



【既報】講演要旨：第 16 回環境化学討論会 (2007)

PCB 汚染油のイムノアッセイ向け迅速前処理法

高橋知史¹⁾, 野島博明¹⁾, 伊藤雅幸²⁾, 大坪功²⁾, 澤田石一之¹⁾, 本田克久¹⁾

1) 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)

2) 株式会社 アイシン・コスモス研究所 (〒448-8650 愛知県刈谷市八軒町 5-50)

Rapid Pretreatment of PCB Pollution Oil for Immunoassay

Tomofumi Takahashi¹⁾, Hiroaki Nojima¹⁾, Masayuki Ito²⁾, Isao Otsubo²⁾, Kazuyuki Sawadaishi¹⁾, Katsuhisa Honda¹⁾

1) 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)

2) AISIN COSMOS R&D CO., LTD (5-50, Hachiken, Kariya City, Aichi, 448-8650, Japan, TEL: +81-566-24-9293, FAX: +81-566-24-9045)

【はじめに】

PCB 汚染した電気絶縁油の選別 (PCB スクリーニング) が急務である。

平成 13 年制定の PCB 特措法にて、平成 28 年 7 月までに全ての PCB 廃棄物の処理が義務付けられた。しかし、その後の調査で、現存する電気機器約 600 万台のうち約 2~3 割が低濃度 PCB 汚染機器に該当することが判明した¹⁾。環境省ではこれらの PCB 汚染油を焼却処理する方針であるが、低濃度 PCB 汚染は銘盤から判別できない問題点がある。安全のために全ての電気機器を焼却対象とすることは、処

理期間や処理コスト、エネルギーコストを考慮すると非現実である。そこで、PCB 濃度測定により汚染機器を選別する必要性が生まれたが、この選別に公定法²⁾を適用することはコストと分析時間の浪費といった問題点がある。以上の背景から、安価で簡便かつ迅速な PCB 分析法及び測定法の確立が早急に望まれている。我々は「固相精製 - 固相転溶」迅速前処理法を開発した。イムノアッセイ測定と組み合わせることで迅速な PCB スクリーニング法を確立したので報告する。

【固相精製 - 固相転溶法の特徴】

前処理法については、加熱併用の固相精製後の溶出液を、ジメチルスルホキシド(DMSO)抽出及びヘキサン洗浄といった手作業での溶媒転溶により(以下、固相精製 - 溶媒転溶法)、固相精製で残存したパラフィンや一部の測定妨害成分をほぼ 100%除外できることを明らかにした。しかし、溶媒転溶法は迅速性に欠ける。更なる検討の結果、アルミナを用いた固相転溶法を開発した(以下、固相精製 - 固相転溶法)。本アルミナは、我々が開発したダイオキシン類向けアルミナ³⁾⁴⁾を改良して更に高性能化したもので、絶縁油中 PCB の吸着能力が非常に優れている。更に、「固相精製 - 固相転溶法」が必要とする充填剤量と有機溶媒量は極少量のため、エバポレーターや窒素気流による濃縮操作が一切不要であり操作も簡便である。これにより2時間以下で前処理を完了することが可能となった。

【分析操作】

Fig.1 に分析フローを、Fig.2 に固相カラムを示す。絶縁油 0.1 ~ 0.2 g を 80 の精製カラムにて 30 分加熱保持する。冷却後、ヘキサン 20 ml を流下させる。PCB が吸着した転溶カラムを取り外し、加熱と窒素気流で乾燥後、転溶カラムを加熱しながら約 200 μ l の DMSO で PCB を溶出する。この溶出液をイムノアッセイにて測定する。本法の回収率は 2 ~ 9 塩素化物がほぼ 90%以上であるが、1 及び 10 塩素化物はそれぞれ加熱分解及びヘキサンに伴う流出でほぼゼロとなる。しかし、実際の汚染油は 1 及び 10 塩素化物がほとんど存在しないため、総 PCB 濃度の定量誤差はほとんど無い。

【結果】

妨害成分の精製効率

PCB 不含絶縁油 7 種類を「固相精製 - 溶媒転溶法」と「固相精製 - 固相転溶法」で前処理した。更に、

精製不足の例として「常温の多層カラム(JIS K 0311

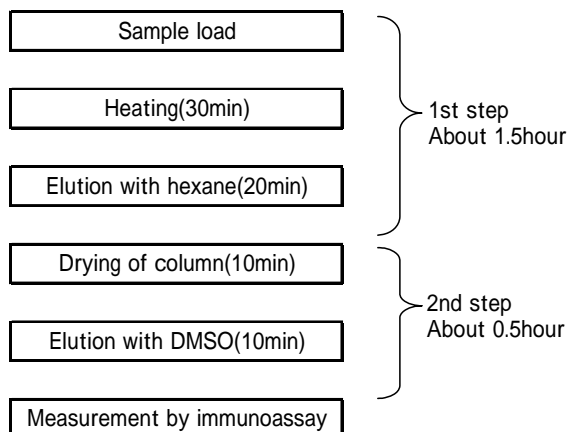


Fig.1 Procedure of rapid analysis

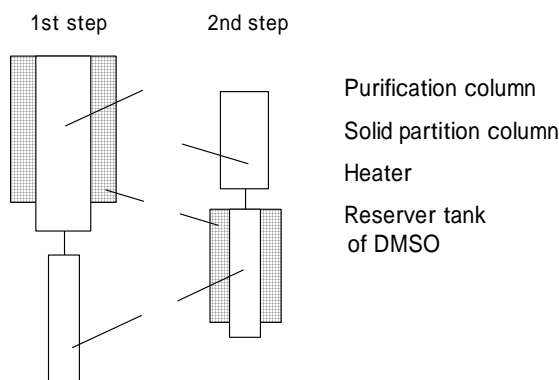


Fig.2 Columns for rapid pretreatment

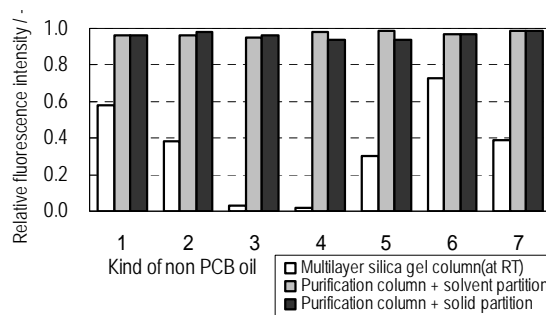


Fig.3 Purity evaluation about 7oils

参照)」で絶縁油を直接処理した。結果を Fig.3 に示す。精製効率は試薬 DMSO 蛍光強度との相対値で評価し、相対値 1.0 が精製効率 100%を示す。常温の多層カラムでは精製不足と油種のばらつきを確認した。「固相精製 - 固相転溶法」の精製効率は溶媒転溶法と同等で 90%以上を示し、油種によらず十分な

精製能力を示した。

用量応答曲線

新油(JIS 1 種 2 号松村石油製:以降同じ)を用いて KC-MIX(GL 社)が 0.040 ~ 10 mg/kg になるように調整したものを、「固相精製 - 溶媒転溶法」と「固相精製 - 固相転溶法」で前処理して測定した。結果を Fig.4 に示す。本結果より、「固相精製 - 固相転溶法」は溶媒転溶法と同様の用量応答曲線を描き、PCB 定量性に優れることが分かった。定量下限値は 0.10 mg/kg 程度であり、PCB スクリーニング法として十分な性能を示した。

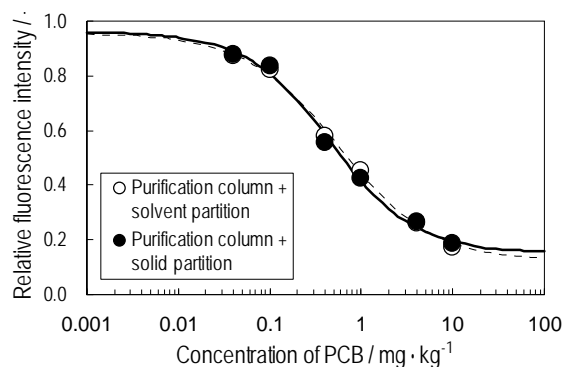


Fig.4 Dose-response curve

添加回収試験

新油を「固相精製のみ」、「固相精製 - 溶媒転溶法」及び「固相精製 - 固相転溶法」にて前処理後、KC-MIX を添加して 0.50 mg/kg に調整して測定した。結果を Fig.5 に示す。回収率は検量線での 0.50 mg/kg の蛍光強度を参照して算出した。固相精製のみでは妨害成分残存のため回収率が低下した。「固相精製 - 固相転溶法」は溶媒転溶法と同等で回収率が高く、妨害成分を排除できている。本法により絶縁油中 PCB の測定系を確立することができた。

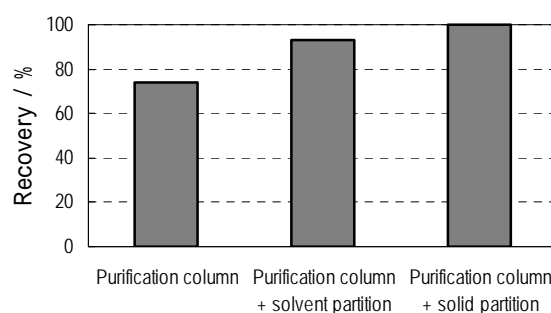


Fig.5 Recovery test of PCB oil

【結論】

絶縁油中のパラフィンや妨害物質の除去を目的とした煩雑な溶媒転溶法の代替法として、高性能アルミナを用いた固相転溶法を開発した。「固相精製 - 固相転溶法」は PCB スクリーニング法として非常に有用である。

【参考文献】

- 1) (財)産業廃棄物処理事業振興財団編 『誰でもわかる日本の産業廃棄物 平成 17 年度版』
- 2) 平成 4 年厚生省告示第 192 号別表第二 廃油中 PCB 分析方法
- 3) 宮脇ら:第 14 回環境化学討論会要旨集,p364 (2005)
- 4) 宮脇ら:第 15 回環境化学討論会要旨集,p28 (2006)



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>