



【既報】第18回環境化学討論会，高橋知史，口頭発表（2009）

絶縁油中 PCB 迅速分析法のコンデンサ油への適用

○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）

Application of PCB Rapid Analysis to Capacitor Oil

○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)

【緒言】

電気機器(トランス、コンデンサ等)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方法の評価が、環境省主導のもとで急速に進められている。これは、処理期限が平成 28 年 7 月に定められた PCB 汚染物の処理に先立ち、約 600 万台以上ある微量 PCB 混入対象の電気機器を全て測定する必要があるためである。しかし、従来の分析法は絶縁油成分から PCB を分離して精製することが非常に煩雑なため、短時間かつ低廉な費用での分析が困難であった。そこで我々は迅速・安価・簡便・精確な迅速前処理法を開発した¹⁾。測定には多くの分析機関が所有する GC/ECD を組み合わせた。更に、内標準物質添加により回収率を確認することで、分析値の信頼性を向上させた。

これまでコンデンサ油(合成油)は、「芳香族炭化水

素の含有量が多い」、「粘性が高い」等の理由で、従来法では特に分析が困難とされてきた。しかし、上述した測定対象にはコンデンサ油も含まれる。以上の背景より、本迅速分析法のコンデンサ油への適用性を評価した。結果を報告する。

【迅速前処理カラムと操作フロー】

Fig.1、Fig.2 にカラムとフローを示す。精製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。濃縮カラムは独自開発した高性能アルミナを用いている。操作は、絶縁油約 0.1g と PCB 内標準物質(#189)を精製カラムに添加して加熱処理を行い、冷却後ヘキサン 20ml を流下する。次に濃縮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。溶出液に回収率算出用 PCB 内標準物質(#209)を添加し

て、GC/ECD (Agilent 社製: 7890AGC) にて測定した。

GC カラムには DB-5 (J&W 社製: 内径 0.25 mm × 長さ 30 m, 膜厚 0.25 μm) を用いた。

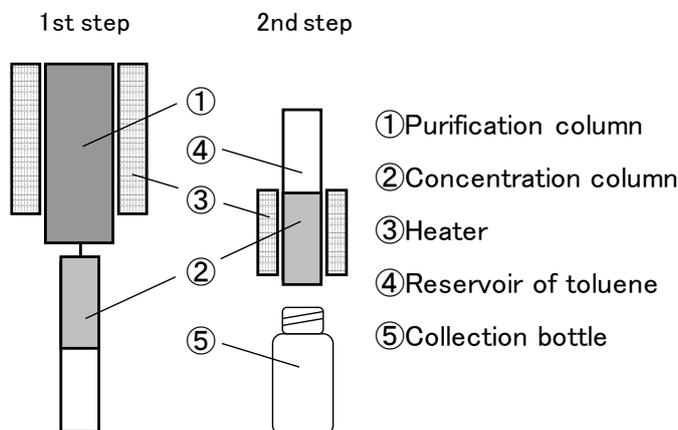


Fig.1 Column for rapid pretreatment

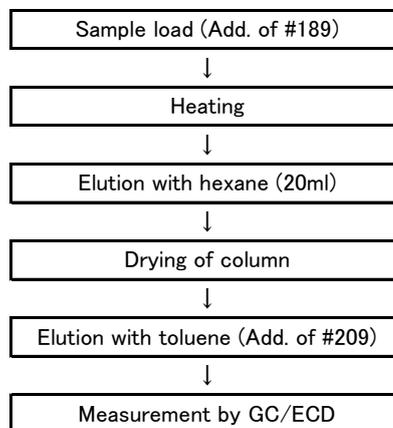


Fig.2 Procedure of rapid analysis

【電気絶縁油 JIS C2320】

Table1 に電気絶縁油の分類を示す。メーカーから入手した JIS 2、3、7 種のコンデンサ油 (PCB 不含) と JIS1 種 (比較用) を検討した。

Table1 Insulating oil A (JIS C2320: 1999)

Class	Major component	Major use	This study
JIS 1	Mineral oil	Transformer	○
JIS 2	Alkyl benzene	Oil capacitor & cable	○
JIS 3	Polybutene	Oil capacitor & cable	○
JIS 4	Alkyl naphthalene	Oil capacitor	-
JIS 5	Alkyl diphenylalkane	Oil capacitor	-
JIS 6	Silicone oil	Transformer	-
JIS 7	Mineral oil + Alkyl benzene	Transformer & capacitor	○

【迅速前処理法によるコンデンサ油の精製能力評価】

検討した油の迅速前処理前後の TIC (GC-MS) を Fig.3 に示す。本法によりコンデンサ油成分は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、濃縮カラムによる直鎖炭化水素等の選択的分離作用により得られる結果である。

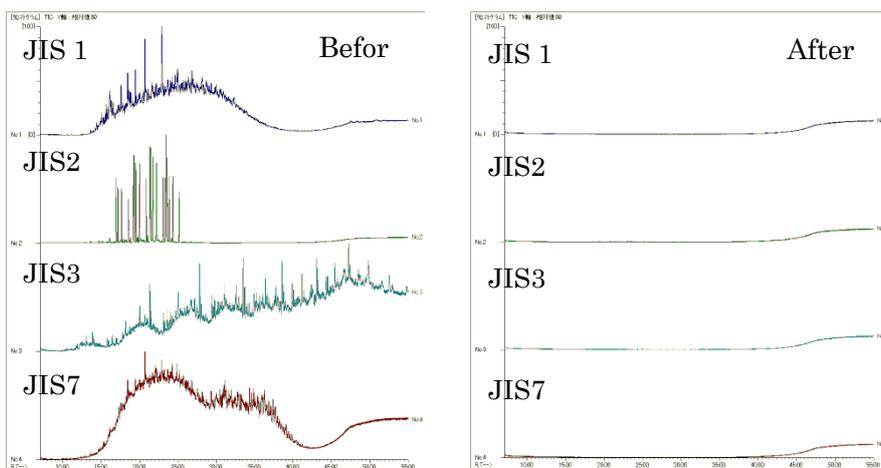
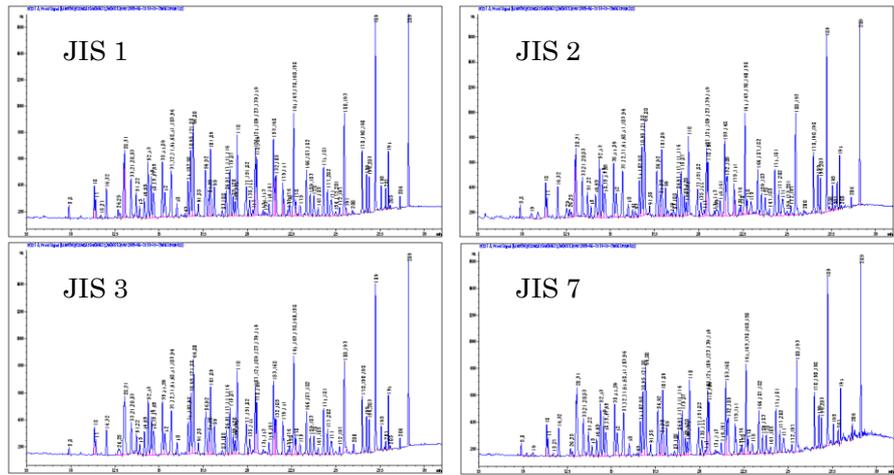


Fig.3 TIC of oils at 500 mg/L

【GC/ECD における定量性及び回収率の評価】

それぞれの絶縁油に、PCB 濃度が約 0.7 mg/kg となるように KC-MIX (GL サイエンス社製) を添加して迅速前処理を行った。内標準物質を添加して回収率を算出した。クロマトグラムより妨害成分が高度に除去されたことが分かる。結果を Fig.4 に示す。定量値と回収率も良好であった。結果を Fig.5 に示す。



(追加データ)

【迅速前処理法によるコンデンサ油の精製能力評価】

JIS1~7 種全ての絶縁油の迅速前処理前後の TIC(GC-MS) を Fig.6 に示す。本法によりコンデンサ油成分は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、濃縮カラムによる直鎖炭化水素等の選択的分離作用により得られる結果である。

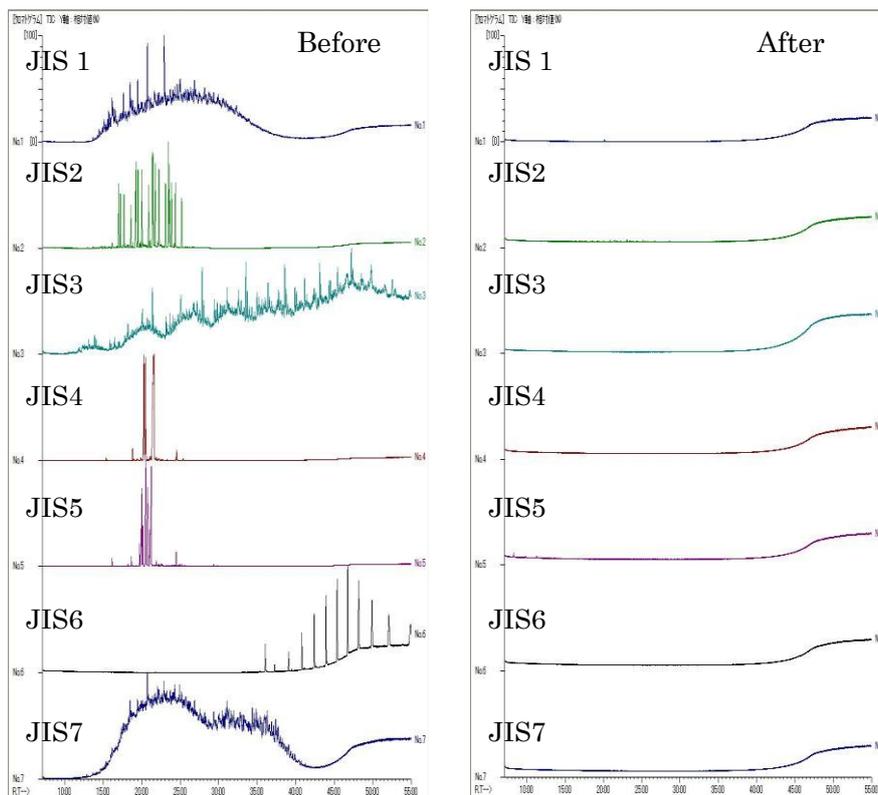


Fig.6 TIC of oils at 500 mg/L

【GC/ECD クロマトグラム】

JIS1~7 種全ての絶縁油に、PCB 濃度が約 0.7 mg/kg となるように KC-MIX を添加して迅速前処理を行った。得られた GC/ECD クロマトグラムを Fig.7 に示す。

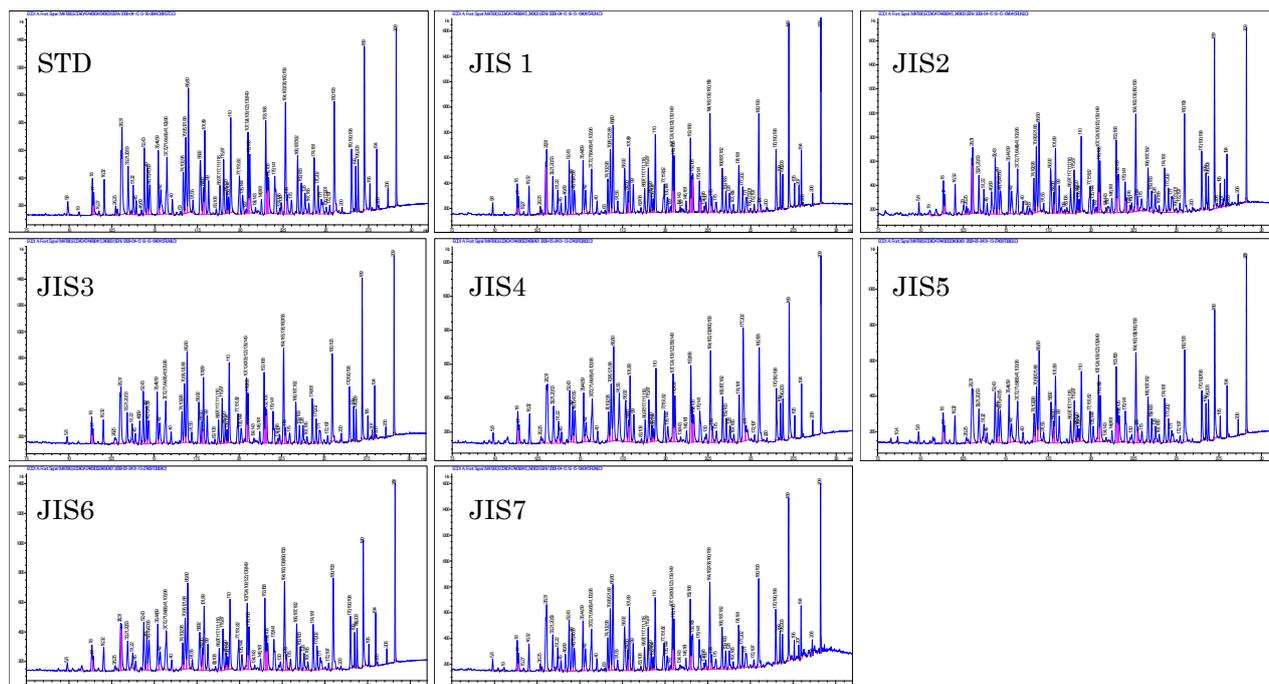


Fig.7 GC/ECD chromatogram after rapid pretreatment

【迅速分析法の定量性と回収率の評価】

JIS1～7種全ての絶縁油について、本迅速分析法の定量性と回収率を評価した。定量性の評価は、絶縁油に添加した KC-MIX 濃度の測定値と、添加した標準物質の測定値を比較して行った。回収率の評価は、サロゲート物質として添加した#189と、シリンジスパイクとして添加した#209の強度比から算出して行った。結果を Fig.8 に示す。定量性及び回収率は、JIS1～7種全ての絶縁油において良好であった。

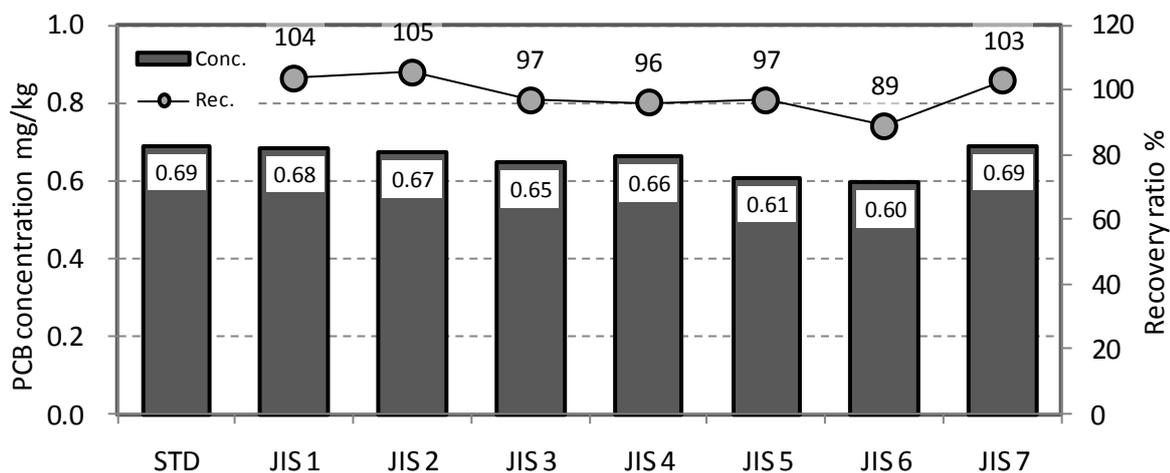


Fig.8 Results of PCB concentration and recovery ratio

【結言】

本迅速分析法は、鉱油に代表されるトランス油に加えて、合成油を主成分とするコンデンサ油についても適用できることが明らかになった。

MiURA

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>