

1PB-25

GC/ECD を用いた絶縁油中 PCB スクリーニング

○緑川拓也, 大岡幸裕, 小倉伸夫
(株式会社クレハ環境)

【はじめに】

2009 年より無害化処理認定制度が開始され微量 PCB 汚染絶縁油の処理体制が整備された。微量 PCB 汚染絶縁油 (以下、汚染油) は、非意図的に混入した PCB により汚染されており、その濃度は概ね 1,000mg/kg 以下、そのほとんどが 100mg/kg 以下であることが知られている。無害化処理認定施設の管理として、入荷物の性状把握も含まれており、汚染油中の PCB 濃度の測定も実施している。これまで、入荷された汚染油の PCB 濃度は、ほとんどが 0.5mg/kg ~

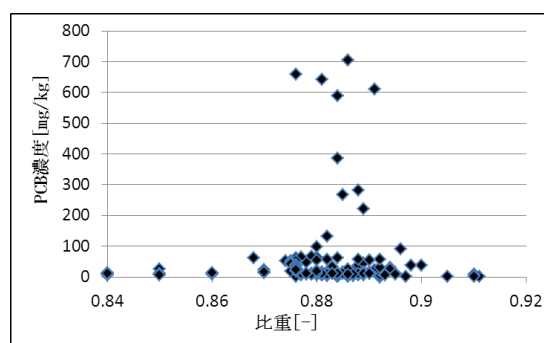


Fig.1 微量 PCB 汚染絶縁油の濃度と比重

20mg/kg の範囲であったが 100~1,000mg/kg といったものも存在する。この高い濃度のものを測定した場合、周囲や機器への汚染および再分析によるランニングコスト増などの可能性が考えられる。これらを回避するために、比重によって判別されることもあるが、PCB 濃度を概算できる有効な手段とは言えない (Fig.1)。そこで、「絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル」(以下、簡易測定法)での測定に先立ち、迅速におおよその濃度を定量可能な PCB スクリーニング法についての検討を行った。

【検討内容】

GC の測定迅速化を目的として、ライナー (気化器) の選定と昇温条件の検討を行った。

1)ライナーの選定

ライナーは、試料を気化してカラムに導入している。形状は種々存在し、気化の安定性やカラムへの試料導入も異なってくる。そのため、シングルテーパーライナー (ウール有/無)、テーパーフォーカスライナーなどといったライナー 5 種類を用いて、KC-mix にて連続測定を行い、PCB ピークの面積の変化から、どのような形状が PCB 分析に適しているかを評価する。

2)昇温条件設定

簡易測定法に記載されている GC/ECD を用いた測定条件は検体当たり 30 分前後要する。短時間におおよその濃度が判定可能な昇温条件を検討する。

【評価】

前処理は汚染油をトルエンによる希釈のみとし、そのサンプルを GC/ECD を用いて測定する。

GC : Agilent 社製 7890A 検出器 : Agilent 社製 μ ECD

カラム : DB-5 (長さ 30m×内径 0.25mm、膜厚 0.25 μ m)

Examination of screening using GC/ECD in PCB analysis in insulating oils

○ Takuya Midorikawa, Yukihiro Ohoka, Nobuo Ogura

Kureha Ecology Management Co.,Ltd. 30, Shitanda, Nishikimachi, Iwaki-shi, Fukushima

Tel:+81-246-63-1231 Fax:+81-246-63-1232 E-mail:takuya_midorikawa@kurekan.co.jp

【結果と考察】

1)1ng/ml の PCB#209 をライナー 5 種類で連続測定を行い、ピーク面積の変化を比較した結果、測定回数が増加するごとに各ピークの面積値が増加する傾向にあることが分かった (Fig.2)。

特に顕著だったものはウール入りのライナーであり、使用開始直後はウールに対象物が吸着しているためと考えられる。対して、ダブルテーパーライナーは吸着源となるウールが無く、ライナーの上下がテーパーになっているため、気化が安定化し、ばらつきが少なくなることが判明した。これらのことから、ピーク面積値のばらつきが少ないダブルテーパーライナーを採用することとした。

2)1mg/kg の KC-mix を用いて、測定時間を 10 分以内、定量可能なピーク分離を目標とし、昇温条件を変えて測定を行ったところ、次の条件にて 8 分以内で良好なクロマトが得られた (Fig.3)。

120°C(1min)→50°C/min→220°C→35°C/min→320°C(1.5min)

実試料での検証として、トルエンで 50 倍希釈した汚染油を用いて簡易測定法と本スクリーニング法 (n=10) で測定を行ったところ、簡易測定法で 348mg/kg、本スクリーニング法で平均 379mg/kg (CV 値 5.5%、誤差 8.9%) という良好な結果が得られた。よって、本スクリーニング法は十分に濃度判定が可能だと考えられる。また、濃度の異なる汚染油サンプル (n=24) を用いて簡易測定法と本スクリーニング法との相関を確認したところ Fig.4 が示す通り良好な相関が見られた。

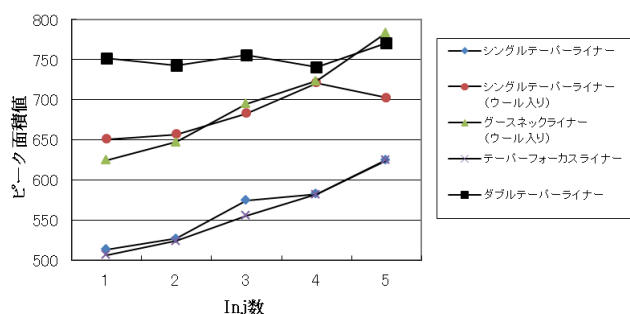


Fig.2 各 GC ライナーと PCB#209 のピーク面積変化

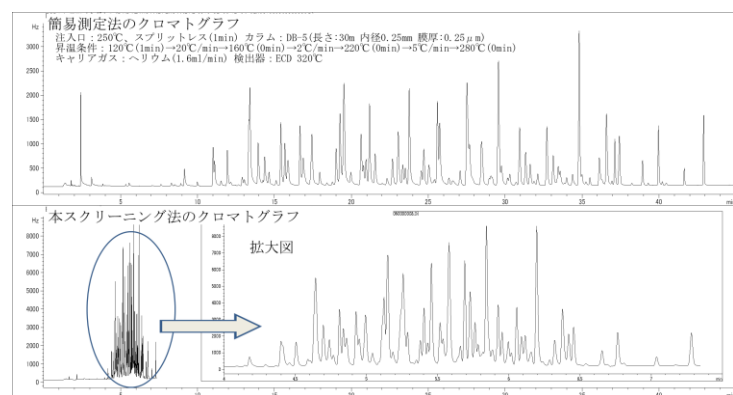


Fig.3 1mg/kg KC-mix における簡易測定法と本スクリーニング法のクロマトグラフ比較

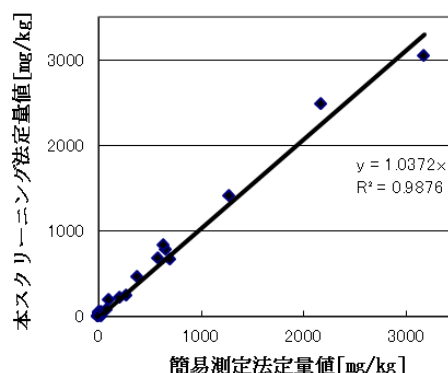


Fig.4 簡易測定法とスクリーニング法の相関図

【結論】

PCB の濃度決定をする上で、主要な成分を 8 分程度で分離することが可能となり、汚染油中の PCB 濃度判定を、迅速に行えることが可能となった。簡易定量法での、汚染油分析に先立ち、本スクリーニング法にて測定することで高濃度サンプルによる周囲や機器への汚染および再分析によるランニングコスト増などを最小限に抑えることが可能であると考えられる。一方、前処理が汚染油の希釈のみであることから、カラムや消耗部品の劣化や油分の残留に留意が必要である。

【参考文献】

環境省 (平成 23 年 5 月) : 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)