



【既報】第 19 回環境化学討論会，高橋知史，口頭発表（2010）

## 絶縁油 PCB 簡易定量

### 「加熱多層シリカゲルカラム/アルミカラム法」の技術及び注意点

○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）

### Technical Report of PCB Rapid Analysis in Insulating Oil by Heating of Multi-Layer Silica Gel Column / Alumina Column

○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](mailto:tomo-tak@agr.ehime-u.ac.jp))

#### 【緒言】

廃重電機器等の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簡易測定法マニュアルが、2010 年 1 月に環境省より発表された。その簡易定量法のうち「加熱多層シリカゲルカラム / アルミナカラム法(章 No. 2.1.2, 2.3.1, 2.4.1, 2.6.1)」の前処理技術は、JIS C 2320 電気絶縁油の JIS1~7 種油及び DOP を適用範囲とし、油種によらず同一の前処理操作(約 2 時間で完了)にて、高い精製効果と定量精度が得られる技術である。

#### 【操作フロー前処理カラム(機器分析)】

Fig.1 に基本操作フロー、Fig.2 にカラム、Fig.3 にカ

ラム使用方法の例を示す。多層シリカゲルカラムは硫酸シリカゲル、硝酸銅・硝酸銀シリカゲルから構成される。操作は、絶縁油約 0.1g と PCB 内標準物質を多層シリカゲルカラムに添加して 85 °C にて 60 分間の加熱処理を行い、冷却後ヘキサン 20ml を流下する。次にアルミナカラムを取り外して乾燥し、少量のトルエンで PCB を溶出する。溶出液に回収率確認用 PCB 内標準物質を添加して前処理が完了する。前処理性能及び測定精度が確保できることを確認した場合は、試料量・加熱条件・溶剂量等を変化してもよい。なお、測定機器に生化学的方法を用いる場合は、一部操作が異なるのでマニュアルを参照されたい。

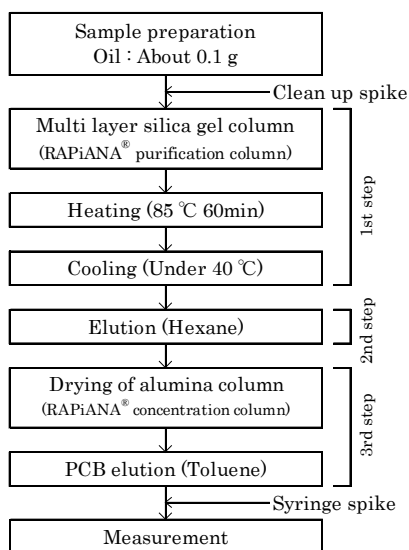


Fig.1 Schematic procedure  
of the PCB rapid analysis

Fig.3 Schematic view of 3 steps  
operation by the column

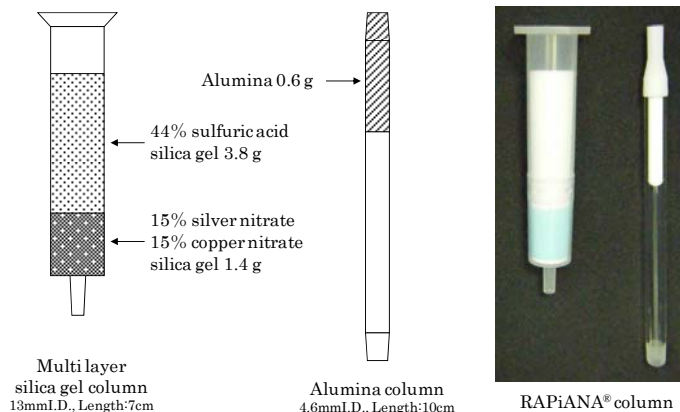
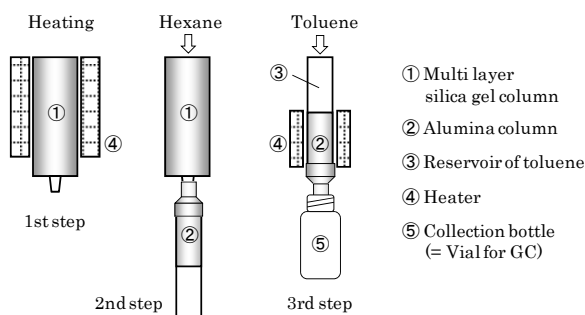


Fig.2 Multi-layer silica gel column / alumina column



### 【加熱処理時間による精製能力評価】

多層シリカゲルカラムによる試料の加熱処理時間は、電気絶縁油を精製する上で最も重要な条件である。JIS1～7種油及びDOPについて、加熱温度を85℃に固定し、加熱時間を30、45、60分間と変化させて、精製能力をGC/ECDクロマトグラムで評価した。その結果、全ての電気絶縁油において加熱時間の増加に伴い、不純物ピークとベースラインの隆起が低減して精製度が向上した。具体的には、JIS1, 3, 6種油は30分間、JIS2, 4, 5, 7種油及びDOPは60分間の加熱処理で良好な結果が得られた。なお、JIS4種油について反応生成物由来と推定される2本の不純物ピークがGC/ECDクロマトグラムに確認されたが、定量時にこれらのピークを除外して計算すればPCB定量値に影響しなかった。

**【前処理カラムの精製能力】**

加熱多層シリカゲルとアルミナがそれぞれ有する電気絶縁油の精製能力を評価した。実験は、加熱多層シリカゲル処理後にアルミナカラムを接続しないで得られるヘキサン溶出液(図中Ⅱ)と、両カラムを用いた基本操作法にてアルミナから溶出するトルエン溶液(図中Ⅲ)を GC/MS により Scan 測定し、処理前(図中Ⅰ)と比較した。溶液は試料濃度 500 mg/L 相当で測定した。結果を Fig.4 に示す。これより、加熱多層シリカゲル処理のみの効果と、加熱多層シリカゲル処理にアルミナカラムを接続した場合の効果等を定性的に評価できる。その結果、JIS4, 5, 6 種油及び DOP の主成分のほとんどが、加熱多層シリカゲルにより除去され、JIS1, 2, 3, 7 種油の主成分は、加熱多層シリカゲル処理に加えて、アルミナカラムによる選択的吸着能力によって分離精製されることが明らかとなった。

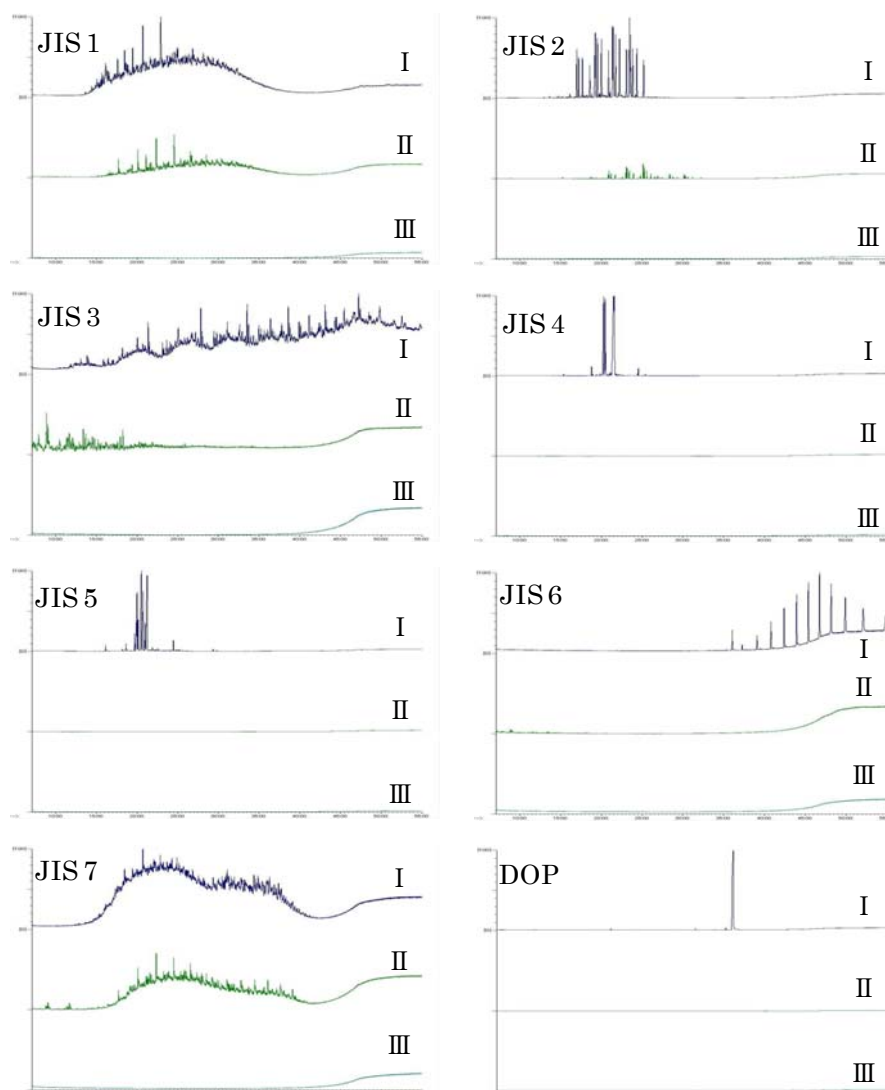


Fig.4 TIC of eluted solution in each process of PCB rapid analysis;  
 I : Before rapid analysis, II : After multi-layer silica gel column with heating (85 °C, 60 min), III : After alumina column, Vertical axes: Intensity, Horizontal axes: Retention time

主成分は、加熱多層シリカゲル処理に加えて、アルミナカラムによる選択的吸着能力によって分離精製されることが明らかとなった。

**【結言】**

本法により、電気絶縁油の油種によらず同一の前処理操作で高い精製効果を得られることが明らかとなった。



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>