

ワイドボアキャピラリカラムによるPCBの分析

Analysis of PCB using a wide-bore capillary column

PCBの製造、輸入、開放系での使用は禁止されて以来30年近く経ちます。トランスのように閉鎖系で使用されていたものは耐用年数の経過により廃棄物となった後でも保管されています。保管の長期化に伴い、容器の紛失、もれ等に由来するPCBの環境汚染が懸念されており、PCBの分析も注目されています。

PCBの定量には主にバックドカラムが使用されていますが、カラムによりPCB分離にばらつきがあったり、分析時間に長時間を要したりします。

本アプリケーションニュースでは無極性ワイドボアカラムでのPCBの分離を、バックドカラムでの分離に近づけた例についてご紹介します。

Fig.1にバックドカラムによる5mg/L PCB標準溶液のクロマ

トグラムを示しました。Fig.2にワイドボアカラム (Rtx-1 30m×0.53mm df=1μm) による1mg/L PCB標準溶液のクロマトグラムを示しました。バックドカラムより分離も良好で、分析時間も2/3に短縮されました。Fig.3にワイドボアカラムによる0.1mg/L PCB標準溶液のクロマトグラムを示しました。低濃度ですが感度も良好です。Fig.4にワイドボアカラムによる0.1mg/L～5mg/Lの検量線を示しました。各ピークのCB%はJIS K 0093:2002のOV-1のCB%例を用いました。良好な直線性を示しています。

Fig.5, 6に絶縁油に3μg/gおよび0.5μg/gとなるようにPCBを添加し、JEAC 1201法で前処理した溶液のクロマトグラムを示しました。絶縁油由来の妨害成分が多い試料ですが、良好な分離を示しています。

T.Wada & K.Yamada

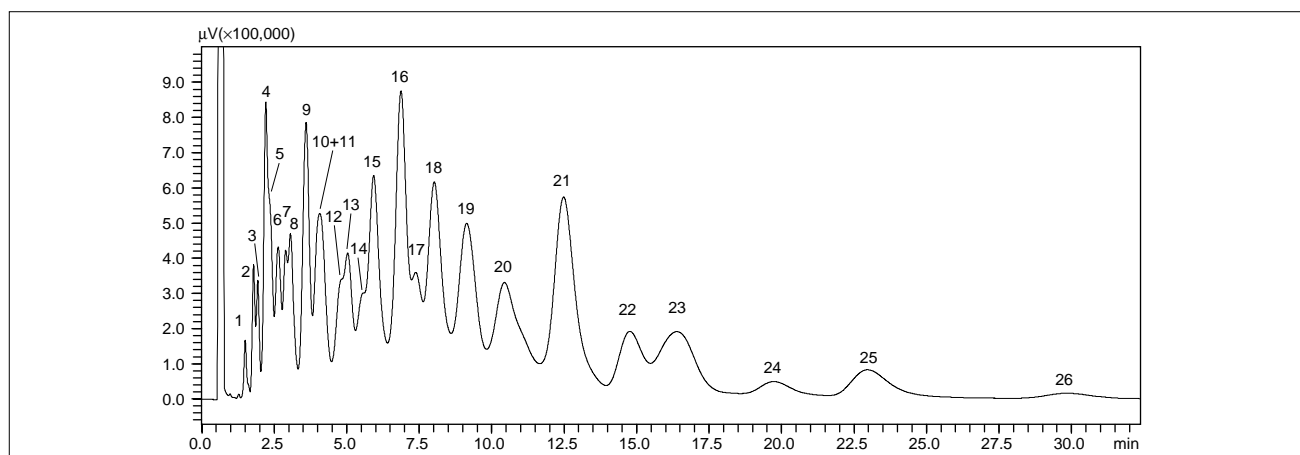


Fig.1 OV-1/バックドカラムによる5mg/L PCB標準溶液のクロマトグラム (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) Chromatogram of 5mg/L PCB standard solution (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) using OV-1 packed column

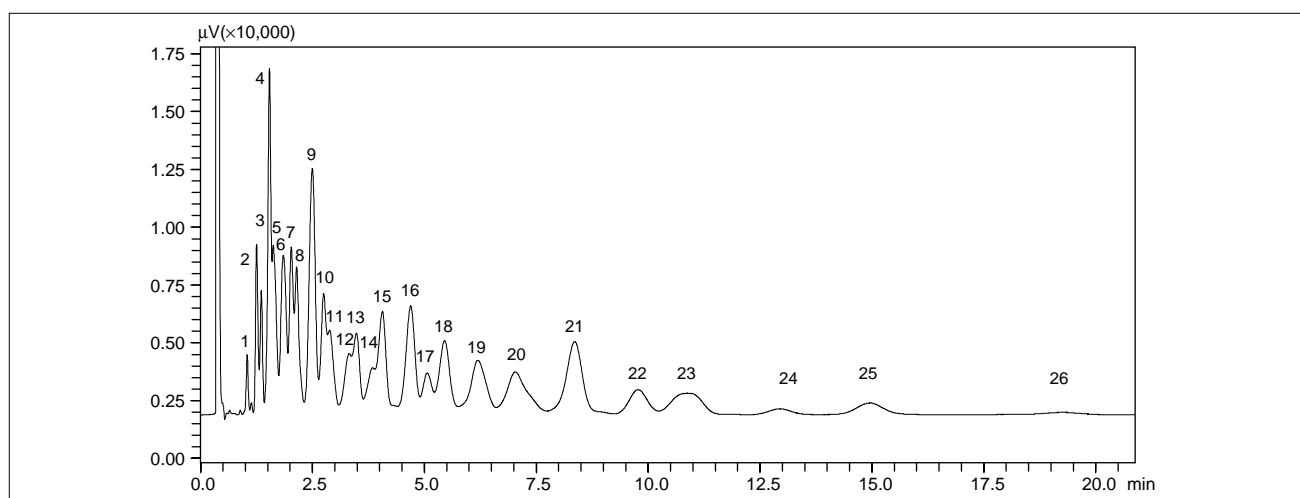


Fig.2 Rtx-1 ワイドボアカラムによる1mg/L PCB標準溶液 (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) のクロマトグラム Chromatogram of 1mg/L PCB standard solution (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) using Rtx-1 wide-bore column

Table 1 Fig.1の分析条件 Analytical Conditions (Fig.1)

| | |
|------------------|---|
| Model | : GC-14AE, AOC-20i |
| Column | : 2% OV-1 on chromosorb-W AW-DMCS(80/100) 2m×3.2mm I.D. glass |
| Column Temp. | : 200°C constant |
| Carrier Gas | : N ₂ (45mL/min), DET : ECD |
| Inj.Temp. | : 250°C Det.Temp. : 250°C |
| Injection Method | : Direct Injection |
| Injection Volume | : 2μL |

Table 2 Fig.2～6の分析条件 Analytical Conditions (Fig.2～6)

| | |
|------------------|--|
| Model | : GC-17A, ECD-17, AOC-20i |
| Column | : Rtx-1 30m×0.53mm I.D. df=1.0μm |
| Column Temp. | : 210°C constant |
| Carrier Gas | : N ₂ (15mL/min) |
| DET | : ECD, Make Up Gas : N ₂ 50mL/min |
| Inj.Temp. | : 250°C Det.Temp. : 280°C |
| Injection Method | : Direct Injection |
| Injection Volume | : 2μL |

1) PCB溶液はすべてKC-300:400:500:600=1:1:1:1を使用

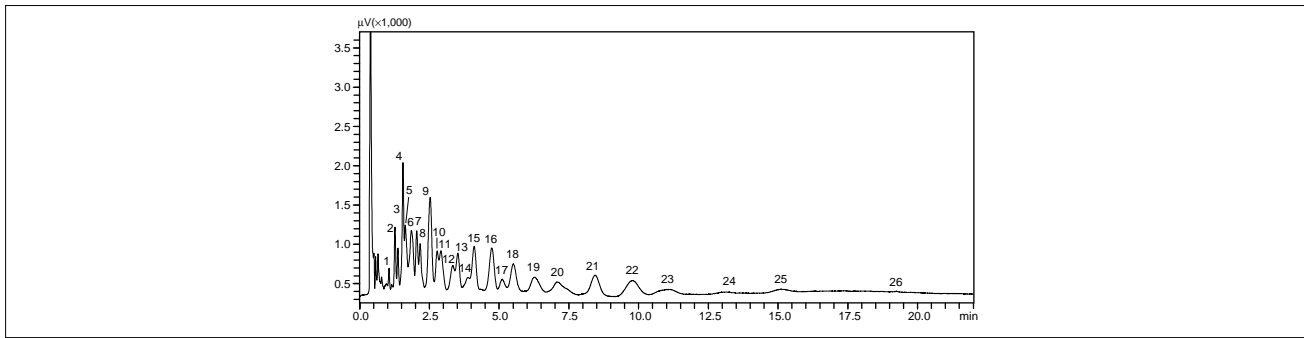


Fig.3 Rtx-1 ワイドボアカラムによる0.1mg/L PCB標準溶液(KC-300:400:500:600=1:1:1:1)のクロマトグラム
Chromatogram of 0.1mg/L PCB standard solution (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) using Rtx-1 wide-bore column

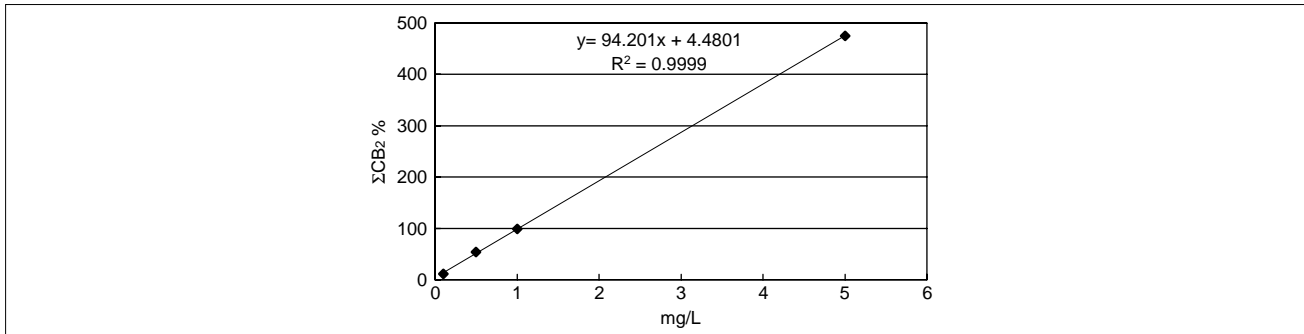


Fig.4 ワイドボアカラムによるPCB標準溶液(KC-300:400:500:600=1:1:1:1混合溶液)の検量線(0.1,0.5,1,5mg/L溶液を2μL注入 1mg/L溶液の CB2 %を99.1%として計算)
Calibration curve of PCB standard solution (KC-300:400:500:600=1:1:1:1) using a wide-bore column
(Concentration of standard:0.1, 0.5, 1, 5mg/L, Injection volume:2μL, Individual ΣCB2% calibrated at ΣCB2% of 1mg/L solution(equivalent to 99.1%)

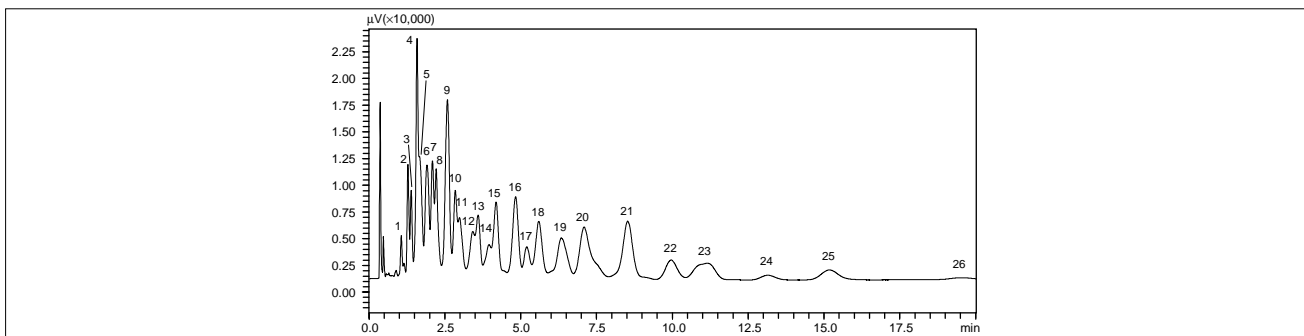


Fig.5 Rtx-1 ワイドボアカラムによる絶縁油中のPCBのクロマトグラム(絶縁油中に3μg/gとなるように PCBを添加)
Chromatogram of PCB in transformer oil using a wide-bore column(3μg/g PCB spiked in transformer oil)

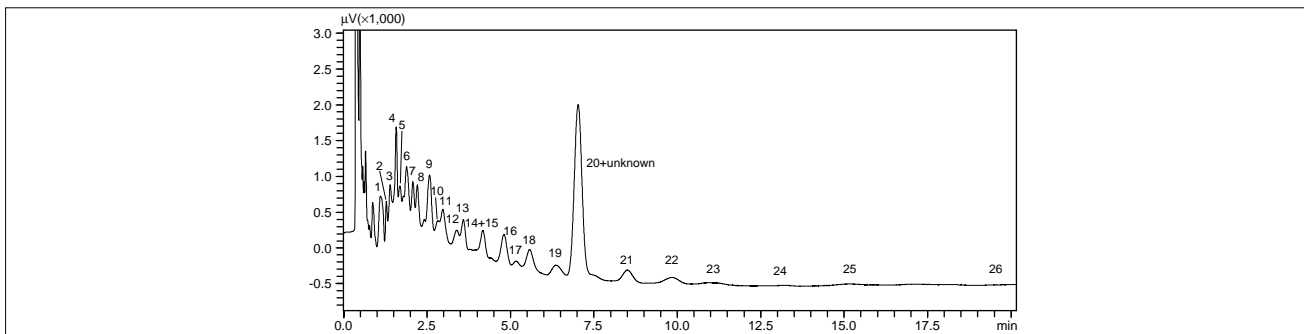


Fig.6 Rtx-1 ワイドボアカラムによる絶縁油中のPCBのクロマトグラム(絶縁油中に0.5μg/gとなるように PCBを添加)
Chromatogram of PCB in transformer oil using a wide-bore column(0.5μg/g PCB spiked in transformer oil)

参考文献

JIS K-0093:2002 用水・排水中のポリクロロビフェニル(PCB)の試験方法

JEAC-1201 絶縁油中のポリ塩素化ビフェニル(PCB)の分析方法規定, 日本電気協会(1991)

注) JIS K-0093:2002ではキャピラリカラムの使用が認められていますが, その記載分析条件(キャリアガス線速度, 温度条件等)で本アプリケーションニュースの条件と合致しないもの

があります。分析に際しては注意して下さい。またJEAC-1201法ではパックドカラム分析の記載のみで, キャピラリカラム分析の記載はありません。

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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-07401-17A-1K
2004.7

本資料は初版または改訂版発行時の情報に基づいて作成されています。