



迅速判定法(GC/NICI-MS)による絶縁油中 微量 PCB の測定



＜要旨＞ 絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル(第2版)で採用された迅速判定法のヘキサン希釈/ガスクロマトグラフ/負イオン化学イオン化質量分析計(GC/NICI-MS)による手法について、Agilent 7890A GC/5975C TAD を用いて検討を行いました。検出感度は PCB 標準溶液 0.3mg/kg の 60 番ピークで S/N 3 以上、0.5mg/kg の繰り返し 5 回以上の測定で定量下限値 (10 σ) 0.3mg/kg 以下を満たしました。

Key Words: PCB、絶縁油、迅速判定法、NICI、GC/MS

1. はじめに

現在、微量のポリ塩化ビフェニル (PCB) に汚染された電気機器等が多数存在するため、短時間で PCB 廃棄物に該当するか否かを選別できる迅速判定法は大きな魅力があります。この迅速判定法で PCB が検出されたものだけを簡易定量法で定量することにより、工数、費用の削減に繋がります。迅速判定法の中でもガスクロマトグラフ/負イオン化学イオン化質量分析計(GC/NICI-MS)による手法は、前処理がヘキサン希釈のみと簡便なため、大幅な工数の削減が期待できます。本アプリケーションノートでは、ヘキサン希釈/GC/NICI-MS による絶縁油中微量 PCB の測定について紹介します。

(検出法の比較については、アプリケーションノート GCMS-200910NK-001「トランスオイル(絶縁油)中 PCB 測定における検出法の比較について」を参照)

2. 測定条件

前処理：ヘキサンによる 100 倍希釈

内標準物質：1,4-ジブロモナフタレン

標準物質：カネクロール等量混合物 (KC-mix)

PCB 標準溶液：PCB を含まない未使用の電気絶縁油 1% を含む

装置：Agilent 7890A GC/5975C TAD

カラム：HP-5MS 30m, 0.25mm, 0.25 μ m

注入量：1–3 μ l

注入法：パルスドスプリットレス (25psi, 2min)

注入口温度：300 $^{\circ}$ C

オープン：70 $^{\circ}$ C (2min)–30 $^{\circ}$ C/min–185 $^{\circ}$ C (0min)–6 $^{\circ}$ C/min–300 $^{\circ}$ C (0min)

カラム流量：1.0ml/min

インターフェース温度：280 $^{\circ}$ C

溶媒待ち時間：5min

イオン源温度：250 $^{\circ}$ C

イオン化モード：NICI (試薬ガス：メタン)

SIM モニターイオン： m/z 35 (塩化物イオン)，81 (臭化物イオン)

3. 結果及び考察

Fig. 1 に、絶縁油 1% を含む標準溶液 KC-mix 0.3 mg/kg (希釈後 0.003 ppm) の m/z 35 及び 81 の SIM クロマトグラムを示しました。Fig. 2 に、GC/MS の検出感度確認用の 60 番ピーク付近を拡大した SIM クロマトグラムを示しました。60 番ピークの S/N は、20.4 でした (マニュアルでは S/N 3 以上)。

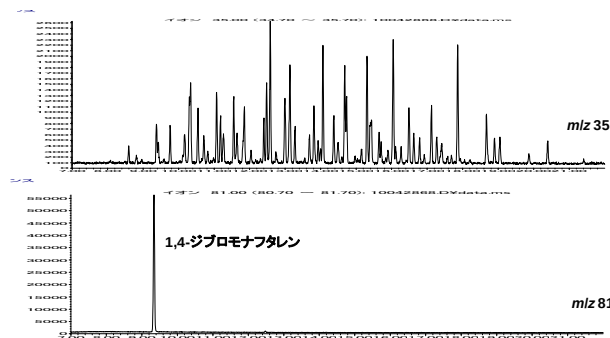


Fig. 1 PCB 標準溶液 KC-mix 0.3mg/kg (絶縁油 1%含む) の SIM クロマトグラム

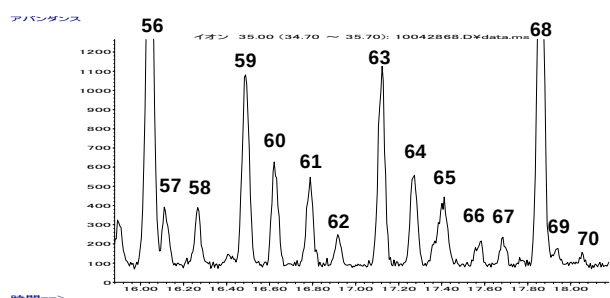


Fig. 2 Fig. 1 の 60 番ピーク付近の拡大



Agilent Technologies

Table 1 に、PCB 標準溶液 0.5mg/kg の繰り返し再現性 (n=7) の結果を示しました。標準偏差の 10 倍で算出した定量下限値は、0.02mg/kg でした (マニュアルでは 0.3mg/kg 以下)。実サンプル (絶縁油) を測定した SIM クロマトグラムを Fig. 3 に示しました。定量値はサンプル A が 0.52mg/kg、サンプル B が 0.15mg/kg でした。

Table 1 PCB 標準溶液 0.5mg/kg の繰り返し再現性 (n=7)

	定量値(mg/kg)	平均	標準偏差	RSD(%)	定量下限値(mg/kg)
			σ		10σ
1	0.522	0.519	0.00177	0.3	0.02
2	0.520				
3	0.519				
4	0.520				
5	0.517				
6	0.517				
7	0.519				

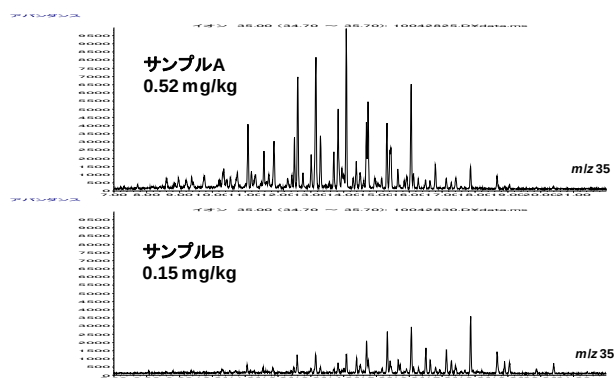


Fig. 3 実サンプル (絶縁油) の SIM クロマトグラム (m/z 35)

4. まとめ

迅速判定法の GC/NICI-MS は、感度、再現性とも良好な結果が得られました。前処理がヘキサン希釈だけのため、処理時間の大幅な短縮が可能です。本法により多数のサンプルを選別し、PCB が検出されたものだけを簡易定量法で定量することで、大幅なコストの削減が期待できます。

5. 参考文献

- [1] 待井泰人, 熊崎脩, 水野賢二, 永野貢, 早坂孝雄, 長谷良悦, 近藤博信, 出口武志, 環境化学, 13, 959 (2003)
- [2] 絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル (第 2 版), 環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課

【GCMS-201105NK-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies