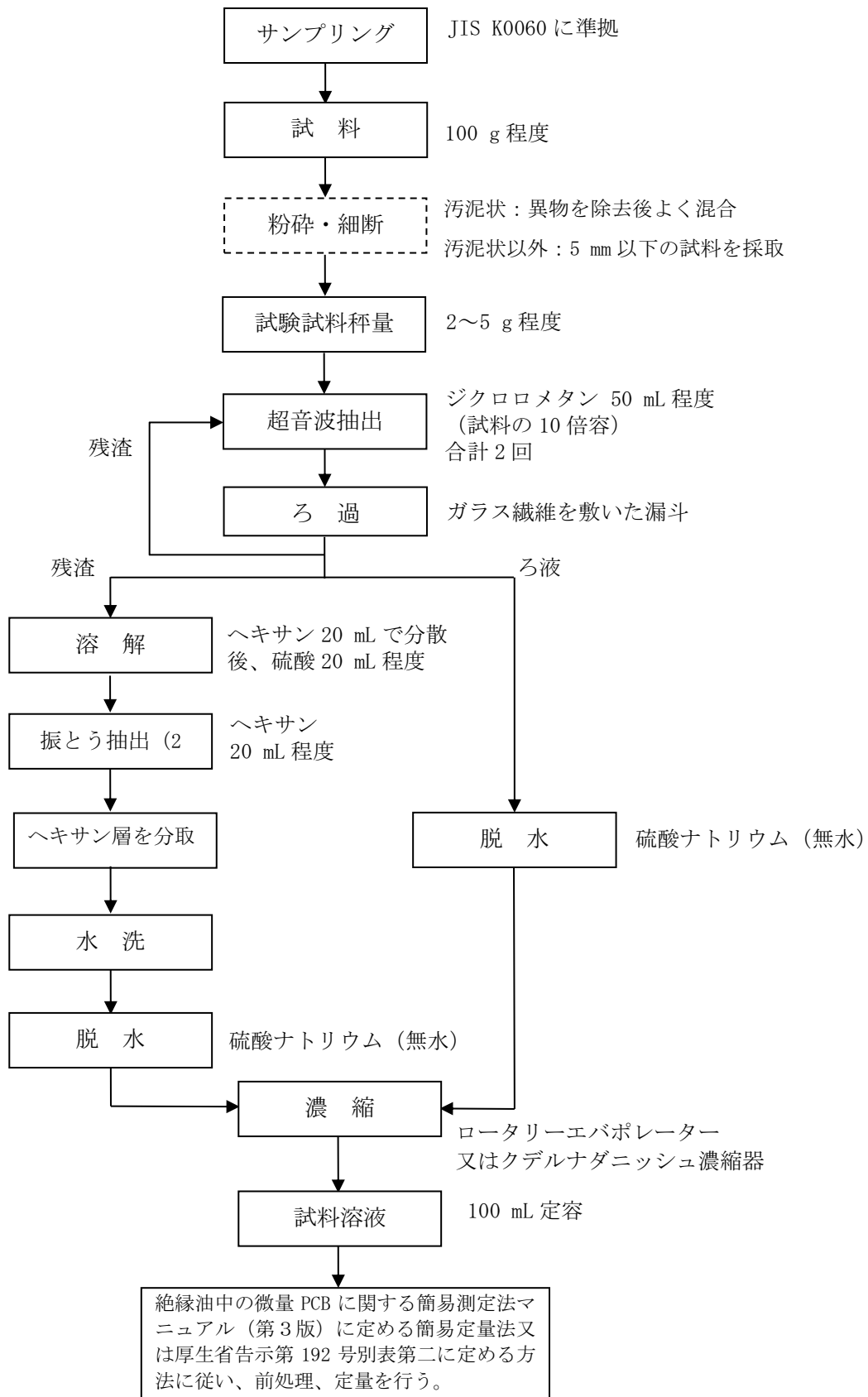
(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。(及び 5,000 mg/kg 以下であること。)

なお、定量下限値を 0.5 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）



9. 廃感圧紙（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 アセトン
- イ ヘキサン
- ウ ジクロロメタン
- エ 硫酸ナトリウム（無水）
- オ 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) 試験操作

ア 試料の採取

- ① 試料を別紙廃感圧紙分析試料の採取方法に従ってサンプリングを行い、代表性を確保したうえで数10g程度を採取する。
- ② 採取した試料は、2～10mmのサイズに粉碎又は細断し、よく混合し、5～10g程度を分取し、これらを秤量し、試験試料とする。^{注1)}

注1) 採取後の試料は、二重包装にすることや温度上昇を防止すること（30℃程度以下）等により輸送や保管等での他の試料の汚染及びPCBの揮散消失の防止措置を講じること。

イ 抽出

- ① フラスコにア②で得られた試験試料を入れ、更に試料量の10倍容程度（50～100mL）のアセトンを加え、超音波洗浄器等を用いて15分程度抽出する。^{注2,3,4)}
- 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フラスコに戻し、①②の操作を行い、合計2回以上抽出する。^{注5)}
- ④ フラスコ内容物を適量のアセトンで3回洗い、洗浄液をろ過して、②③の操作で得ら

れたろ液と混ぜ、突沸に注意しながら濃縮器で濃縮した後^{注6)}、適量のヘキサンに転溶する。^{注7)}その後、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8)}

⑤ ヘキサンで 100 mL に定容したものを試料溶液とする。

注 2) 試料の状態やサンプリング方法によっては、廃感圧紙が固まりとなっている場合があり、この状態では抽出が不十分となる。そのため十分に紙を解してから抽出すること。

注 3) 抽出溶媒としてジクロロメタンも適用可能であり、アセトンに替えてジクロロメタンで抽出しても良い。

注 4) 試料の比重が小さく、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、試料がアセトンに浸るようにして超音波抽出を行う。又は超音波抽出を振とう抽出に変更する。

注 5) 試験試料が含水している場合には、1 回目の抽出操作には必ずアセトンを用いる。その後、アセトン又はジクロロメタンでイ①～③の操作を行う。1 回目のアセトンのろ液は、2 回目以後のろ液とは別に分液漏斗に入れ、アセトンの 10 倍容の水とアセトンと等量のヘキサンを加え、液-液振とう抽出して、ヘキサン層を分取する。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先のヘキサンに併せる。

注 6) 試験試料中の微量の水分がアセトンに混在する場合も想定される。親水性溶媒のアセトンを硫酸ナトリウム（無水）で脱水することは困難なため、最初に濃縮を行うが、アセトンが含水している場合、濃縮時に突沸しやすいので注意が必要である。

注 7) 試験試料が含水している場合は、注 5) の操作で得られたヘキサン層をここで併せる。

注 8) ジクロロメタンを用いる場合は、アセトンを用いる場合の手順とは異なり、③の操作で得られたろ液を、脱水、濃縮、ヘキサン転溶の順で操作してよい。

ウ 前処理方法及び測定

イ⑤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 「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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書を第 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。

また、Iのうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用手順書を第4章に示す。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。(及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。)

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。(及び 5,000 mg/kg 以下であること。)

なお、定量下限値を 0.5 mg/kg 以下とする。

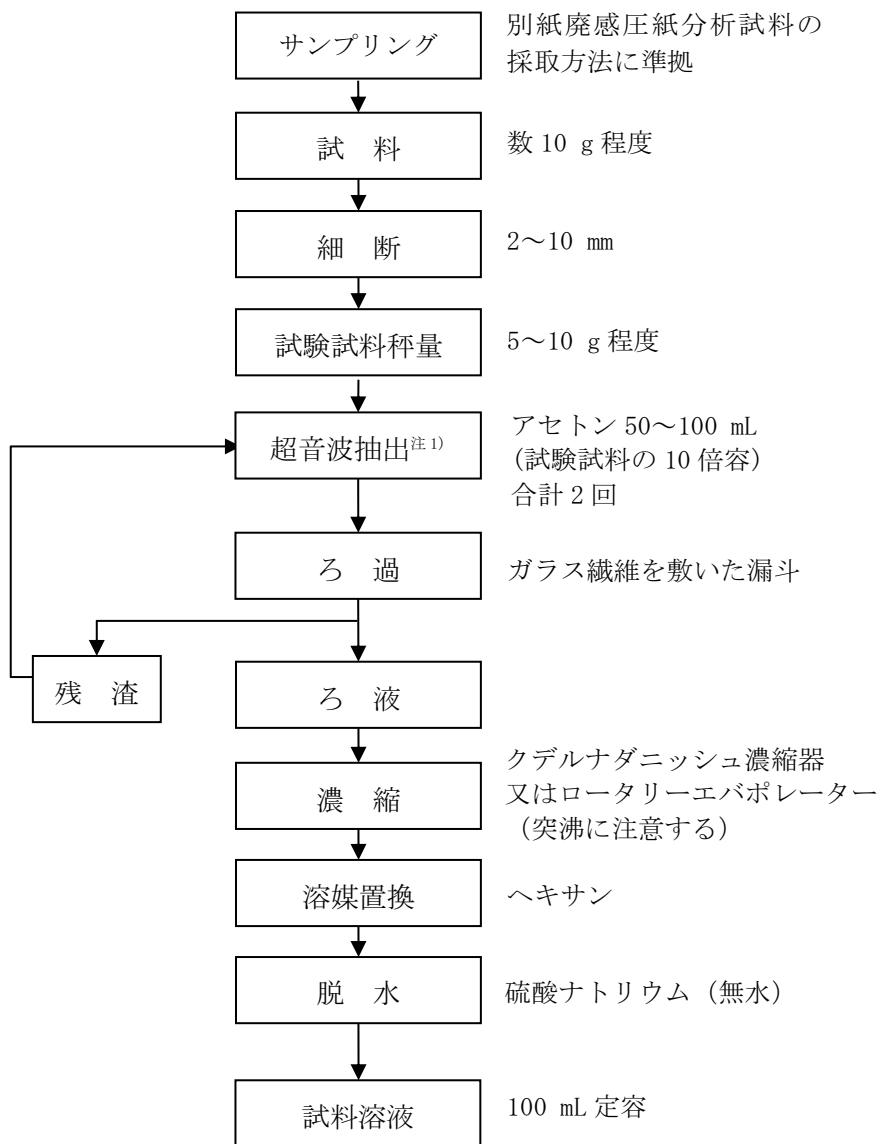
備考

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。

(参考)

試験試料を硫酸に溶解した後ヘキサンで抽出する方法も同等の抽出効率が確認されたので、参考としてフローチャートを示した。ただし、他の抽出方法に比べて操作が複雑なため、事前に PCB を添加した試料での回収率の確認が不可欠である。なお、試験試料を硫酸に溶解する際に、硫酸及び試験試料が飛散しないように注意する。

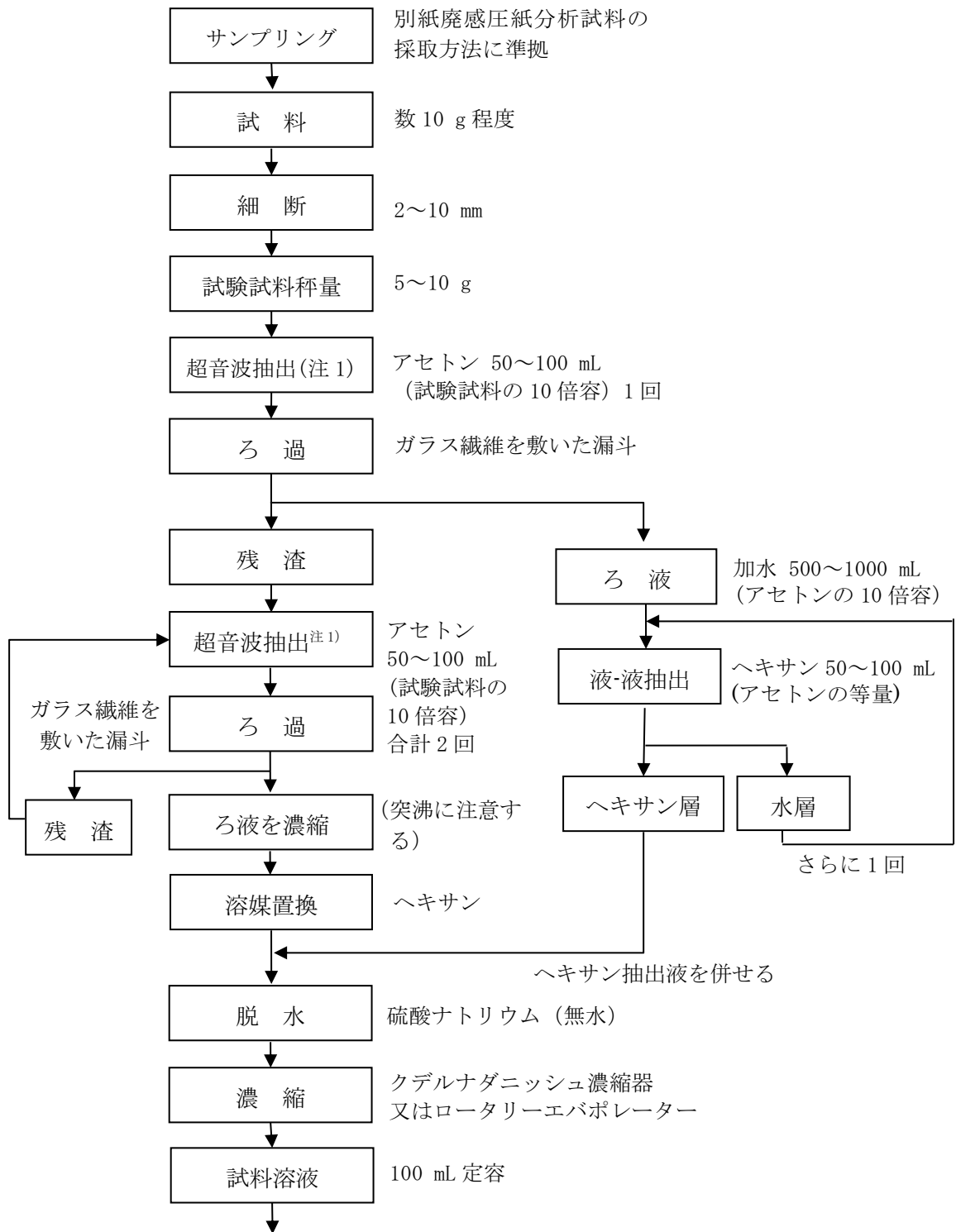
フローチャート：廃感圧紙（含有量試験）（アセトン抽出法）（水分を多く含んでいない試料）



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第192号別表第二に定める方法に従い、前処理、定量を行う。

注 1) 試料の比重が小さく、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。

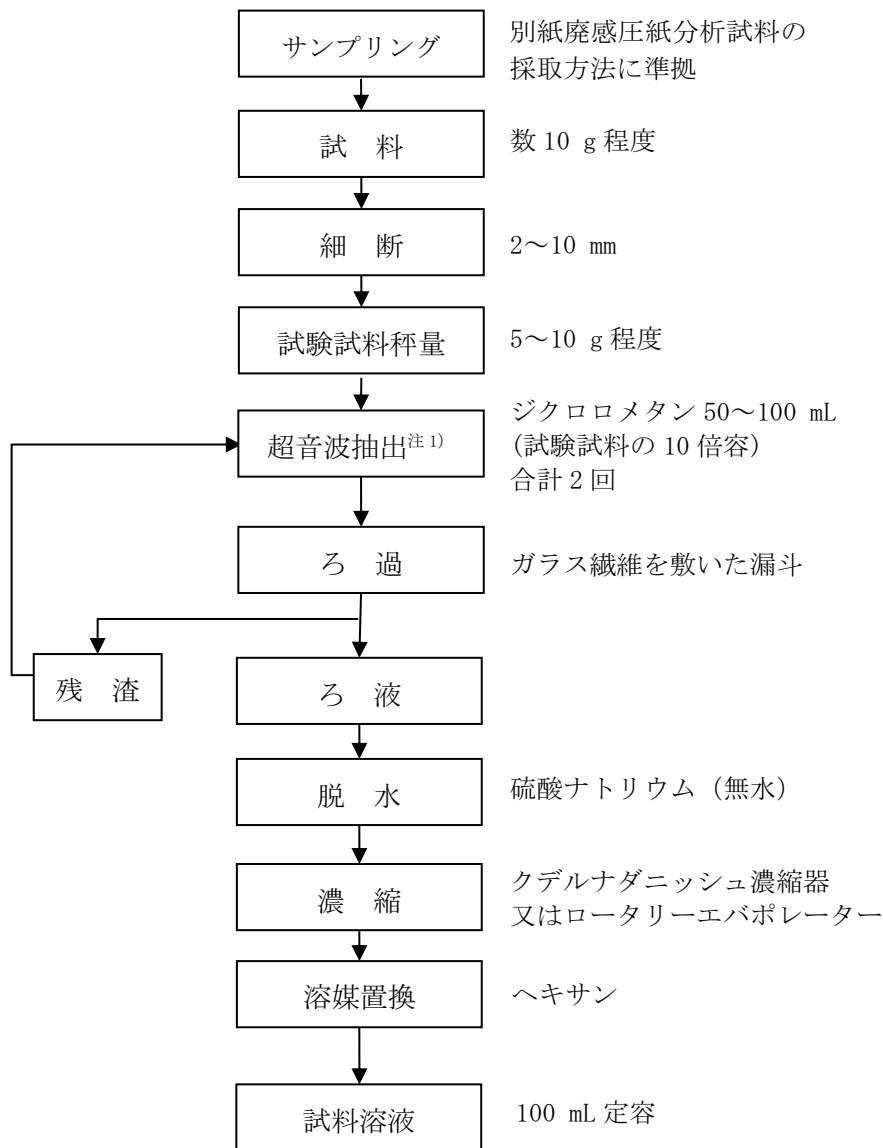
フローチャート：廃感圧紙（含有量試験）（アセトン抽出法）（水分を多く含んだ試料）



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第 192 号別表第二に定める方法に従い、前処理、定量を行う。

注 1) 試料の比重が小さく、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使い、試料が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。

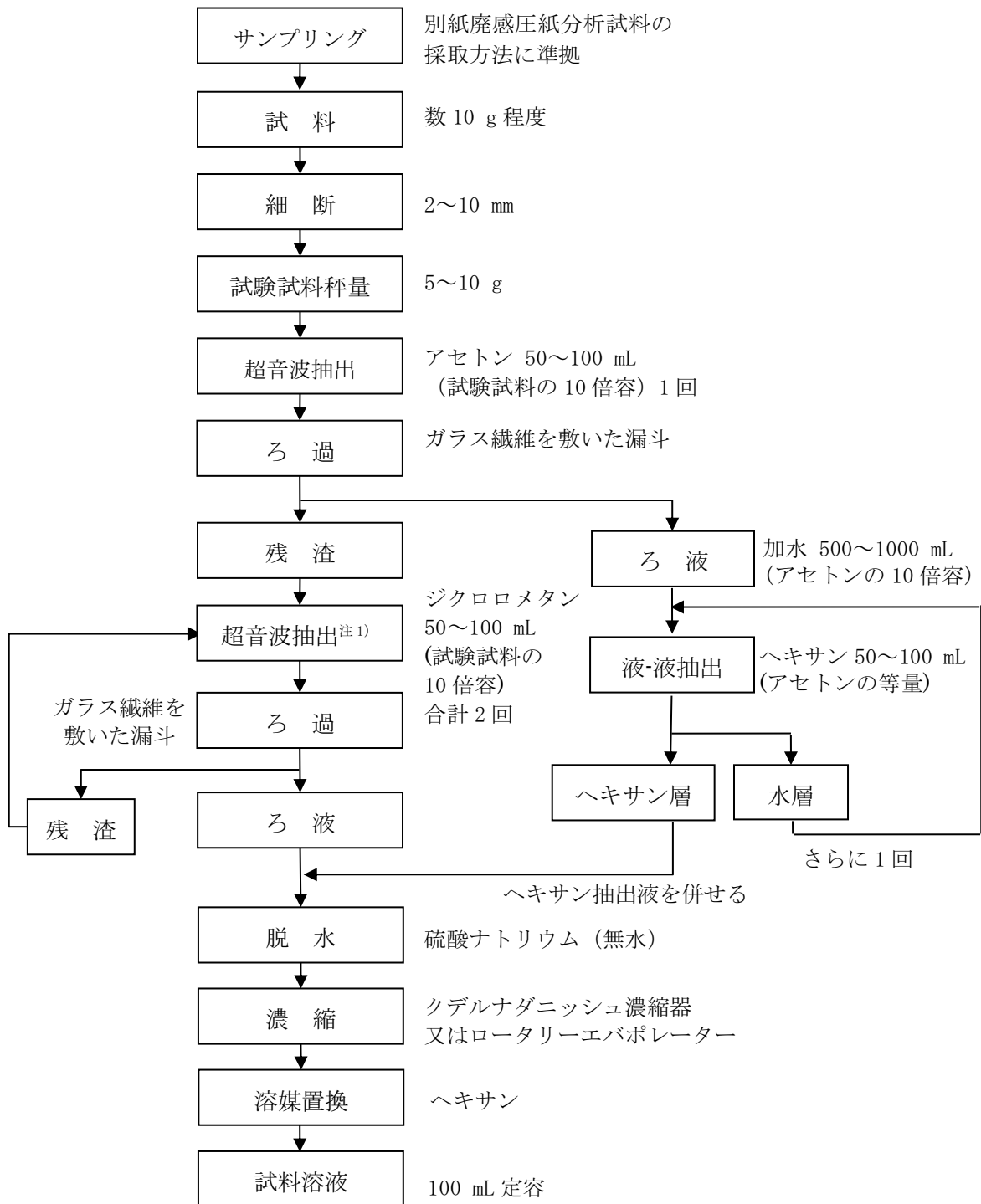
フローチャート：廃感圧紙（含有量試験）（ジクロロメタン抽出法）（水分を多く含んでいない試料）



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第192号別表第二に定める方法に従い、前処理、定量を行う。

注 1) 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しえ蓋として用い、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。

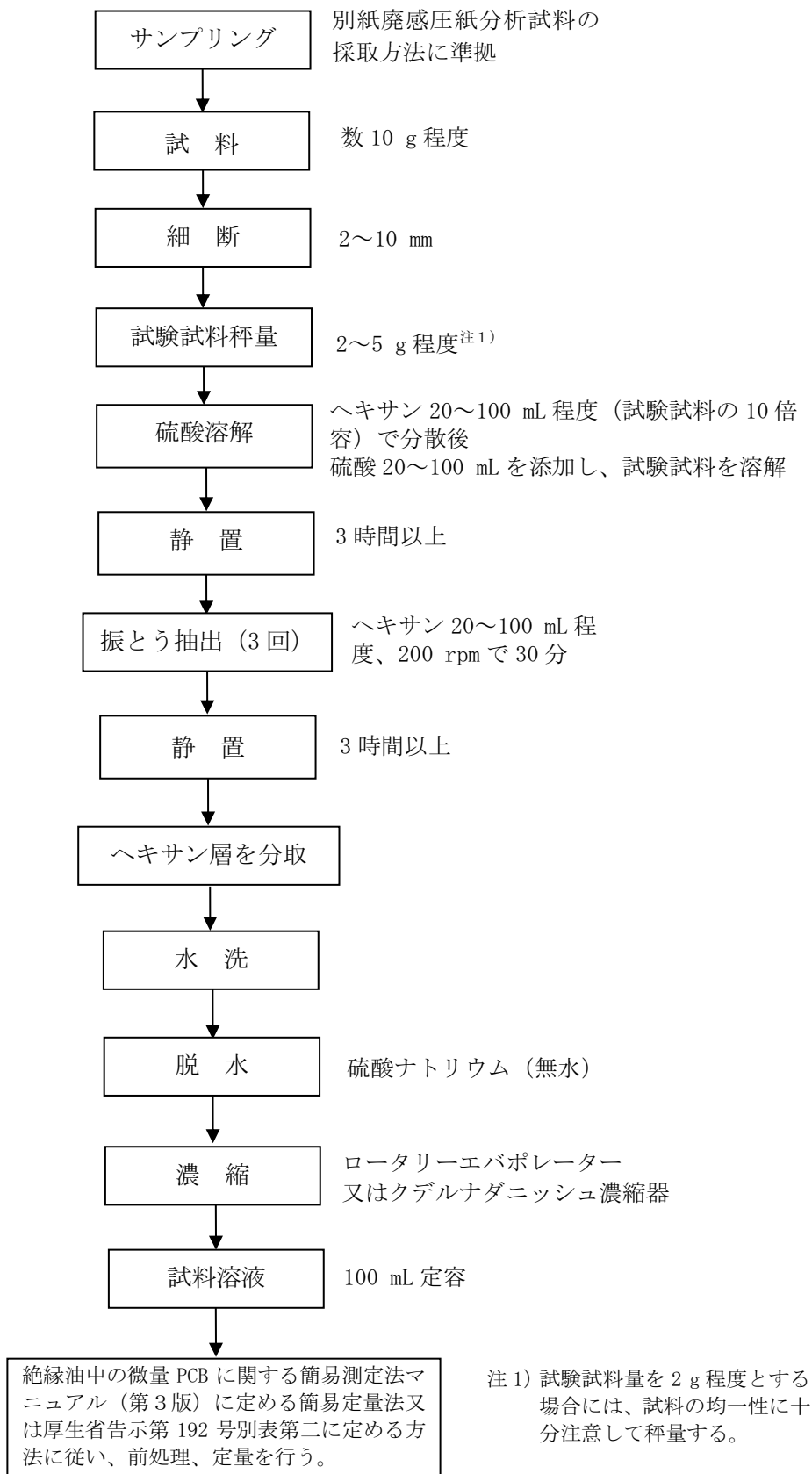
フローチャート：廃感圧紙（含有量試験）（ジクロロメタン抽出法）（水分を多く含んだ試料）



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第192号別表第二に定める方法に従い、前処理、定量を行う。

注 1) 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。

(参考) フローチャート：廃感圧紙（含有量試験）（硫酸溶解－ヘキサン抽出法）



(別紙) 廃感圧紙分析試料の採取方法

1. 目的

PCB を含むマイクロカプセルが使用された一般的な廃感圧紙の PCB 含有量は 3~5 重量% であり、過去に PCB 環境汚染の主要ルートのひとつとされたことから、厳重に保管されてきた。これらは昭和 50 年代に一部洋上焼却が行われたが、PCB 特措法の届出情報によると、今もなお約 600 トンの廃感圧紙が全国の約 300 事業所で保管が続けられている。

一方、PCB 使用廃感圧紙が製造されていた時期のものでも、実際には PCB をほとんど含まないものが存在し、PCB を含む廃感圧紙とともに保管されていることが知られている。したがって、保管中の廃感圧紙の中から PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下の低濃度 PCB 廃棄物に区分される廃感圧紙を選び出すことができれば、本来高濃度 PCB 廃棄物として JESCO での処理を前提に保管されてきた廃感圧紙の一部を無害化処理認定施設等で焼却処理することができるようになり、合理的であると言える。

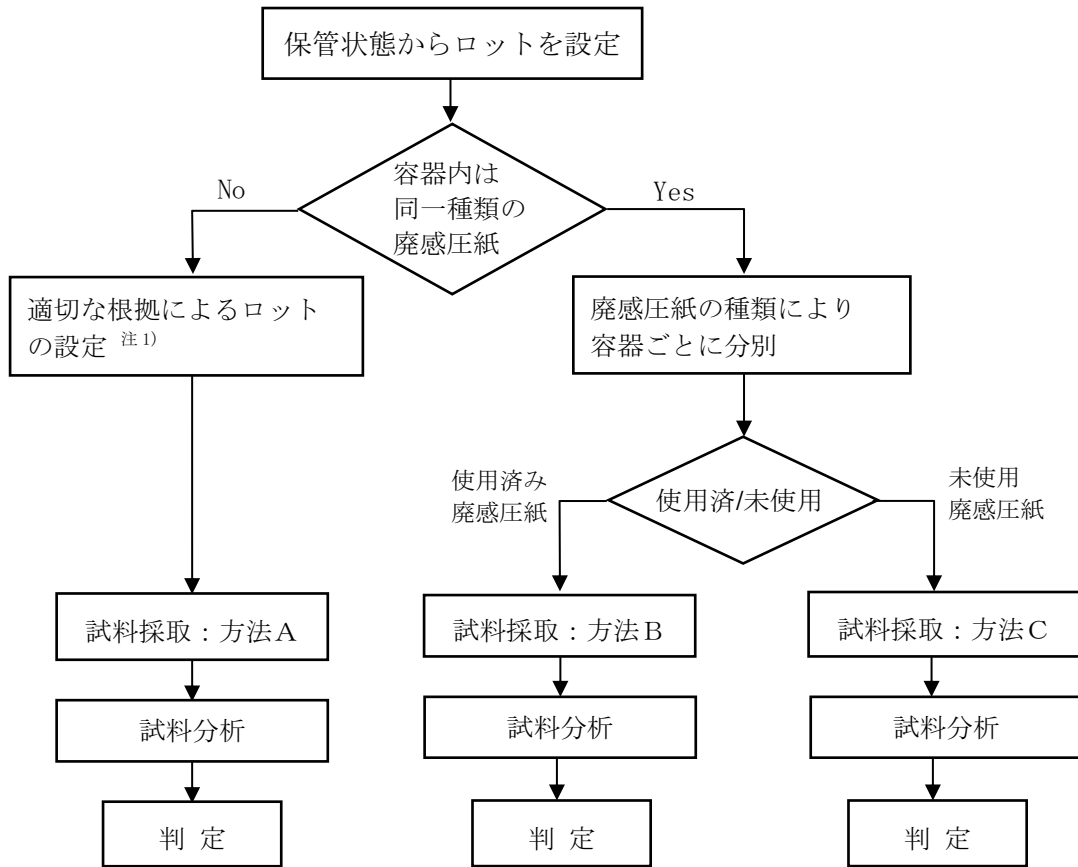
ただし、廃感圧紙の保管場所では、複数種の廃感圧紙が雑多に容器に入れられたり、大小様々なロットで種類別に区分けされて容器に入れられたりして保管されている。そのため、実際の保管状況を踏まえて一定のルールに従って分析用の試料を適切に採取し、マイクロカプセルに内包された PCB を抽出して分析することで、確実に 5,000 mg/kg 以下のものであるかどうかを慎重に判断することが重要となる。

本書では、基本的に JIS K0060-1992 の「産業廃棄物のサンプリング方法」に準拠しつつ、保管実態も踏まえて保管中の廃感圧紙を適切にロット分けし、その一部を採取して PCB 濃度分析用の試料を調製する方法について示した。また、分析結果を基に低濃度 PCB 廃棄物に区分された廃感圧紙を保管場所で適正に選別して容器詰めし、無害化処理認定施設等に搬出するまでの作業を、信頼性を確保しつつ実施するための留意事項についても記載した。

2. 廃感圧紙の試料採取フロー

保管場所に保管された廃感圧紙をロット分けし、PCB 濃度分析用の試料(インクリメント)を採取するフローを次ページに示す。

【分析用試料採取のフロー】



【試料採取：方法A】

- ①容器から JIS K0060-1992 の 2 倍の数のインクリメントをランダムに採取^{注2)}
- ②各インクリメントの全ての廃感圧紙について、複数個所から 10 mm 角程度の試料を切り出し、合計 50 g 程度以上を採取^{注3)}
- ③混合・縮分して 5 g 程度の試験試料を調製

【試料採取：方法B】

- ①容器から JIS K0060-1992 に従った数のインクリメントをランダムに採取
- ②重量 20 g 程度となるように各インクリメントから使用済み廃感圧紙を採取
- ③採取した廃感圧紙全てを 10 mm 角程度に細断^{注3)}
- ④混合・縮分して 5 g 程度の試験試料を調製

【試料採取：方法C】

- ①重量 20 g 程度の未使用廃感圧紙を 1 組単位で採取
- ②採取廃感圧紙全てを 10 mm 角程度に細断^{注3)}
- ③混合・縮分して 5 g 程度の試験試料を調製

注 1： ・ 主な廃感圧紙の種類、保管量により適切な区分を設定する。
 ・ 適切に区分することが困難な場合は 1 容器（約 25 kg）を 1 ロットとする。
 ・ 保管された廃感圧紙の種類ごとに再分類してもよい。

注 2： ・ 廃感圧紙が束で保管されていない場合は、5～10 cm 程度の厚みとなる量の廃感圧紙をランダムに採取する。
 ・ 各インクリメントの束ごとにできるだけランダムな位置から採取する。

注 3： ・ 事務用パンチ器具を用いた穿孔くずを試料としてもよい。

3. 試料採取方法

3.1 試料採取場所の養生

試料の採取場所は、PCB 特別措置法で届出された事業場所内の室内（室内温度 30 °C 程度以下）で行うこととし、床面に養生シートを敷くなど、紙くず類の飛散による汚染に配慮する。

3.2 ロットの設定

(1) 前提

- ① 廃感圧紙は、段ボール箱・プラスチック製衣装ケース・ドラム缶・ビニール袋等の容器で保管されているものとする。
- ② 保管廃感圧紙は、容器ごとに可能な範囲で同一の種類・性状等のものをまとめて 1 ロットとする。

(2) 容器に複数種の廃感圧紙が混在して保管されている場合

- ① 次の条件に従ってロット分けが可能かを検討する。
 - ア) 保管状態に基づく量によるロットの設定（例：1 パレット）
 - イ) 主な廃感圧紙の種類によるロットの設定（過半数が同一種類の廃感圧紙）
※ 容器内の廃感圧紙の種類ごとに再分類してもよい。
- ② 上記①に従って、選別されたそれぞれを 1 ロットとする。
- ③ 上記①に従ってロット分けが困難な場合は、1 容器（約 25 kg）を 1 ロットとする。

(3) 容器ごとに特定の種類廃感圧紙が保管されている場合

- ① 容器ごとの廃感圧紙が次の項目等によって選別が可能かを検討する。
 - ア) 使用済み廃感圧紙、未使用廃感圧紙の選別
 - イ) 使用済み廃感圧紙について、種類・製造年・製造業者等による選別
 - ウ) 未使用廃感圧紙について、種類・製造年・製造業者等による選別
- ② 上記①に従って、できるだけ詳細に選別する。
- ③ 選別されたそれぞれを 1 ロットとする。

(4) 記録

ロット設定や選別した根拠が適切であることを示す試料採取記録を作成する。

記録する項目として次の各項目が挙げられる。また、採取したインクリメントからの分析用試料の採取状況（写真）も併せて記録する。

保管事業者名、保管場所、分析試料採取日、分析実施者、分析試料採取者、選別後の廃感圧紙の種類及び数量、写真（保管場所、選別前の廃感圧紙の保管状況、分析試料採取作業状況、選別後の廃感圧紙の保管状況等）

3.3 インクリメント数の設定

(1) 前提

- ① インクリメントは、保管されている廃感圧紙の1束を基本単位とする。
- ② 廃感圧紙が束の状態では保管されていない場合には、ランダムに採取した廃感圧紙を5～10 cm程度の厚みに束ね、インクリメントとする。

(2) 当該ロットに複数種の廃感圧紙が混在して保管されている場合

- ① 1ロットの全ての容器から所定数のインクリメントを採取する。
- ② 各容器からのインクリメントの必要数は、JIS K0060-1992、4.4.2 (2) 及び (3) 備考に準拠して式 a) により算出し、さらに 同解説 3.1 (2) (a) に従い、「特に慎重を要する場合」に相当するものとしてインクリメントの必要数をその2倍とする。

$$N=n/m \quad \dots \text{式 a)}$$

N：各容器からのインクリメントの必要数。小数点以下を切上げた整数。

n：JIS K0060-1992、表2の必要最小個数（1 t 未満*1：6、1～5 t*2：10）

*1) 40 容器程度以下、*2) 40～200 容器程度

m：容器数（≥2）（m=1の場合は、N=3）

- ③ 容器数ごとの必要インクリメント数等を表4に示す。

(3) 当該ロットが、同一種類の使用済み廃感圧紙である場合

- ① 1ロットの全ての容器から所定数のインクリメントを採取する。
- ② 各容器からのインクリメントの必要数は、JIS K0060-1992、4.4.2 (2) 及び (3) 備考に準拠し、式 a) により算出する。
- ③ 容器数ごとの必要インクリメント数等を表4に示す。

(4) 当該ロットが同一種の未使用廃感圧紙の場合

- ① 製品1組の単位で同一性状と考えられることから、インクリメント数は設定しない。

3.4 分析用試料の調製

(1) ロットが複数種の廃感圧紙からなる場合

- ① 全容器から3.3(2)に示した数のインクリメントをランダムに採取する。
- ② 各インクリメントの全ての廃感圧紙について、複数か所から10 mm角程度の試料を切り出し、合計50 g程度以上となる量を採取する。
- ③ 10 mm角程度の切り出し試料に替えて、事務用パンチ器を用いてφ6 mm程度に穿孔し、その穿孔くずを採取して試料としても良い。
- ④ 採取した試料をよく混合した後に縮分して、5 g程度の試験試料とする。

表4 保管容器数と必要インクリメント数等

容器数 m	複数種の廃感圧紙が混在 (必要インクリメント: JIS規定の2倍)		同一種の廃感圧紙 (必要インクリメント: JIS規定)	
	必要インクリメント数 2N	総インクリメント m×2N	必要インクリメント数 N	総インクリメント m×N
1	6	6	3	3
2	6	12	3	6
3	4	12	2	6
4	4	16	2	8
5	4	20	2	10
6	2	12	1	6
7	2	14	1	7
8	2	16	1	8
9	2	18	1	9
10	2	20	1	10
11~20	2	22~40	1	11~20
21~30	2	42~60	1	21~30
31~50	2	62~100	1	31~50

(2) ロットが同一種類の使用済み廃感圧紙からなる場合

- ① 全容器から 3.3(3)に示した数のインクリメントをランダムに採取する。
- ② 全てのインクリメントから合計重量 20 g 程度となる使用済み廃感圧紙を採取する。
- ③ 採取した全ての廃感圧紙について、ハサミ等を用いて 10 mm 角程度に細断する。
- ④ 10 mm 角程度の細断試料に替えて、事務用パンチ器を用いてφ6 mm 程度に穿孔し、その穿孔くずを合計重量 20 g 程度となるよう採取して試料としても良い。
- ⑤ 細断試料又は穿孔くず試料をよく混合した後に縮分して、5 g 程度の試験試料とする。

(3) ロットが同一の未使用廃感圧紙からなる場合

- ① 適宜選定した 2~3 容器 (1 容器の場合はその容器) から合計で 20 g 程度となる廃感圧紙を一組単位で採取する。
- ② 採取した全ての廃感圧紙について、ハサミ等を用いて 10 mm 角程度の大きさに細断する。
- ③ 10 mm 角程度の細断試料に替えて、事務用パンチ器を用いてφ6 mm 程度に穿孔し、その穿孔くずを合計重量 20 g 程度となるよう採取して試料としても良い。
- ④ 細断試料又は穿孔くず試料をよく混合した後に縮分して、5 g 程度の試験試料とする。

3.5 試験試料の保管

調製した分析試料は、不浸透性のプラスチック製の試料保管袋 (例、チャック付アルミ袋) に入れた後に、チャック付プラスチック袋等の試料保管袋を用いて二重にして、

冷暗所で保管する。

4. 分析用試料の採取、並びに低濃度 PCB 廃棄物に区分された廃感圧紙の選別、収納及び搬出作業における留意事項

- ① 廃感圧紙の PCB 濃度の分析結果は無害化処理認定施設等に搬出可能なものであるかどうかを判断する重要な指標となるため、分析用試料の採取は分析を行う機関の担当者の指揮の下で実施するものとする。
- ② したがって、分析機関は試料採取と分析の実施において重要な役割を果たすことになるため、JIS K0060-1992「産業廃棄物のサンプリング方法」による試料採取の知識と経験を十分に有し、PCB やダイオキシン類等の分析に関する規格類（例えば ISO/IEC17025 や MLAP、環境省のダイオキシン類請負調査の受注資格など）の認証/認定/審査を受け運用している機関とし、かつ、本マニュアルに記載された試料採取方法の特に留意すべき事項等に関し十分な知識と技能を有している者が行うものとする。
- ③ 分析結果を基にして無害化処理認定施設等に搬出する廃感圧紙を選別し容器に収納する作業は、分析用試料の採取を実施した分析機関の担当者の立会の下で行うものとする。
- ④ 容器に収納された廃感圧紙を受け入れて焼却処理する無害化処理認定施設等では、処理する廃感圧紙が確実に低濃度 PCB 廃棄物であることが確認されたものだけを受け入れることになる。環境省が発出している「低濃度 PCB 廃棄物の処理に関するガイドラインー焼却処理編ー」（平成 29 年 1 月改訂）においては、低濃度 PCB 含有汚染物の受入時の事前確認として、原則、低濃度 PCB 含有汚染物であるかどうかを保管場所にて目視で確認することを求めている。したがって、可能な限り無害化処理認定施設等の担当者も選別作業に立ち会って、適正に選別作業及び容器への収納作業が行われているかどうかを確認することが適当である。
- ⑤ なお、保管されている廃感圧紙の多くは機密文書に該当するものである。このため、廃感圧紙の容器への収納作業は保管事業者の立ち会いの下、保管場所で行うことが適当であり、また、運搬中の PCB の揮散を防止することも必要であることから、収集運搬に用いる容器は無害化処理認定施設等の焼却炉への投入用の容器とし、密閉性が高いメディカルペール等を使用し、内袋を入れて、その中に収納することが必要である。

10. 廃シーリング材（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 硝酸
- オ 硫酸
- カ ヘキサン洗浄水
- キ 硫酸ナトリウム（無水）
- ク 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 共栓試験管
- イ 漏斗
- ウ フラスコ
- エ 分液漏斗
- オ ピペット
- カ メスフラスコ
- キ 超音波洗浄器
- ク 振とう機
- ケ 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）
- コ ビーカー

(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 10 ～100 g 程度を採取する。
- ② 採取した試料は、2 mm 以下のサイズに細断し、よく混合し、必要試料量を分取、秤量し、試験試料とする。ここで必要試料量とは、イ 予備試験において硝酸に溶解する場合 10 mg 程度、硝酸に溶解しない場合 0.2～0.5 g 程度とする。

イ 予備試験

- ① 共栓試験管 10 mL に、ア②で得られた試験試料 1 mg 程度を入れ、注意深く硝酸 2 mL 程度を加え、溶解するかどうかを確認する。^{注1)}
- ② 硝酸に溶解する場合、ポリサルファイド系シーリング材である可能性が高く、PCB も高濃度に含有している可能性がある。^{注2)}

ウ 事前測定(予備試験で硝酸に溶解する場合)予備試験において硝酸に溶解する場合、高濃度の PCB 含有シーリング材か否かを判定するため、事前に PCB 濃度を測定する。

- ① 共栓試験管 20 mL に、ア②で得られた試験試料 10 mg 程度を入れる。
- ② ヘキサン 5 mL を添加し、試料を分散した状態で、硝酸 5 mL を加えて溶解させる。^{注 1)}注 2)
- ③ 共栓試験管の内容物を全て分液漏斗に移し、5 分間振とうする。
- ④ ヘキサン層を分離し、フラスコに入れる。
- ⑤ ヘキサン 5 mL を元の分液漏斗に加え、2 回目の抽出を行う。
- ⑥ 2 回目のヘキサン層を④のヘキサン溶液に合わせる。
- ⑦ 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。^{注 3)}
- ⑧ 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。
- ⑨ 窒素吹き付けにより濃縮し、ヘキサンで 10 mL に定容したものを高濃度の PCB 含有シーリング材の判定用の試料溶液とする。
- ⑩ 後述する オ 前処理及び測定及び第 3 章の低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用手順書に従って PCB 濃度を測定する。PCB 含有量が 5,000 mg/kg を超過する試料は高濃度 PCB 廃棄物である。^{注 4)}

なお、PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下と推定された場合は、再度、エ 抽出とオ 前処理及び測定を実施する。

エ 抽出

予備試験において硝酸に溶解しない場合、及び、ウ事前測定において PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下と推定された場合、低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断及び低濃度 PCB 汚染物の該当性判断のために、PCB 濃度を測定する。

- ① 共栓試験管 20 mL に、ア②で得られた試験試料 0.2~0.5 g 程度を入れる。
- ② ヘキサン 5 mL を添加し、試料を分散した状態で、硝酸 5 mL を添加し反応が収まってから、硫酸 5 mL を加えて溶解させる。^{注 1)}
- ③ 共栓試験管の内容物を全て分液漏斗に移し、5 分間振とうする。
- ④ ヘキサン層を分離し、フラスコに入れる。
- ⑤ ヘキサン 5 mL を元の分液漏斗に加え、2 回目の抽出を行う。
- ⑥ 2 回目のヘキサン層を④のヘキサン溶液に合わせる。
- ⑦ 分液漏斗中に溶解しない固形試料が残っている場合、分液漏斗の内容物を、ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過する等して固形試料のみを取り出す。固形試料に付着した硝酸又は硫酸を水洗後、固形試料に付着した余分な水分を取り除く。
- ⑧ 別のフラスコに⑦で得られた固形試料を入れ、トルエン 10 mL を加え、超音波洗浄器等を用いて 15 分程度抽出する。^{注 5)}
- ⑨ 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。
- ⑩ 漏斗に残った固形試料はフラスコに戻し、⑧の操作を行い、2 回目の抽出を行う。

- ⑪ ガラス繊維を敷いた漏斗でろ過し、ろ液を⑨のトルエン溶液に合わせる。
- ⑫ フラスコ内容物を適量のトルエンで 3 回洗い、洗浄液もろ過して、先のトルエン溶液に合わせる。
- ⑬ ⑫のトルエン溶液を濃縮した後、少量のヘキサンに転溶する。
- ⑭ ⑬のヘキサン溶液を⑥のヘキサン溶液に合わせる。
- ⑮ 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。^{注3)}
- ⑯ 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。
- ⑰ 窒素吹き付けにより濃縮し、ヘキサンで 10 mL に定容したものを試料溶液とする。

注 1) ポリサルファイド系シーリング材の場合は、激しく反応するので、注意深く硝酸を加える。

注 2) 容器のクロスコンタミに注意する。PCB 含有シーリング材はかなりの高濃度になる場合があるので、注意する。

注 3) 必要なら中和を行う。

注 4) 高濃度試料を分析した器具は、高濃度試料専用切り替える。

注 5) 完全に溶解し、固形試料がない場合はトルエンでの超音波抽出は省略できる。

オ 前処理及び測定

ウ⑨又はエ⑰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 「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）別表第二

I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断手順書を第 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。

また、I のうち主な簡易定量法の分析方法を適用するための低濃度 PCB 汚染物の該当性判断手順書を第 4 章に示す。

(4) 判定

ア 低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断基準

(3) で求めた試料の PCB 含有量が 5,000 mg/kg 以下であること。（及び PCB 処理物の卒業基準又は PCB 汚染物の該当性判断基準を超えていること。）

なお、定量下限値を 50 mg/kg 以下とする。

イ 低濃度 PCB 汚染物の該当性判断基準

(3)で求めた試料の PCB 含有量が 0.5 mg/kg 超であること。(及び 5,000 mg/kg 以下であること。)

なお、定量下限値を 0.5 mg/kg 以下とする。

備考

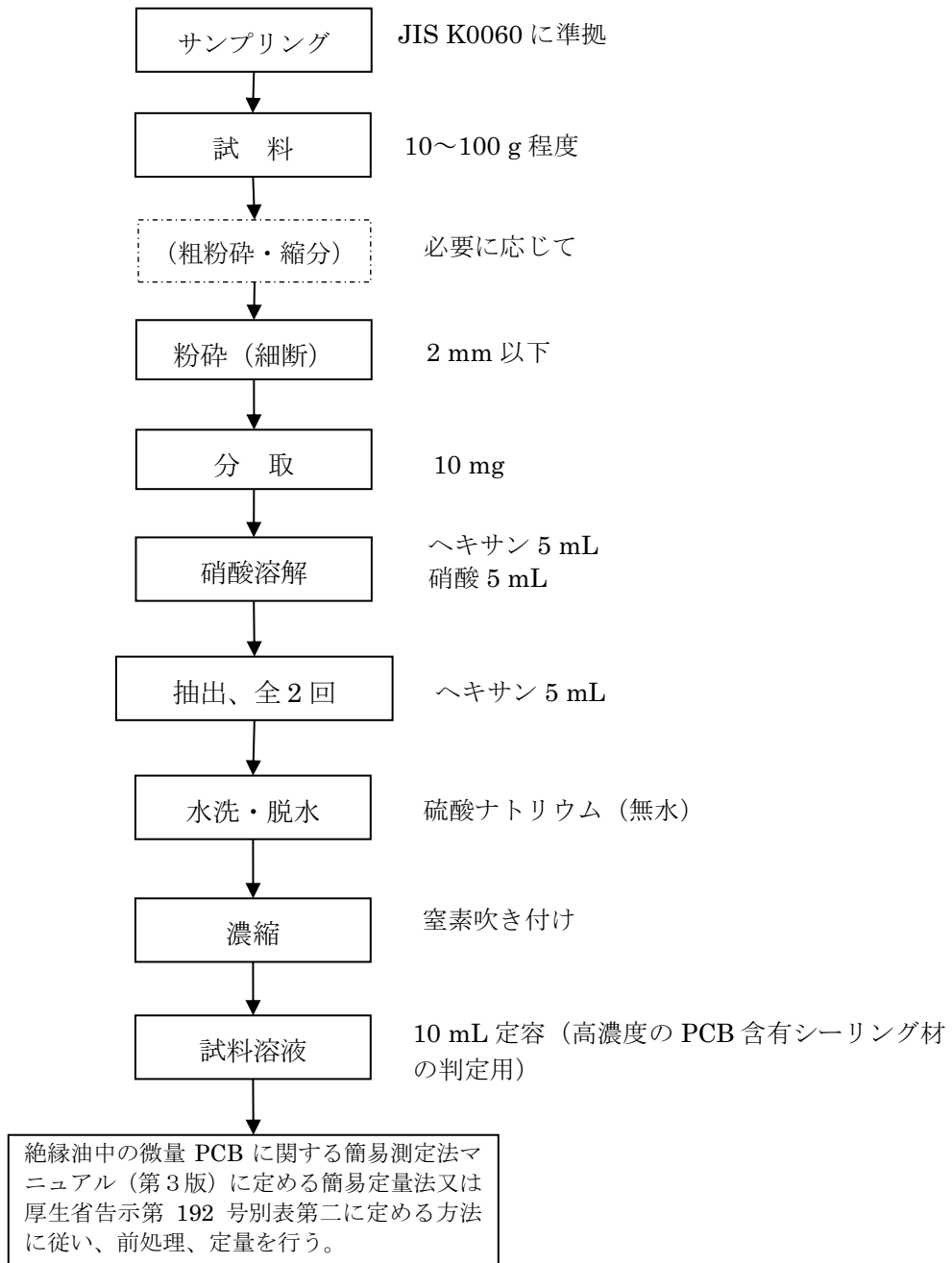
この試験方法における用語、試薬、器具及び装置その他の事項でこの試験方法に定めがないものについては、(3)オの I 又は II に定めるところによる。

(参考)

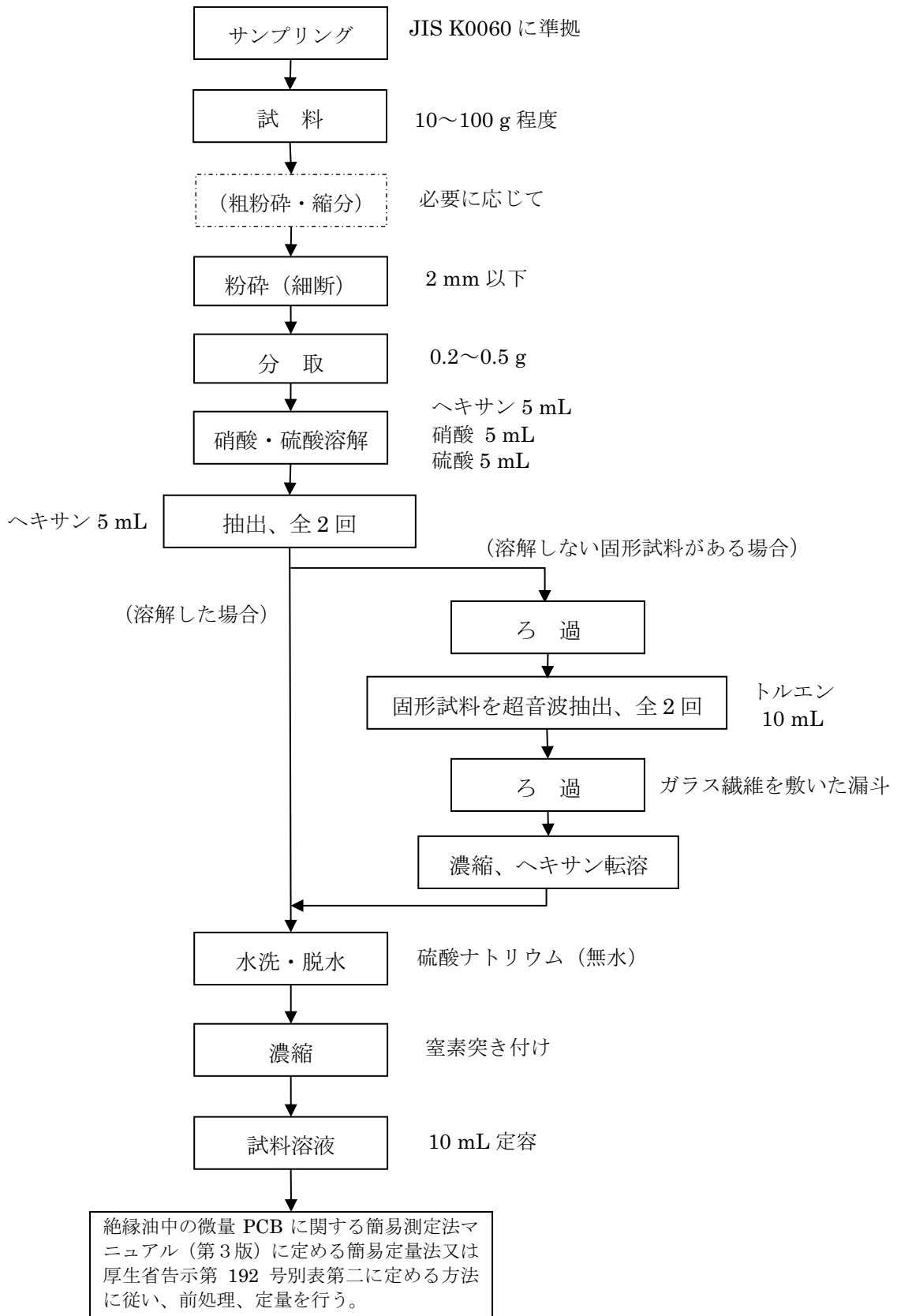
廃シーリング材の取扱いや PCB 含有分析に際しての注意事項等については、日本シーリング材工業会の「PCB と建築用シーリング材」を参考にする。なお、建物の改修(補修)又は解体に際して、建築物等からシーリング材サンプルを採取する場合は、同工業会の「PCB 含有判定のシーリング材サンプル採取マニュアル」を参考にする。

○ ホームページの URL : <http://www.sealant.gr.jp/tec/pcb>

フローチャート：廃シーリング材（含有量試験）（事前測定用）



フローチャート：廃シーリング材（含有量試験）（低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断及び
低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用）



第3章 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）に記載の分析方法を適用するための手順書（低濃度 PCB 含有廃棄物の該当性判断用）

対象簡易定量法

- 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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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 (2,000 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 (2,000 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

PCB濃度 (mg/kg) = PCB標準溶液の濃度 (μ g/mL)

$$\times \frac{\Sigma CB_2(\%)}{\Sigma CB_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{希釈溶液の分取液量 (mL)}} \times 100 \text{ (希釈倍率)}$$

ii) 表面拭き取り試験の場合

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

iii) 表面抽出試験の場合

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

留意事項

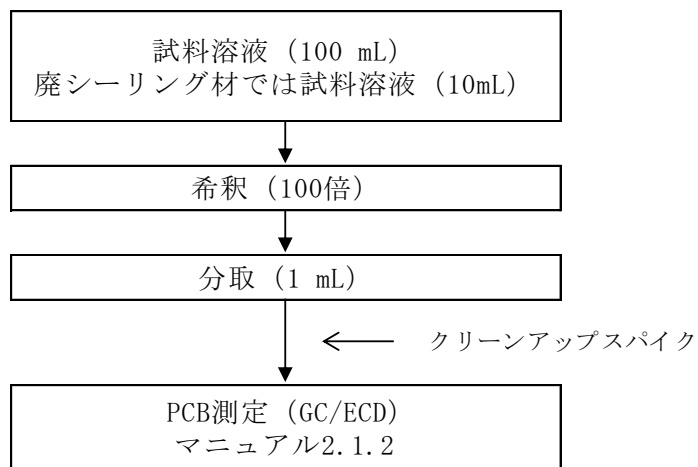
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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、2,000 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。

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

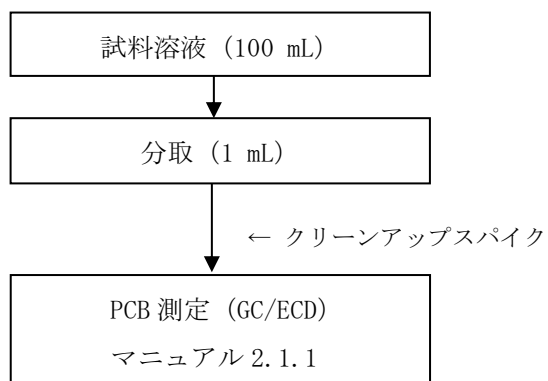
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シーリング材は 10 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 (2,000 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 (2,000 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

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

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

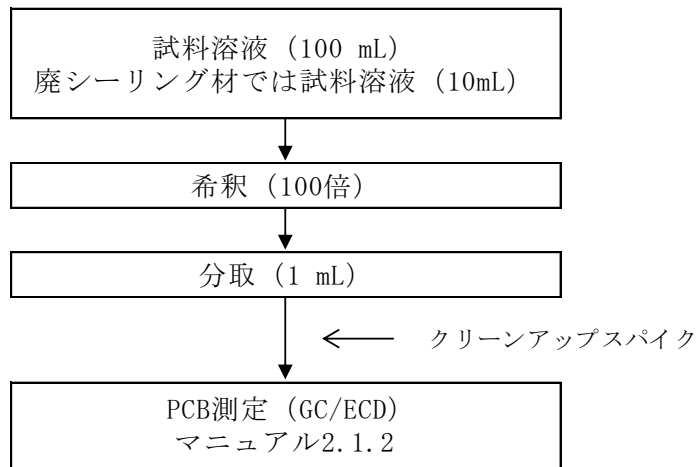
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%) }{\Sigma\text{CB}_0(\%) } \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)} }{\text{付着物量 (mg)} } \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)} }{\text{試料溶液の分取液量 (mL)} } \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

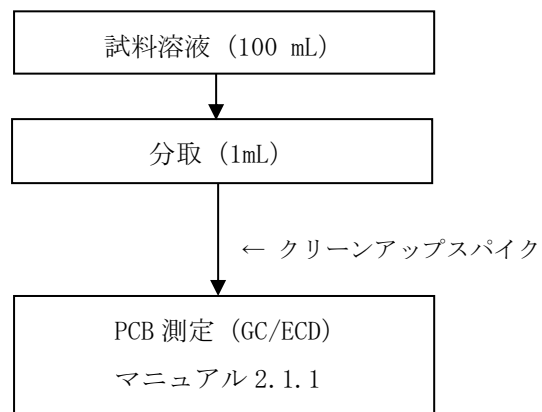
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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

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

iii) 表面抽出試験の場合

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

留意事項

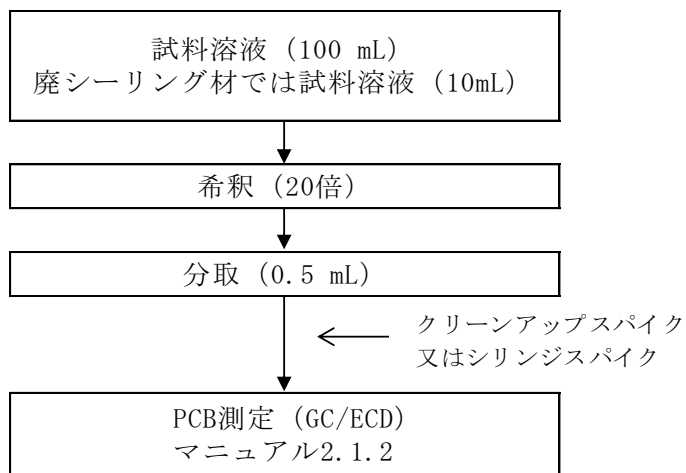
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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 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。

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

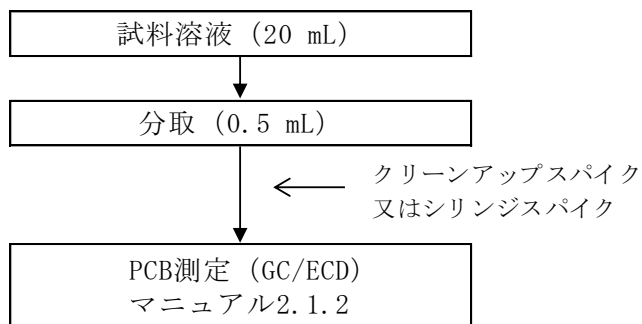
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シリング材は 10 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

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

ii) 表面拭き取り試験の場合

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

iii) 表面抽出試験の場合

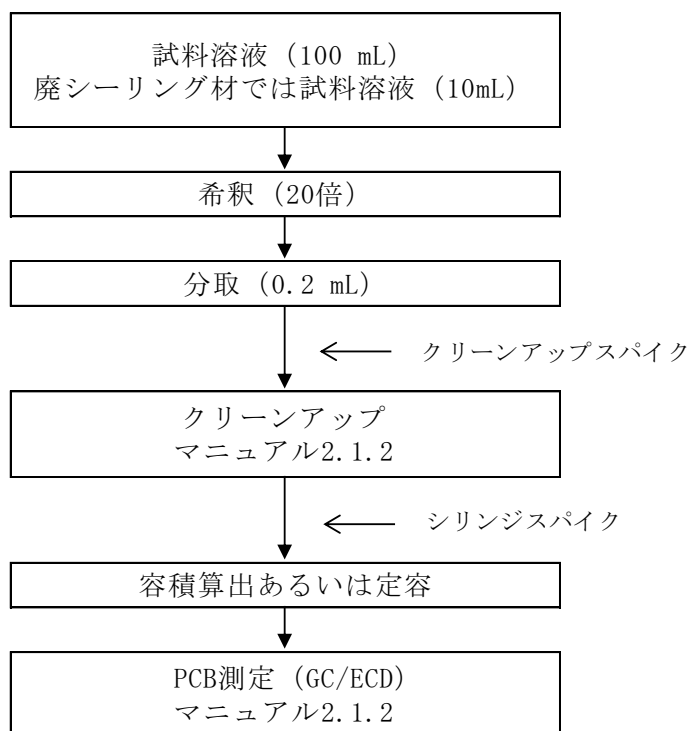
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 } (\mu\text{g/mL}) \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

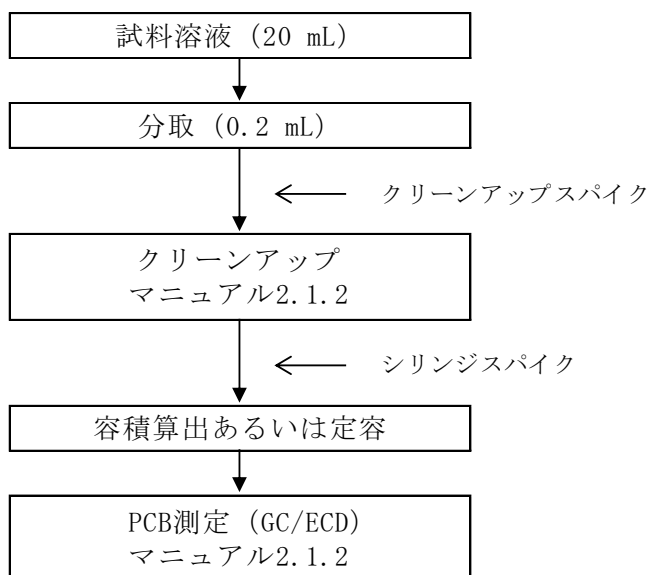
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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と同じ。

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

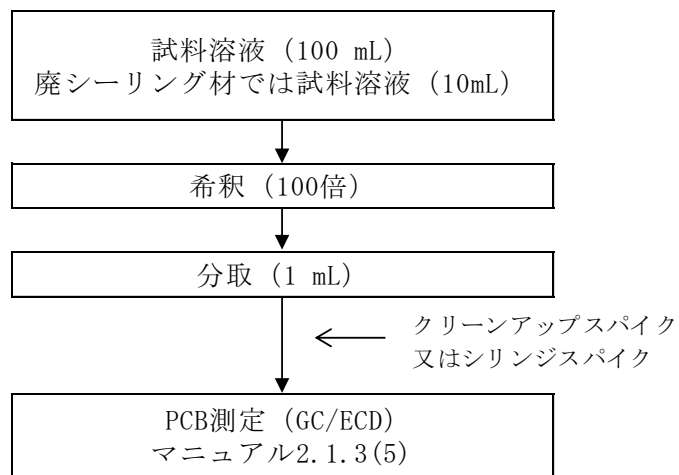
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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、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。

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

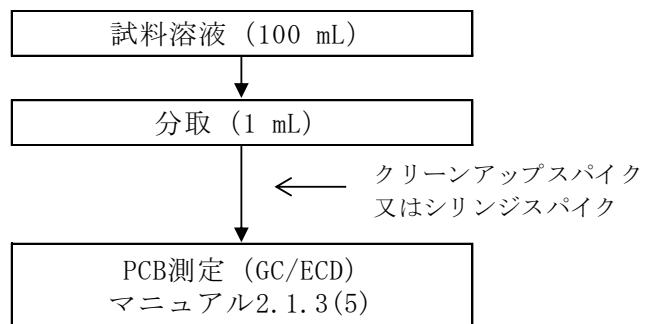
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シリング材は 10 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

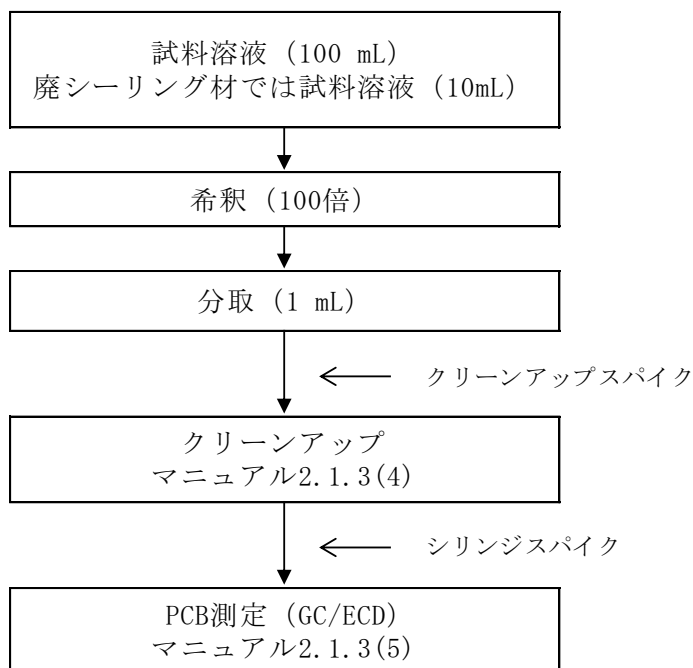
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

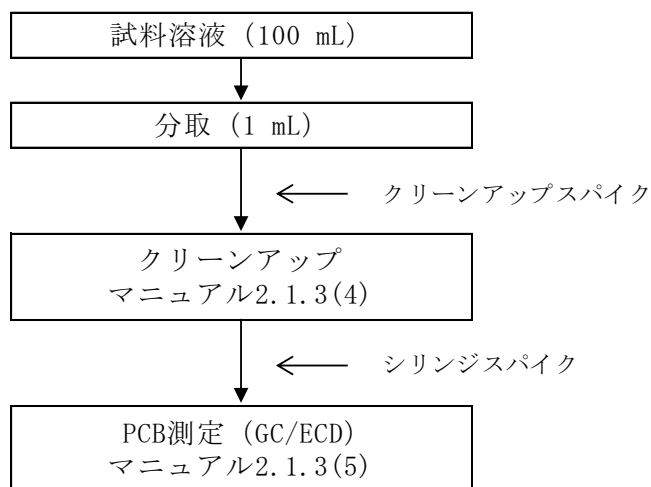
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 2.1.4 (以下「マニュアル 2.1.4」という。)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 (廃シーリング材は 10 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

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

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

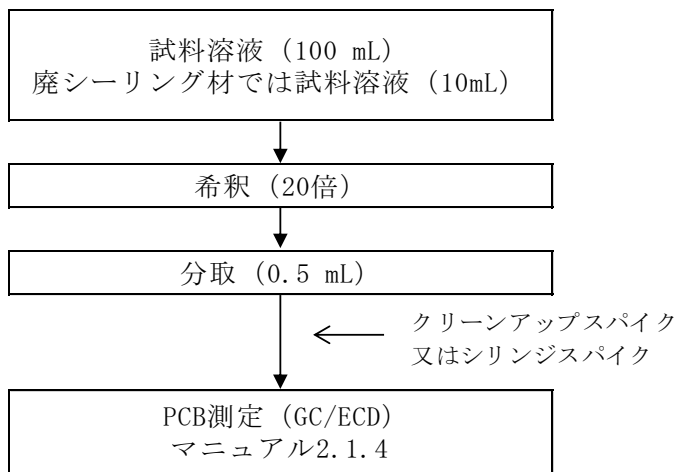
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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。

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

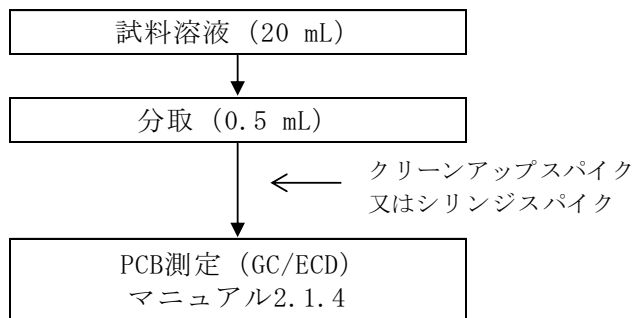
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シリング材は 10 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 (2,000 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 表面拭き取り試験

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 (2,000 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

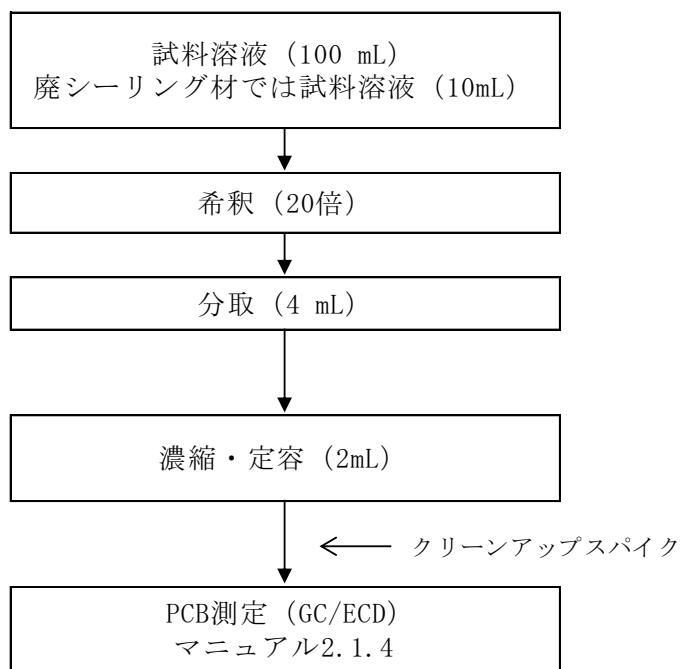
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2(\%)}{\Sigma\text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

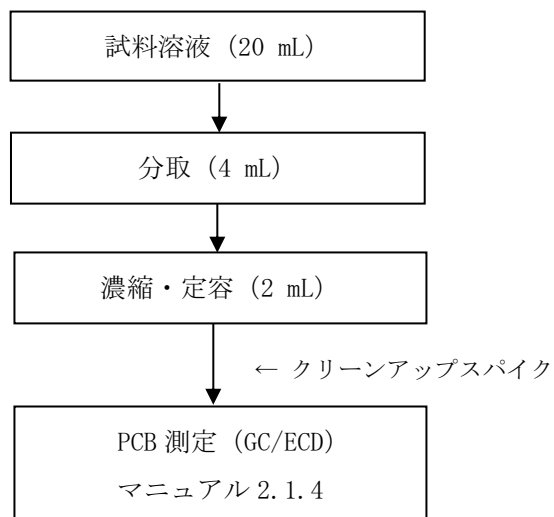
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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硫酸シリカゲルクロマトグラフィー等による精製を行う場合がある。

(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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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

当該塩素化合物の濃度 (mg/100 cm²) =

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

iii) 表面抽出試験の場合

当該塩素化合物の濃度 (mg/kg) =

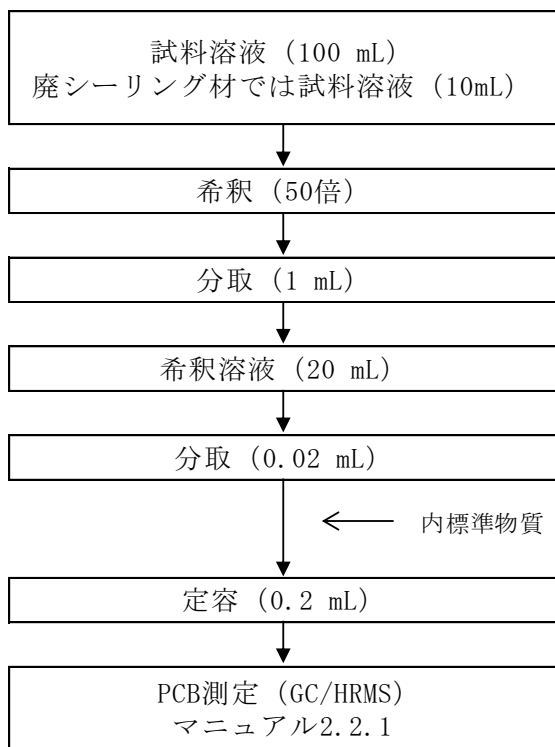
$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{測定溶液に添加した内標準物質の量} (\mu\text{g})}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ \times \frac{1}{\text{付着物量} (\text{mg})} \times \frac{\text{試料溶液量} (\text{mL})}{\text{試料溶液の分取液量} (\text{mL})} \times 20 (\text{希釈倍率}) \times 1000$$

留意事項

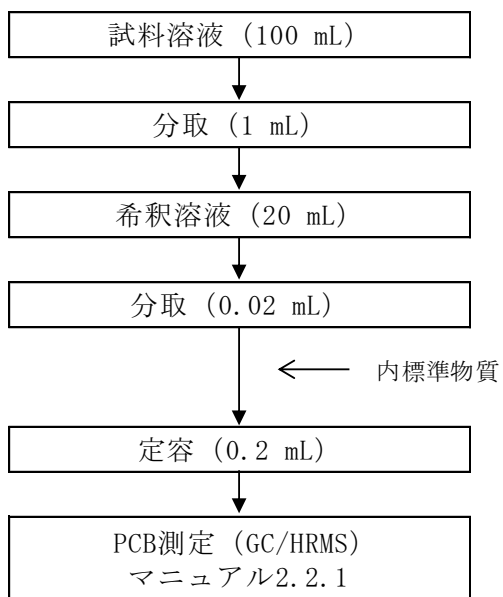
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

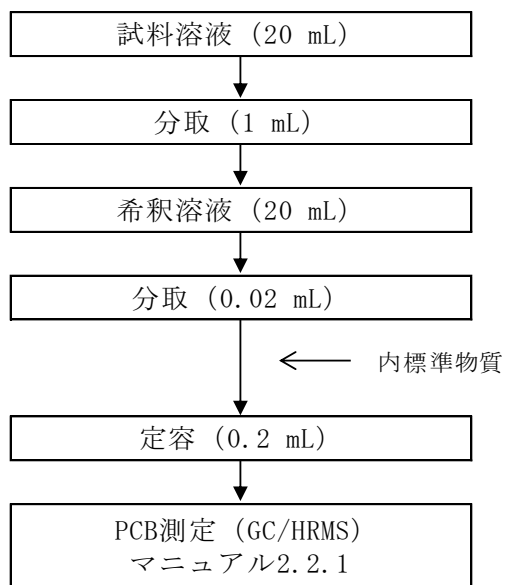
i) 含有量試験の場合



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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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

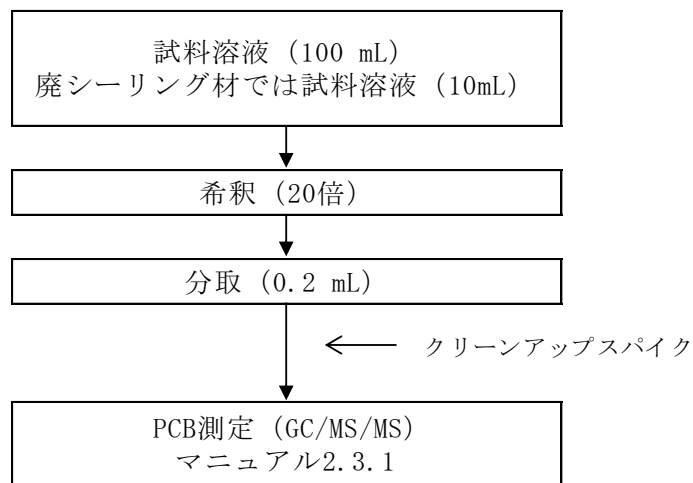
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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 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。

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

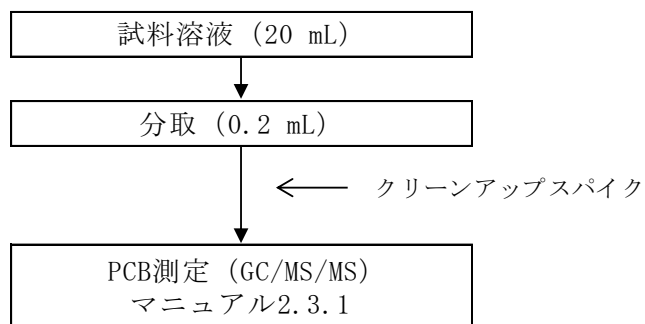
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シーリング材は 10 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。

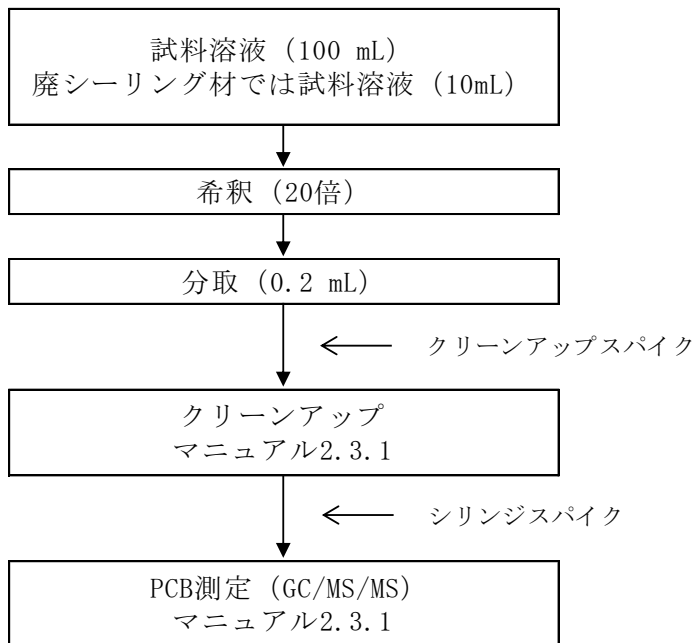
ウ 測定 1. (2)イに同じ。回収率の確認は、マニュアル 2.3.1 (5)2)g に準じる。

留意事項

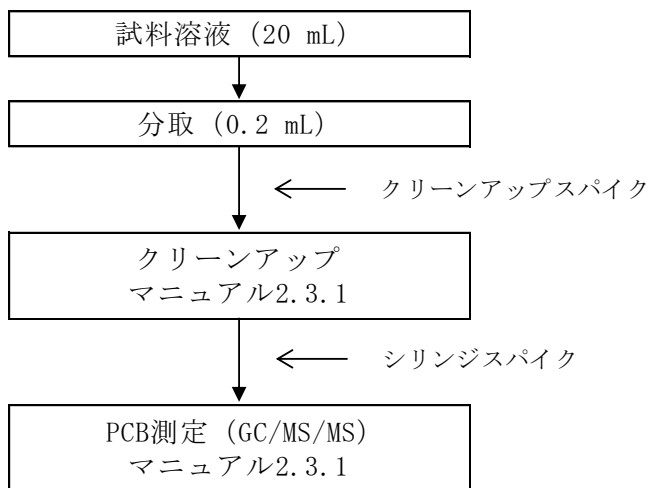
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って分析する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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」という。)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 (廃シーリング材は 10 mL) に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキササンで正確に 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

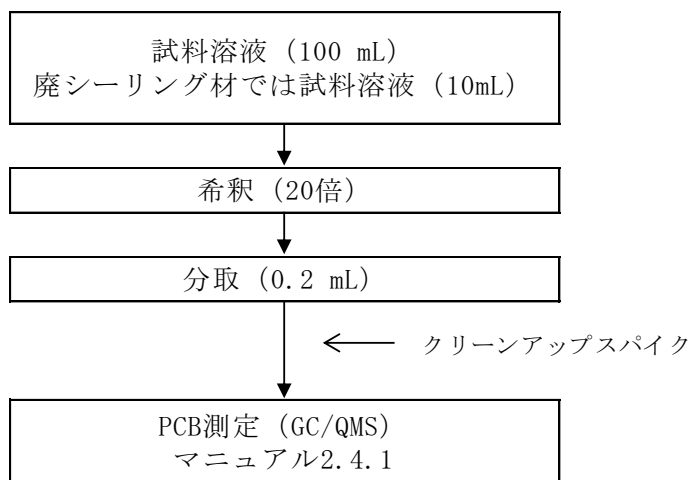
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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。

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

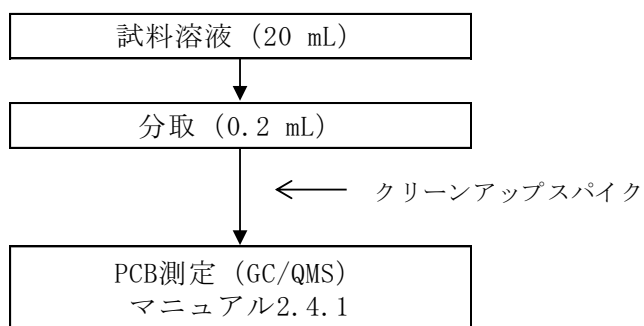
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シーリング材は 10 mL) に定容した試料溶液の一部を正確に分取し、ヘキササンで正確に 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。

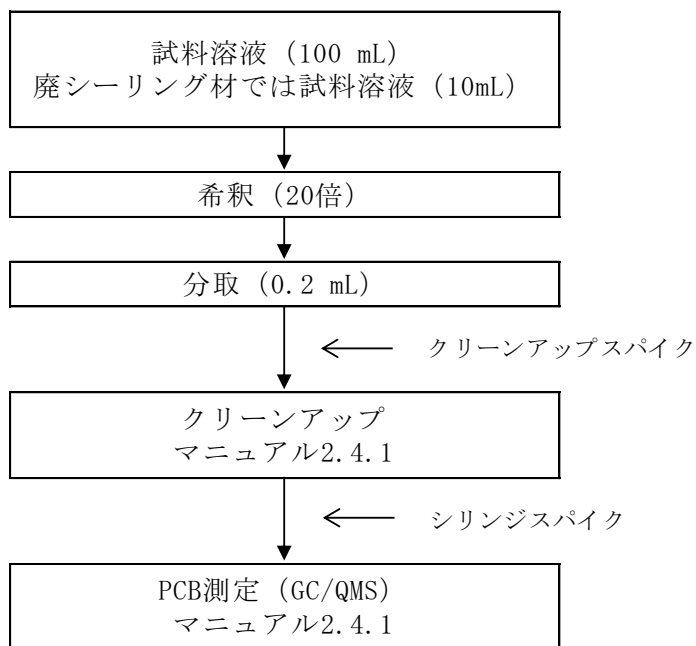
ウ 測定 1. (2)イに同じ。回収率の確認は、マニュアル 2.4.1 (5)3)b に準じる。

留意事項

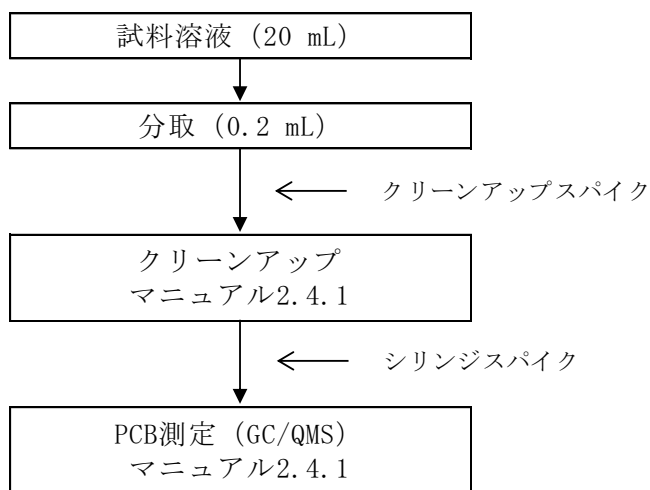
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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」という。)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 (廃シーリング材は 10 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 濃度の範囲で行うこと。

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

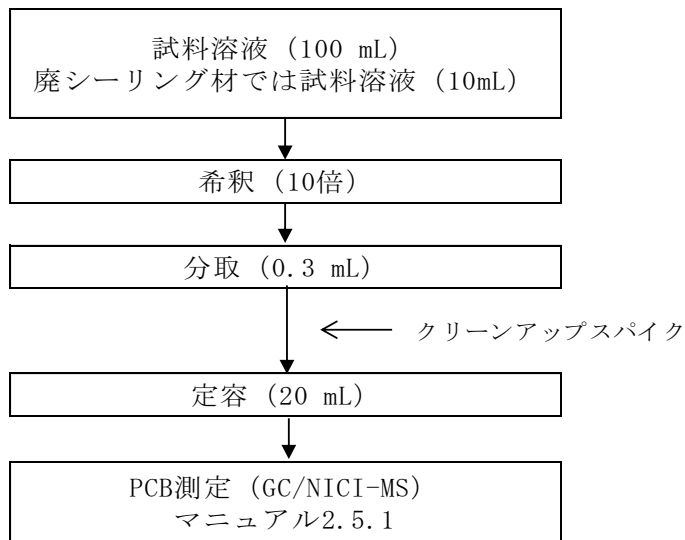
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 精製が不要であると判断するには、測定溶液のクロマトグラムにおいて、妨害物質等がクロマトグラムに影響を及ぼしていないことの確認が必要である。具体的には、精度管理の章を参照して、総合的に精製要否の判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、精製が必要な場合の方法で再分析する。
- 次に掲げる式によって内標準物質の回収率 (%) を求める。本回収率は、精製操作を省略する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、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。

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

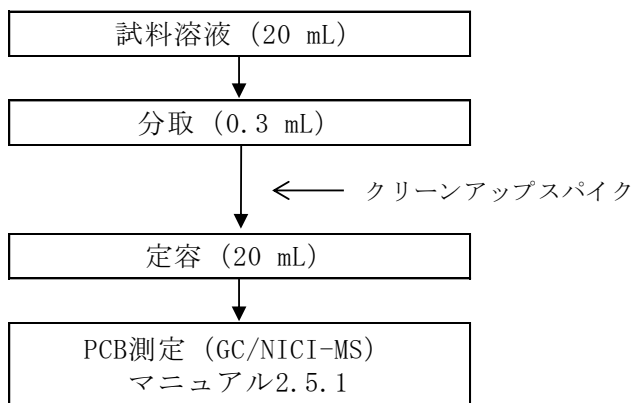
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

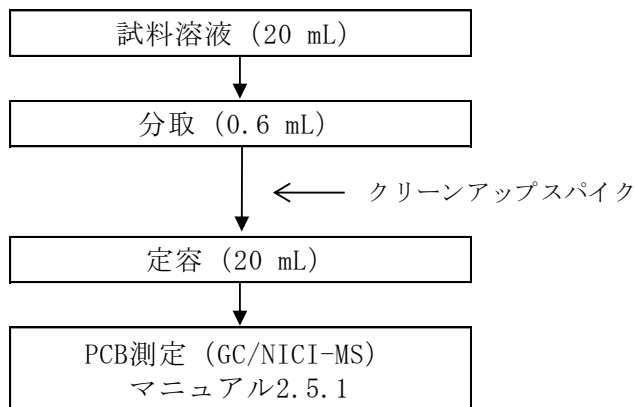
i) 含有量試験の場合



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 (廃シーリング材は 10 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

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

ii) 表面拭き取り試験の場合

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

iii) 表面抽出試験の場合

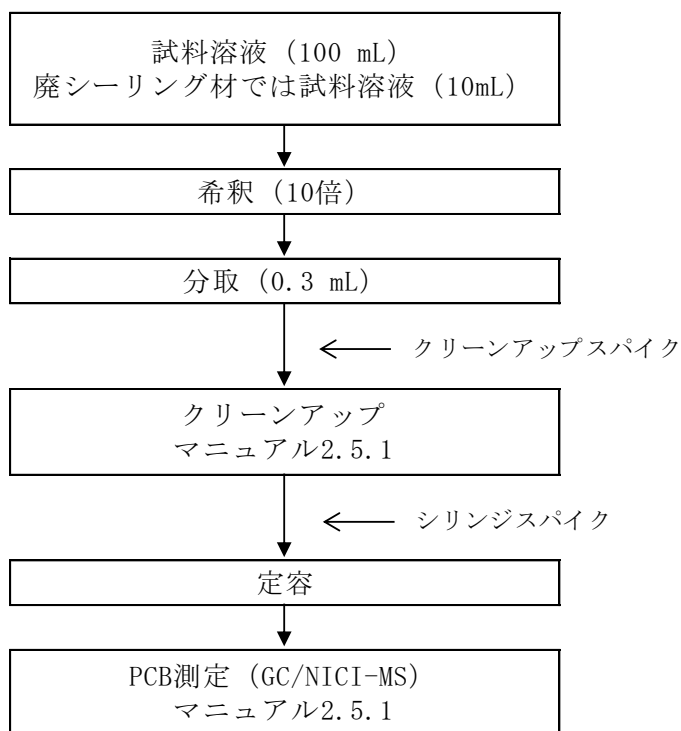
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma\text{CB}_2\text{ (\%)}}{\Sigma\text{CB}_0\text{ (\%)}} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{付着物量 (mg)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times 1000$$

留意事項

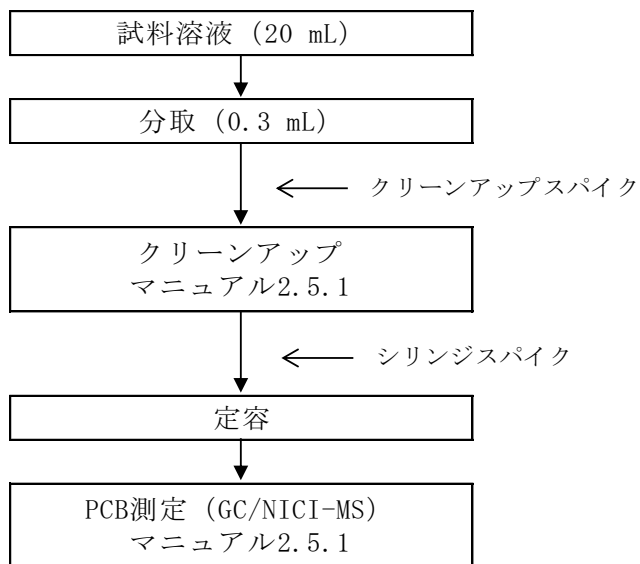
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg (表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²) 以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品 (例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600) と組成が異なった試料の測定には適用できない。

フローチャート

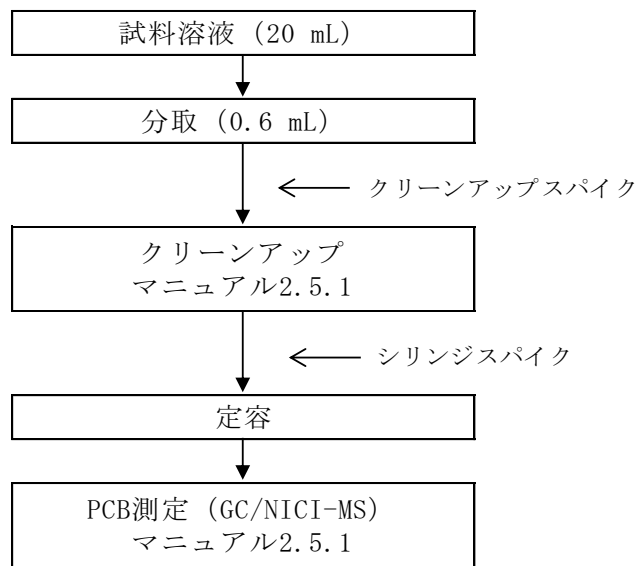
i) 含有量試験の場合



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 (以下「マニュアル 2.7.1」という。)における(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 (廃シーリング材は 10 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

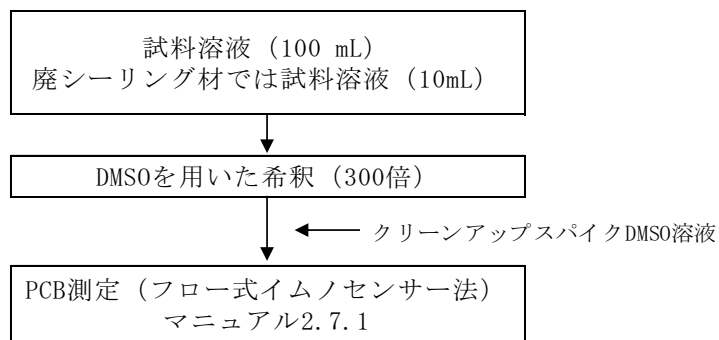
- 本法の下限値は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）以下とする。表面拭き取り試験と表面抽出試験において、試料中の PCB 濃度が高いと想定される場合にはヘキサンにより 20 mL に定容した試料溶液の濃縮操作を省略する。
- 精製要否の判断には、試料の定量値の変動係数 (C. V. (%)) や、試料測定後の校正溶液の分析値等の確認が有効である。具体的には、精度管理の章を参考として総合的に判断を行う。その結果、精製が必要であると判断された場合は、「精製が必要な場合」の方法で再分析する。
- クリーンアップスパイク DMSO の回収率は、次にあげる式に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

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

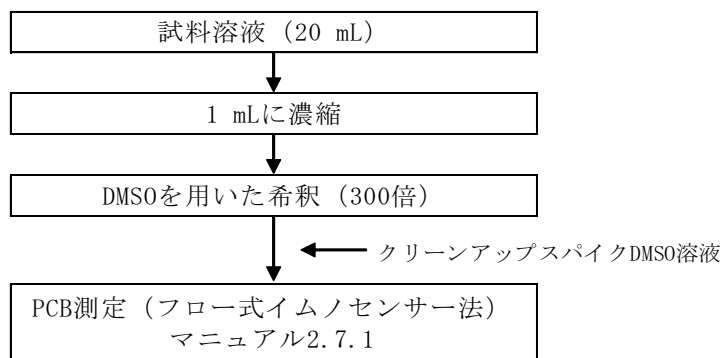
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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 (廃シリング材は 10 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

9.1(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) 9.1(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

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

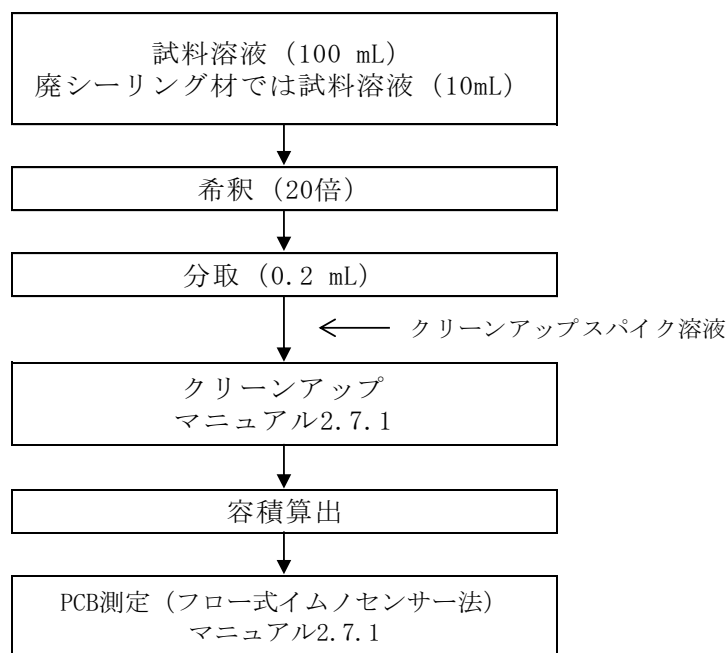
※測定系の希釈率：抗体溶液やバッファー溶液による試料溶液の希釈率

留意事項

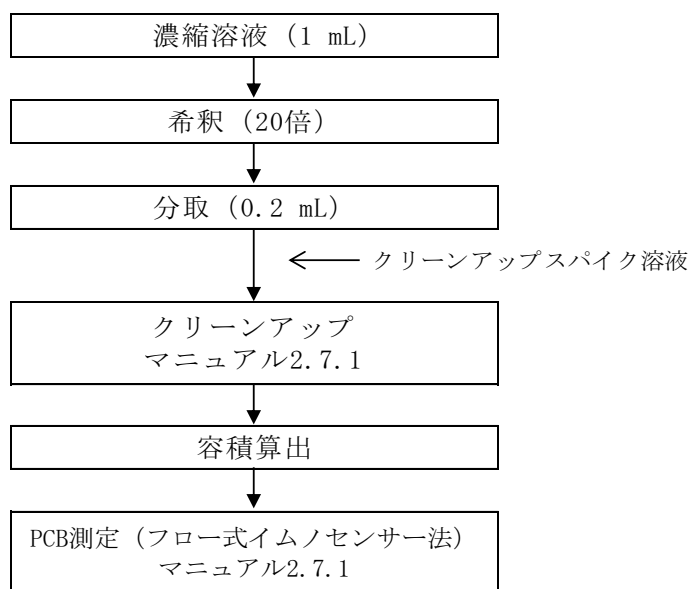
- 本法の定量下限値は 50 mg/kg（表面拭き取り試験の場合は 0.01 mg/100 cm²）以下とする。含有量試験の場合、試料溶液中の PCB 濃度が高くなることが想定されるため、希釈操作を必要とした。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、分析の困難な試料が存在することが考えられる。このような試料については、告示 192 号別表第二で定める方法に従って測定する。
- 本法の測定は、PCB 製品（例えば KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）と組成が異なった試料の測定には適用できない。

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。

第4章 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）に記載の分析方法を適用するための手順書（低濃度 PCB 汚染物の該当性判断用）

対象簡易定量法

- 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
- 2.2.1 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) 試薬、器具及び装置

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

100 mL (廃シーリング材は 10 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 (2,000 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。

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。

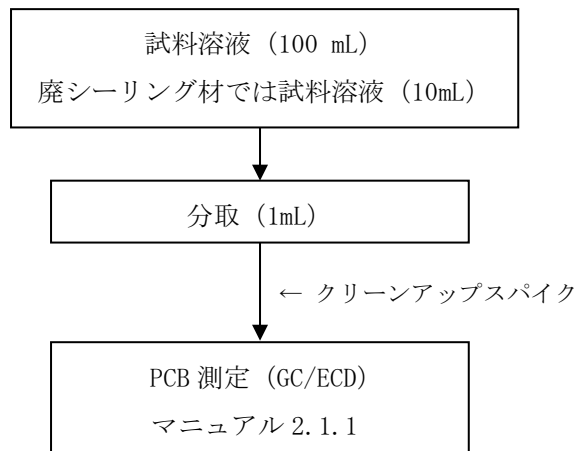
③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

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

留意事項

- 本法の定量下限値は 0.5 mg/kg 以下とする。
- 試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- 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



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

(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

100 mL (廃シーリング材は 10 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、窒素吹き付けにより 0.2 mL 程度まで濃縮する。このとき試料由来成分が析出する場合は、少量のアセトンで溶解させてから、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。

イ 前処理 マニュアル 2.1.2 (4)2) に準じる。

ウ 測定

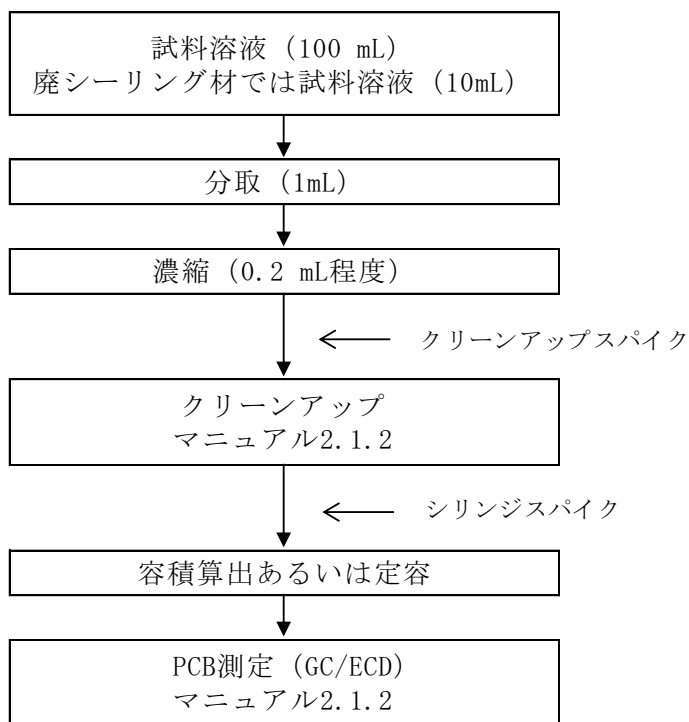
- ① 測定条件 マニュアル 2.1.2 (5)1) に準じる。
- ② 試料の測定及び定性 (ピーク同定) 方法 マニュアル 2.1.2 (5)2) に準じる。
- ③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

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

留意事項

- ・本法の定量下限値は 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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



3. 「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硫酸シリカゲルクロマトグラフィー等による精製を行う場合がある。

(1) 試薬、器具及び装置

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

100 mL (廃シーリング材は 10 mL) に定容した試料溶液から 2 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。

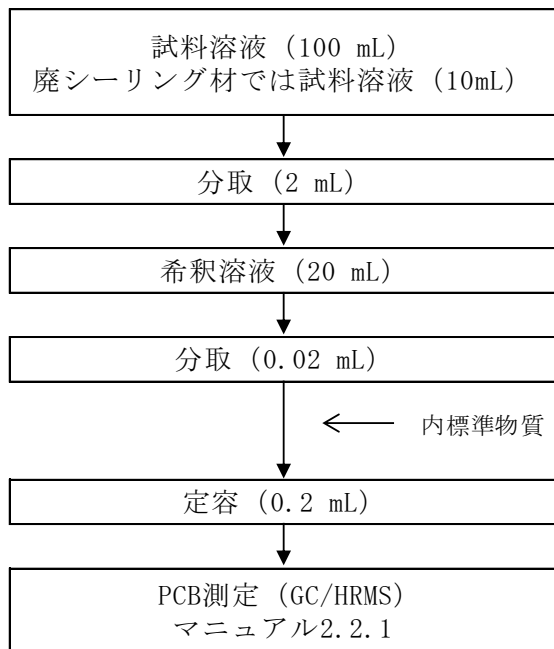
当該塩素化合物の濃度 (mg/kg) =

$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{測定溶液に添加した内標準物質の量} (\mu\text{g})}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \times \frac{1}{\text{試料量} (\text{g})} \times \frac{\text{試料溶液量} (\text{mL})}{\text{希釈溶液の分取液量} (\text{mL})} \times 10 (\text{希釈倍率})$$

留意事項

- ・本法の定量下限値は 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、分析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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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



4. 「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

(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

100 mL (廃シーリング材は 10 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、窒素吹き付けにより 0.2 mL 程度まで濃縮する。このとき試料由来成分が析出する場合は、少量のアセトンで溶解させてから、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。

イ 前処理 マニュアル 2.3.1 (4) に準じる。

ウ 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。

当該塩素化合物の濃度 (ng/g) =

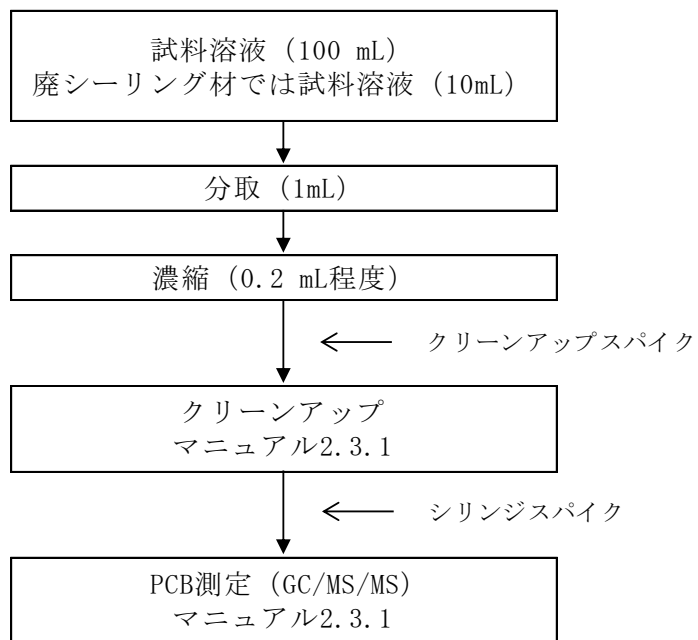
$$\frac{\text{当該塩素化合物のピーク面積} \times \text{試料に添加した内標準物質の量 (ng)}}{\text{当該塩素化合物に対応する内標準物質のピーク面積} \times \text{RRF}} \\ \times \frac{1}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}}$$

④ 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 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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



5. 「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

(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

100 mL (廃シーリング材は 10 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、窒素吹き付けにより 0.2 mL 程度まで濃縮する。このとき試料由来成分が析出する場合は、少量のアセトンで溶解させてから、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。

イ 前処理 マニュアル 2.4.1 (4)2) に準じる。

ウ 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。

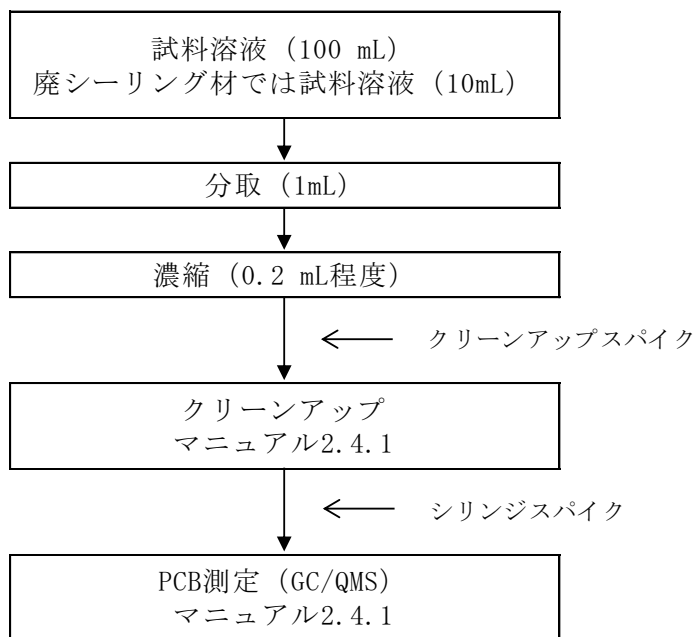
$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB検出量の総和 (}\mu\text{g)} \\ \times \frac{1}{\text{試料量 (g)}} \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{試料溶液の分取液量 (mL)}}$$

- ④ 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 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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



6. 「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

(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

100 mL に定容した試料溶液を、ロータリーエバポレーター等を使用して 10 mL まで濃縮する。ただし、廃シーリング材では 10 mL に定容した試料溶液を 1 mL まで濃縮する。その濃縮液から 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。

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。

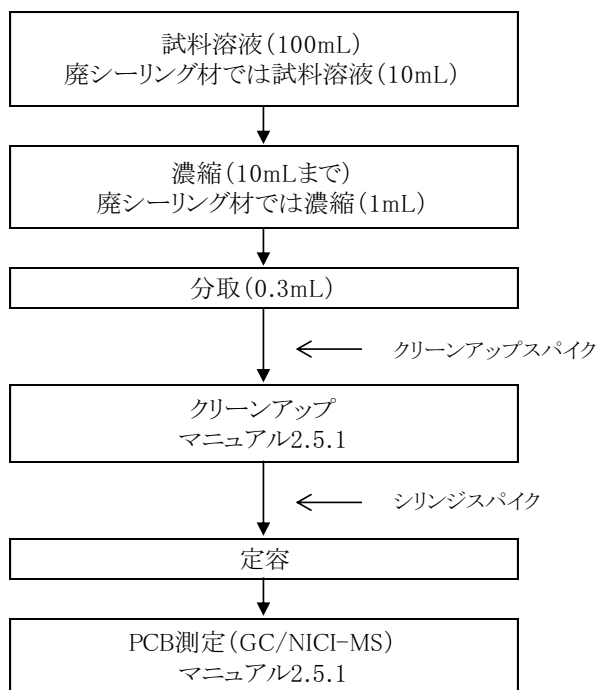
③ 定量法 次に掲げる式によって試料の PCB 濃度を求める。

$$\text{PCB濃度 (mg/kg)} = \text{PCB標準溶液の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times \frac{\Sigma \text{CB}_2(\%)}{\Sigma \text{CB}_0(\%)} \times \frac{\text{測定溶液の量 (mL)}}{\text{試料量 (g)}} \\ \times \frac{\text{試料溶液量 (mL)}}{\text{濃縮試料溶液の分取液量 (mL)}} \times \frac{100}{\text{クリーンアップスパイクの回収率 (\%)}} \times \frac{1}{10} (\text{濃縮倍率})$$

留意事項

- ・本法の定量下限値は 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・必要に応じて硫酸処理等を追加で実施し、スルホキシドカートリッジによる処理を行う。
- ・サンプル濃度や測定機器の感度に応じて、定量下限を確保できる範囲内で適宜、濃縮又は希釈を行う。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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



7. 「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

(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

100 mL に定容した試料溶液を、ロータリーエバポレーター等を使用して 20 mL まで濃縮する。ただし、廃シーリング材では 10 mL に定容した試料溶液を 2 mL まで濃縮する。その溶液から 0.2 mL をマイクロチューブに秤量し、50 ng/mL のクリーンアップスパイク溶液 160 μ L を添加し、秤量する。

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。

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

※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

- ・本法の定量下限値は 0.5 mg/kg 以下とする。
- ・試料によっては、本法に従ってもなお、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、別の簡易定量法への変更又は告示 192 号別表第二に従って測定する。
- ・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

