

絶縁油中のPCB迅速分析

1. まえがき

従来から、当社では製品の絶縁油中のPCB定量分析に簡易法と呼ばれる分析法と、精密法と呼ばれる2種類の方法を用いてきた。両分析法にはそれぞれ一長一短があり、場合に応じて使い分けていた。今回、両者の長所を取り入れた新しいPCB迅速分析法を導入したので報告する。

2. 絶縁油中のPCB分析法

簡易法、精密法とも油中PCBの定量分析装置にはガスクロマトグラフにECD(電子捕獲型検出器)を付加したもの(以下、GC-ECD)を用いている。事前に前処理をした絶縁油試料をこの装置に注入して分析し、得られた結果により油中のPCB濃度を算出する。この前処理は、簡易法と精密法とで内容は異なるが、GC-ECDの装置の特性上、必要となる操作である。

簡易法は新油を対象とした分析法で、その前処理はヘキサンによる試料の希釈のみであり、操作は簡易で分析所要時間は短い。ただし、定量下限は1.0mg/kgで精密法より劣り、分析対象は分析妨害物質のない新油に限定される。

精密法は、新油、劣化油ともに対象とした分析法で、定量下限は0.2~0.5mg/kgと精度は高い。しかし、劣化成分がPCB分析の妨害物質となるため、前処理には絶縁油からPCBを分離・抽出する工程が必要となり、この操作が複雑で所要時間が長い。

3. PCB迅速分析法

今回紹介するPCB分析法は、中部電力株式会社殿、東北電力株式会社殿、株式会社テクノ中部殿の3社で共同開発されたGC-MS/NCI直接希釈注入法(以下、迅速法)と呼ばれる手法で、PCBの検出には質量分析装置(MS)を用いる。この分析法を当社が技術供与を受け、導入に至った。

迅速法は、前処理が簡易で、かつ新油、劣化油ともに分析可能で、簡易法と精密法両者の長所を備えた分析法である。前処理は試料に感度校正用の内標準物質(ジプロモナフタレン)の添加と、ヘキサンによる希釈のみであり、分析は簡易で所要時間も短い。

定量分析装置にはガスクロマトグラフ質量分析装置(以下、GC-MS)を用い、PCBに含まれる塩素と内標準物質のみを高感度に検出し、絶縁油およびその劣化成分は検出しない設定としている。

このため、劣化した絶縁油を分析する場合でも、前処理には複雑なPCBの抽出・分離操作を必要とせず、先に述べ

た簡易な操作のみで済み、精密法に比べ分析所要時間が大幅に短縮される。

また、定量下限は廃油処理基準の0.5mg/kgを上回る0.3mg/kgの高精度である。

表1に迅速法と精密法の比較、図1に迅速法の分析処理フロー、図2に定量分析装置の外観を示す。

4. 今後の運用

従来から社内外で実施していた2種類の分析を社内での本迅速分析法へ一元化し、新油、新製品のPCB管理のみならず、製品の撤去・廃棄時にも絶縁油中のPCBの有無を明確にし、分別管理の強化に役立てていく。また、社外からの分析依頼についても積極的に対応し、ビジネスの機会拡大を図って行きたい。

表1 迅速法と精密法との比較

	分析所要時間	定量下限(mg/kg)	定量分析装置
迅速法	1時間	0.3	GC-MS
精密法	2日間	0.2~0.5	GC-ECD

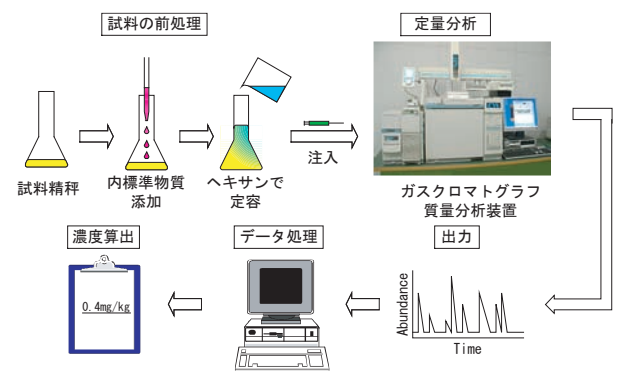


図1 迅速分析処理フロー



図2 定量分析装置外観