

GC-ECD を用いた絶縁油中 PCB スクリーニング

(正) 小林正喜¹⁾、(賛) 大岡幸裕¹⁾、(賛) 小倉伸夫¹⁾、○ (賛) 緑川拓也¹⁾

1) 株式会社クレハ環境

1. 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（以下、汚染油）の処理体制が整備された。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~20mg/kg の範囲であったが 100~1,000mg/kg といったものも存在している。また、排出事業所から提示され、簡易測定法マニュアル（以下、簡易測定法）制定以前の分析法にて測定された汚染油の PCB 濃度と簡易測定法にて測定した PCB 濃度に大きな差異があるケースも見られたことから、処理施設での受入前チェックとして、迅速な PCB 濃度確認が必要と考えた。汚染油の PCB 濃度は比重によって判別されることもあるが、%オーダー以下の低い PCB 濃度では十分に適用できず (Fig. 1)、PCB 濃度を概算できる有効な手段とは言えない。そのため、受入前の PCB 濃度確認として用いることのできる、おおよその濃度を迅速に定量可能な PCB スクリーニング法についての検討を行った。

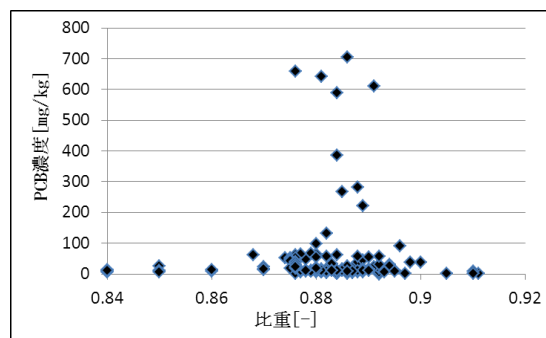


Fig. 1 微量 PCB 汚染絶縁油の濃度と比重

2. 検討項目

1) スクリーニング法での昇温条件設定

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。短時間かつおおよそ濃度が判定可能な昇温条件を検討した。

2) 油種によるスクリーニング法の確認

絶縁油 JIS 1~7 種、DOP をトルエンで希釈し、設定した昇温条件にて、本スクリーニング法と簡易測定法 2.1.2 との比較を行った。

3) 実試料での本スクリーニング法の評価

実試料での確認として、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で測定を行った (Fig. 2)。

GC/ECD: Agilent 社製 7890A 検出器: Agilent 社製 μ ECD
カラム: DB-5 (30m \times 0.25mm, 0.25 μ m)

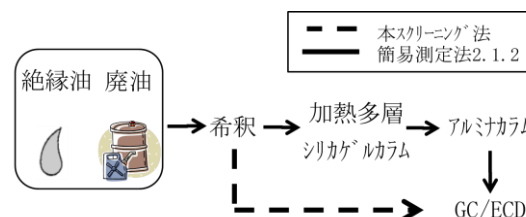


Fig. 2 分析フロー

3. 結果と考察

1) 1 mg/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 hold) \rightarrow 50°C/min \rightarrow 220°C \rightarrow 35°C/min \rightarrow 320°C (1.5min hold) Total 7.6min

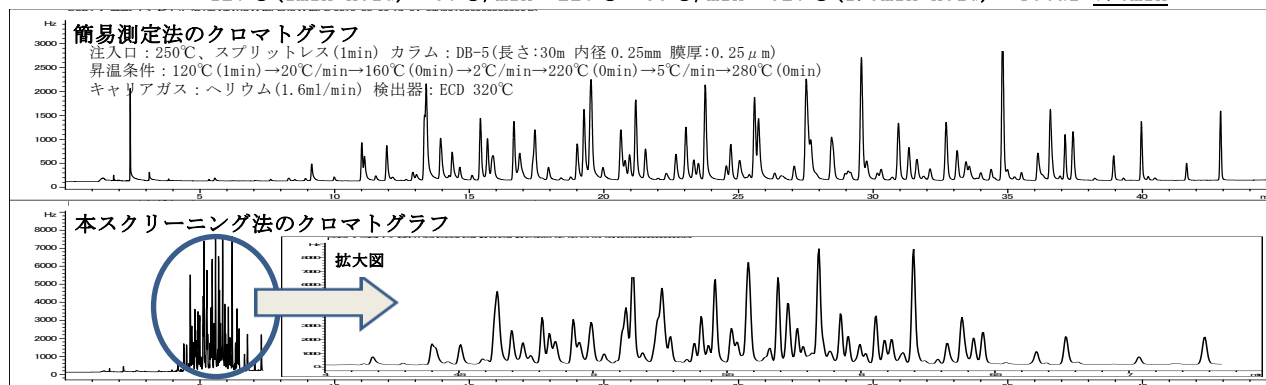


Fig. 3 1mg/kg KC-mix におけるクロマトグラフ比較

【連絡先】 〒974-8232 福島県いわき市錦町四反田 30 番地 株式会社クレハ環境 技術部技術課
緑川拓也 Tel: 0246-63-1231 FAX: 0246-63-1232 e-mail: takuya_midorikawa@kurekan.co.jp
【キーワード】 微量 PCB 汚染絶縁油、PCB 廃棄物

2)各油種にて本スクリーニング法と簡易測定法との比較をしたところ、各々簡易測定法との誤差は小さく、スクリーニングが行えることが確認された。しかし、油種によって妨害ピークパターンが異なり、数 mg/kg の汚染油の場合、JIS5 種に関しては実濃度より高濃度になることも有り得る事が分かった。

Table. 1 各測定法における絶縁油中 PCB 濃度

	簡易測定法 [mg/kg]	本スクリーニング法 [mg/kg]	誤差[%]
JIS 1 種	1.7	1.5	-12
JIS 2 種	1.8	1.7	-6
JIS 3 種	1.8	1.2	-33
JIS 4 種	1.6	1.5	-6
JIS 5 種	1.5	6.9	360
JIS 6 種	1.6	1.6	0
JIS 7 種	1.6	1	-38
DOP	1.5	1.2	-20

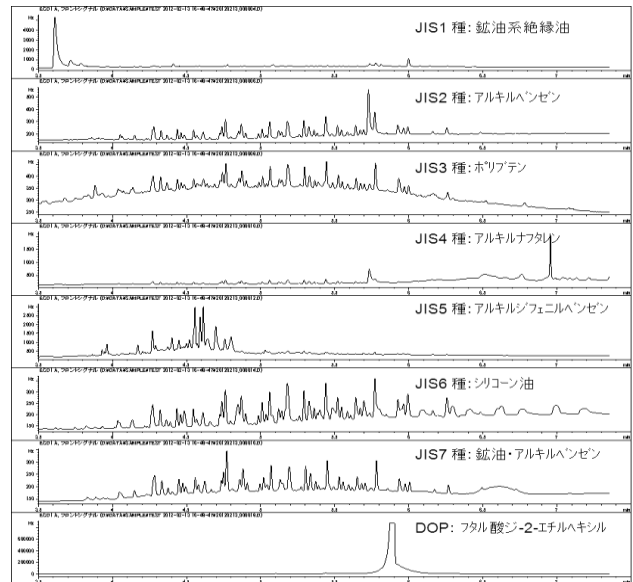


Fig. 4 スクリーニング法における油種ごとのピーク比較

3)簡易測定法で 348mg/kg と値付けされた実試料を、トルエンで 50 倍希釈し、本スクリーニング法 (n=10) で測定を行ったところ、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、濃度の異なる絶縁油サンプル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. 5 が示す通り良好な相関が見られた。しかし、低い濃度では、妨害ピーク・ノイズの影響を受けやすいので、実測より高い結果になりやすく、高い濃度では、一部のピークで手動解析を要するので、測定結果に若干の影響を与える可能性がある。

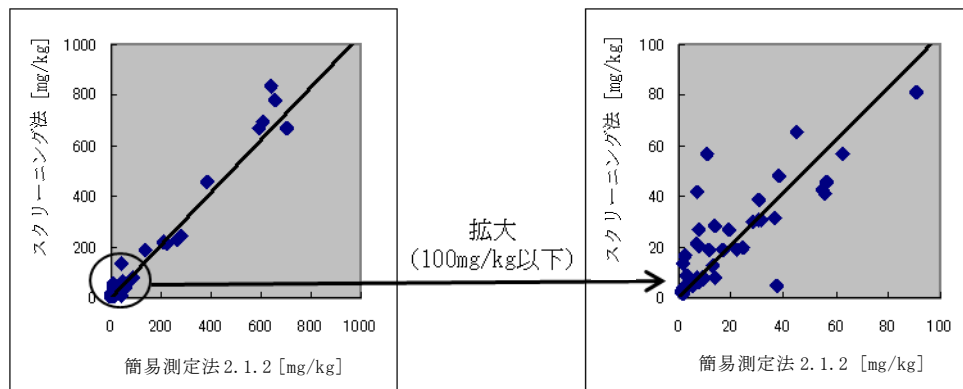


Fig. 5 簡易測定法とスクリーニング法の相関図

4. 結論

8 分以内での短時間測定、実際のサンプルを用いての簡易測定法と本スクリーニング法との相関が良好なことから、本スクリーニング法を用いて迅速に搬入物の PCB 濃度確認を行うことが可能となった。

また、本スクリーニング法は誤差が少なく定量性に優れており、おおよその濃度の定量が可能である。搬入物の濃度確認だけでなく、簡易定量法での微量 PCB 汚染絶縁油分析に先立った値付けとしても使用できることから、高い濃度をもつ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。

5. 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)