



【既報】第 17 回環境化学討論会, 高橋知史, 口頭発表(神戸; 2008 年)

機器分析による絶縁油中 PCB 測定のための迅速前処理法

高橋知史, 本田克久

愛媛大学 農学部 環境産業科学研究室 (〒790-8566 愛媛県松山市樽味 3-5-7)

Rapid Pretreatment for Measurement of PCB in Insulating Oil by Instrumental Analysis

Tomofumi Takahashi, Katsuhisa Honda

Environmental Science for Industry, Ehime University (3-5-7, Tarumi, Matsuyama City, Ehime, 790-8566, Japan, TEL:+81-89-946-9970, FAX:+81-89-946-9980, E-mail: tomo-tak@agr.ehime-u.ac.jp)

【はじめに】

絶縁油に混入した微量 PCB を, 短時間にかつ低廉な費用で測定できる方法の確立が望まれている。日本に現存するトランス, コンデンサ等の電気機器約 600 万台の絶縁油が微量 PCB 混入恐れの対象だからである。絶縁油中 PCB 分析が煩雑といわれる由縁は, 鉱物油中の芳香族炭化水素の前処理に起因する。我々は迅速・安価・簡便・精確な迅速前処理法を開発した^{1,2)}。本法を各種機器分析で性能評価した結果を報告する。

【迅速前処理用カラムと操作フロー】

迅速前処理用カラムと操作フローを Fig.1,2 に示す。精製カラムは上から硫酸シリカゲル, 硝酸銅シリカゲル, 硝酸銀シリカゲルを積層している。濃縮カラムは

独自開発した高性能アルミナを充填している。操作は, 絶縁油約 0.1g を 80 の精製カラムで 30 分保持し, 冷却後ヘキサン 20ml を流下する。PCB が吸着した濃縮カラムを取り外し, 乾燥後 200 μ l のトルエンで PCB を溶出する。カラム, 操作法は簡便なため安価なシステムとなり, 全工程は 2 時間で完了する利点がある。

【TIC による迅速前処理法の精製能力評価】

使用済みトランス油(A), コンデンサ油(B,C)の迅速前処理前後の TIC(GC-MS)を Fig.3 に示す。処理前 B,C 油のみ TIC 強度をそれぞれ 1/3, 1/6 に縮小し, それ以外は同一スケールで図示した。処理後ベースラインが平坦なことより, トランス油, コンデンサ油によらず, 本法により絶縁油成分が高度に除去されたこと

が分かる。これは、加熱併用精製カラムによる芳香族炭化水素等の分解除去と、濃縮カラムによる絶縁油成分の選択的分離作用により得られる結果である。

【PCB 定量妨害成分の除去能力評価】

迅速前処理を行った絶縁油における PCB 定量時のクロマトグラムを Fig.4 に示す。絶縁油は KC-MIX (GL 社製) を添加した新油 (JIS 1 種 4 号 JOMO 製) を用いた。測定には GC-ECD, GC-QMS, GC-MS/MS の 3 機種を用いた。なお GC-QMS と GC-MS/MS については、絶縁油成分の妨害を最も受け易い 3 塩素化 PCB のクロマトグラムのみを示した。いずれの機器においてもベースラインはほぼ平坦で安定しており、PCB ピーク形状も良好であった。迅速前処理法により絶縁油成分を十分に除去できた結果、PCB 定量操作が非常に容易に、かつ確度の高い定量結果が期待できる。

【迅速前処理法 vs 告示法 PCB 定量値の相関】

20 種類の絶縁油 [PCB 濃度(告示法): 3.0mg/kg 以下) について、迅速前処理法と平成 4 年厚生省告示第 192 号別表第二による PCB 定量値の相関図を Fig.5 に示す。いずれの機器においても相関係数 R は +0.98 以上であり、極めて強い相関が得られた。

【迅速前処理法による PCB 定量値の再現性】

基準値 0.50mg/kg 付近の PCB を含有する 6 種類の絶縁油を用い、繰り返し数 3 にて本法の再現性(精度)を 3 機種で評価した結果が Fig.6 である。変動係数は全データ 18 個とも 15% 以下、17 個が 10% 以下、その内 14 個が 5% 以下であった。本法は非常に高い精度を有す。

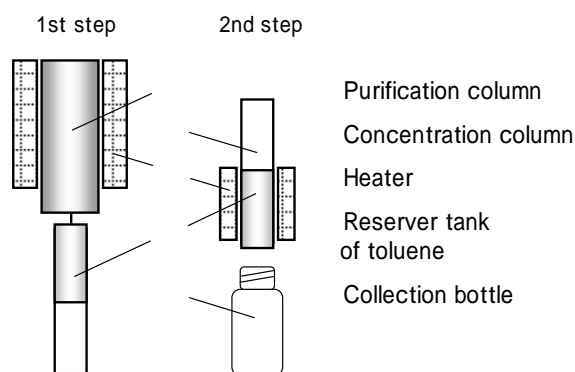


Fig.1 Column for rapid pretreatment

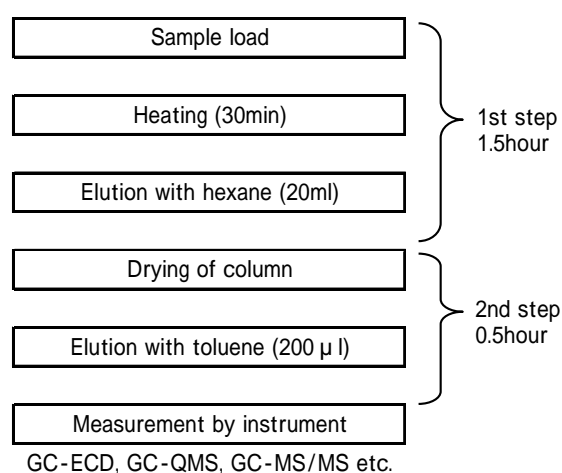


Fig.2 Procedure of rapid pretreatment

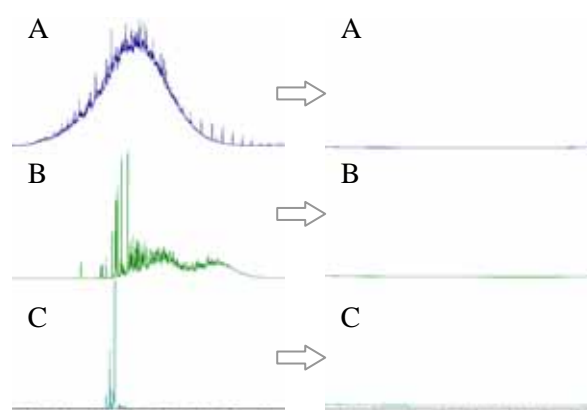


Fig.3 TIC of oils at 500mg/L
Before(Left) and after(Right) rapid pretreatment

【結論】

本法は絶縁油中 PCB 定量の精度と確度を向上する迅速、安価、簡便な前処理法である。PCB 問題早期解決に向け本法の貢献を期待すると共に、多くの

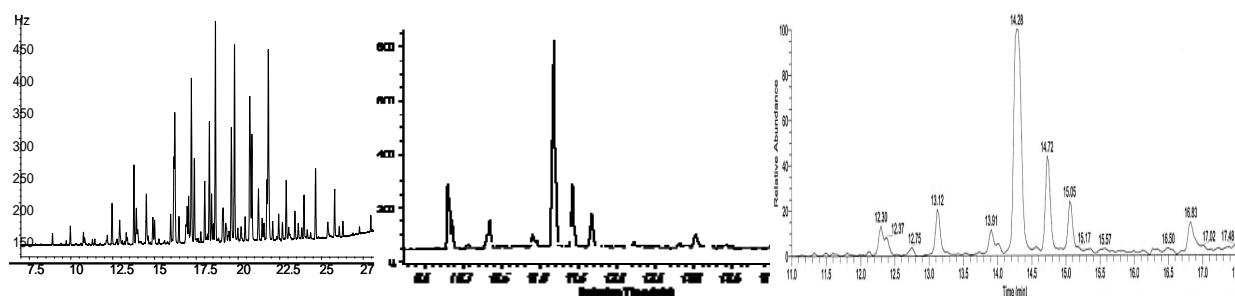


Fig.4 Chromatogram after rapid pretreatment : GC-ECD(Left),GC-QMS(Center),GC-MS/MS(Right)

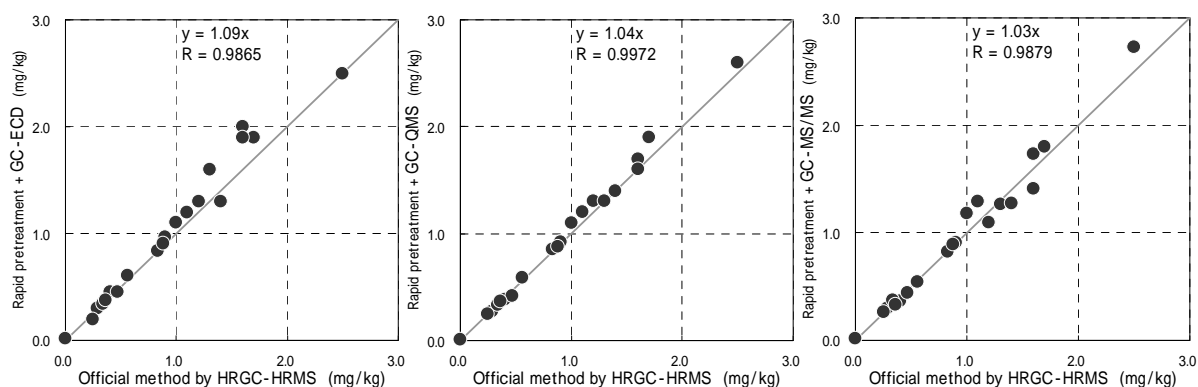


Fig.5 Correlation diagram (Rapid vs Official method) : GC-ECD(Left),GC-QMS(Center),GC-MS/MS(Right)

分析機関が一丸となって絶縁油中 PCB 測定を進めて頂く事を切に願います。

【参考文献】

- 1) 高橋:第 16 回環境化学討論会要旨集,p424(2007)
- 2) 高橋:第 18 回廃棄物学会講演論文集,p309(2007)

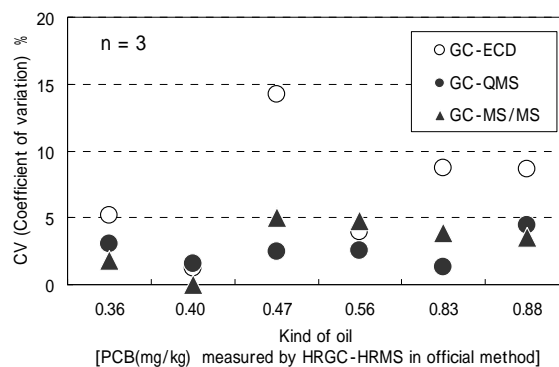


Fig.6 Accuracy of rapid pretreatment



グリーンテクノロジーを創成する

三浦環境科学研究所

愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430
 TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351

三浦工業株式会社
<http://www.miuraz.co.jp>