

## 絶縁油中の微量PCB分析

### Analysis of Minuscule Amount PCBs in Insulating Oil

微量PCB汚染が疑われる廃電気機器等は、廃棄の際にPCB廃棄物であるか否かを判断する必要があります。現在低濃度PCB汚染の恐れがあり保管されている電気機器類は極めて多数であり、迅速で低価格の分析法が求められています。平成22年1月に「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定マニュアル(第1版)」(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)が公表されました。

本アプリケーションニュースでは、簡易測定マニュアルに示された方法の中から「高濃度硫酸処理/シリカゲルカラム分画/キャピラリーガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器(GC/ECD)法」のGC/ECD分析についてご紹介します。

S. Shibamoto T. Kato

### スプリット注入法による分析

#### Analysis Using Split Injection Method

Fig. 1にKC等量混合(KC-300:KC-400:KC-500:KC-600=1:1:1:1) 100 ng/mL標準液(2種の内部標準物質[IUPAC PCB#189, #209]各10 ng/mL添加)のクロマトグラムを示します。Fig. 2にKC等量混合3.75 ng/mL標準液(試料中濃度0.15 mg/kgに相当)のクロマトグラムを示します。

総PCB濃度の80%([CB<sub>0</sub>(%)]の80%)となる境目ピークNo. 33のS/N比が3以上で、測定に用いる装置に求められる感度(装置検出下限値[Instrument Detection Limit, IDL])を満たしていることがわかります。

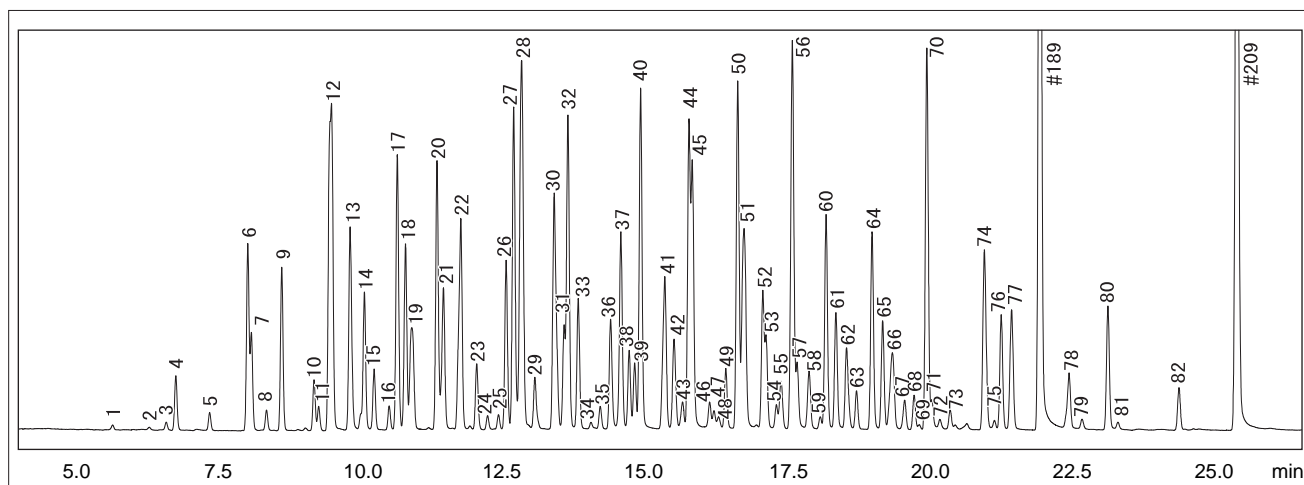


Fig. 1 スプリット注入法によるKC等量混合100 ng/mL溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of KC-Mix 100 ng/mL Standard Solution Obtained Using Split Injection Method

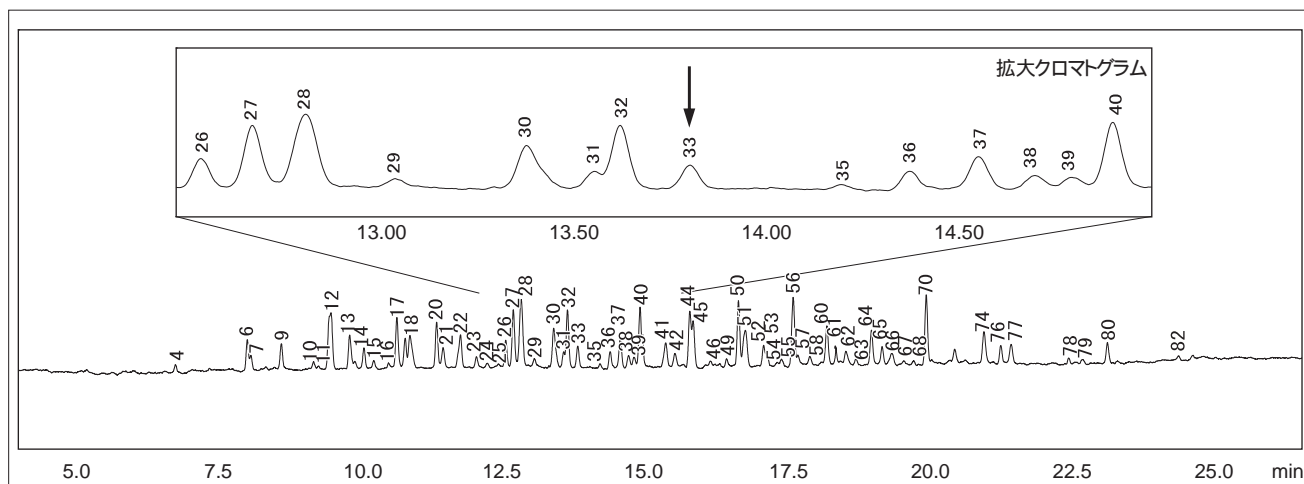


Fig. 2 スプリット注入法によるKC等量混合3.75 ng/mL溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of KC-Mix 3.75 ng/mL Standard Solution Obtained Using Split Injection Method

## スプリットレス注入法による分析

Analysis Using Splitless Injection Method

Fig. 3にKC等量混合100 ng/mL標準液（2種の内部標準物質 [IUPAC PCB#189,#209] 各10 ng/mL添加）のクロマトグラムを示します。Fig. 4にKC等量混合3.75 ng/mL標準液のクロマトグラムを示します。

No. 33ピークのS/N比が3以上で、測定に用いる装置に求められる感度（装置検出下限値 [Instrument Detection Limit, IDL]）を満たしていることがわかります。

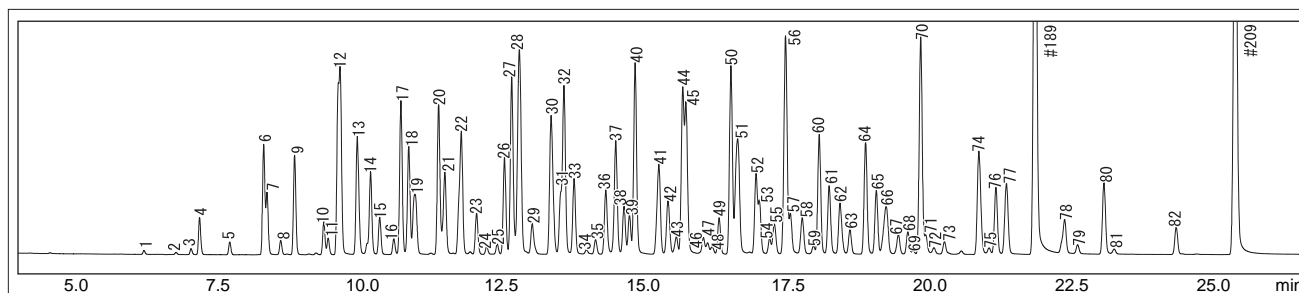


Fig. 3 スプリットレス注入法によるKC等量混合100 ng/mL溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of KC-Mix 100 ng/mL Standard Solution Obtained Using Splitless Injection Method

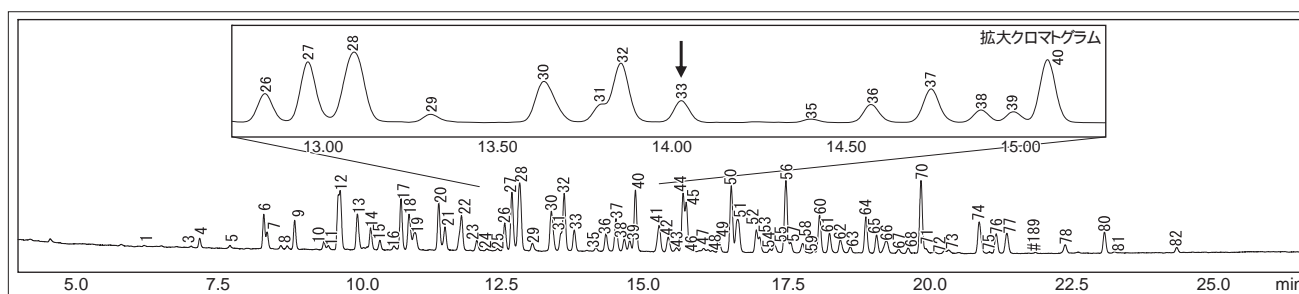


Fig. 4 スプリットレス注入法によるKC等量混合3.75 ng/mL溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of KC-Mix 3.75 ng/mL Standard Solution Obtained Using Splitless Injection Method

## 絶縁油中微量PCB分析ツールのご紹介

Introduction of Tools for Analysis of Minuscule Amount PCBs in Insulating Oil

島津グループでは、絶縁油中微量PCB分析に関して、

- ・マニュアルと同一条件・同一分離パターンにおけるPCB存在比 [CB<sub>0</sub> (%)] 情報入力済みGCsolution Methodファイルや各種比較用GCsolution Dataファイル、野帳としても利用可能な定量計算用Excelファイルを埋め込んだPDFファイル [Shimadzu PCB kit]
- ・マニュアル記載内容の解説書PDFファイル

など様々なツールをWeb (<http://www.an.shimadzu.co.jp/gc/support/faq/pcb.htm>) にて無償提供しております。また、動画を用いて前処理操作を分かりやすく説明したPPTファイルを、CD-ROMとして各営業拠点や島津GLC

から無償配布させて頂いております。

今回のピークアサインには、GLサイエンス社製のKC標準試料を用いました。また、定量値に大きく影響しない微小ピークを除外し、運用面を考慮した新たなピークNo.を割り振ってCB<sub>0</sub> (%)を再計算しました。そのため、総PCB濃度の80% ([CB<sub>0</sub> (%)]の80%)となる境目ピーク（従来の同定によるNo. 38ピーク）はNo. 33ピークに変更となっています。

本アプリケーションニュースに合わせて上記Shimadzu PCB-Kitとマニュアル解説書についても改訂を行いました。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: GC-2010 Plus / AOC + ECD-2010 Plus	Inj. Temp.	: 250 °C
Column	: Rtx-5MS (0.32 mm I.D. × 30 m df = 0.25 μm)	Det. Temp.	: ECD 320 °C (Make-up gas : N <sub>2</sub> 30 mL/min)
Column Temp.	: 150°C (1min) - 5 °C/min - 270 °C [Split Method] 100°C (1min) - 30 °C/min - 160 °C - 5 °C/min - 270 °C [Splitless Method]	Inj. Method	: [Split Method] Split Ratio = 1:3 [Splitless Method] Sampling Time = 1 min
Carrier Gas	: He, 42 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)	Inj. Volume	: 2 μL

### 【参考文献】

「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定マニュアル（第1版）」（環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課）（平成22年1月）

初版発行：2010年7月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

- 0120-131691(携帯電話不可)
- 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。