# PCB分析のための簡便な前処理法

# PCB問題の早期解決の鍵となる迅速分析



沼田 雅彦

ぬまた まさひこ mas-numata@aist.go.jp

計測標準研究部門 有機分析科 有機標準第2研究室 室長 (つくばセンター)

産総研入所以来、環境分析用標準物質の開発に従事し、これまでPCB・農薬類分析用底質やPCB分析用鉱物油の標準物質を世に出してきました。現在はバイオ燃料(イオデールおよびパイオエタノールおよびが開発に必すをした。 標準物質開発に必立するための検討を行っています。

#### 関連情報:

#### 共同研究者

川又 崇、青柳 嘉枝、津田 葉子、松尾 真由美(産総研)、 金子 敏郎(シグマ アルド リッチ ジャバン株式会社)、 Qiding Mi, Michael Ye(シ グマ アルドリッチ ジャパン 株式会社、SUPELCO社)

## 参考文献

[1] M. Numata *et al.*: *Anal. Chem.*, 79, 9211 (2007).

[2] M. Numata *et al.*: *Anal. Sci.*, 22, 785 (2006).

[3] M. Numata *et al.: J. Chromatogr. A*, 1210, 68 (2008).

[4] M. Numata *et al.*: *Anal. Bioanal. Chem.*, 391, 1985 (2008).

## 特許出願情報

[1] 特願 2007-516261 「液体クロマトグラフィー用 担体、該担体を充填したク ロマトグラフィー用カラム、 及び該カラムを用いた有機 物の分離方法」

[2] 特願 2007-185001 「アルキルスルフィニル基 またはアルキルスルホニ ル基を有するクロマトグラ フィー担体及びその製造方

#### PCB分析の課題

PCBは、かつて絶縁剤や熱媒体などに広く利用されましたが、慢性毒性と環境への残留性が明らかになったことから製造と使用がほぼ禁止され、現在では2016年までの全量処分を目標に処理事業が進められています。処分の対象が変圧器など数百万個にのぼることから、それらのリスク評価や処理を適正・円滑に行うには、正確かつ簡便にPCBを分析する手法が必要となります。しかし、正確な分析のためには測定を妨害する鉱物油成分をPCBから分離しなければならず、そのためには複雑な操作が必要でした。

# PCB分離剤の合成とその特性

私たちは、スルホキシド基やアンモニウムイオンを固定化したクロマトグラフィー担体が、PCBと鉱物油の分離剤として有効であることを明らかにしていましたが  $(\chi_{\text{M}}[1,2], \eta_{\text{H}}[1])$ 、さらにシグマ アルドリッチ ジャパン株式会社との共同研究において両官能基を1つの基材に結合させることで、分離性能の改善に成功しました  $(\chi_{\text{M}}[1,2], \eta_{\text{H}}[1])$ 。絶縁油試料に対してこの分離剤を用いた簡便な前処理を行ったところ、日本の規制濃度 (0.5 mg/kg) レベルのPCB に含まれる主要な成分\*をガスクロマトグラフ/四重極型質量分析計により検出することができました。

スルホキシド基を固定化した分離剤は、高い信頼性が必要な標準物質の認証のための分析に適用された (文献(4)) ほか、スルホキシド基とアンモニウムイオンの両者を結合させたものは2008年7月に SUPELCO社より Supelclean Sulfoxide の名称で商品化され、PCB分析の簡易・迅速化に貢献しています。

#### 今後の展開

現在この分離剤を利用した分析法について私たちの研究室やほかの機関で検討を続けており、硫酸シリカ/硝酸銀シリカ処理などの分離手法との併用によって、変圧器用絶縁油として長期間使用されて変質成分を含んでいる試料であっても、低塩素数PCBまで正確に定量することができるようになりました。また、芳香族化合物に対する特異な親和性により多環芳香族炭化水素・ダイオキシン類や臭素系難燃剤などPCB以外の有機汚染物質の分離にも適用できること、錯体形成能により水質試料中の水銀など金属イオンの捕集にも効果があることなどが明らかにされつつあり、さらに広範な応用を目指しています。

※PCBは塩素原子数や結合位置が異なるさまざまな成分(同族体・異性体)の混合物です。

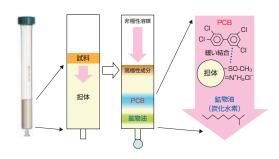


図1 開発した分離剤による分離の原理

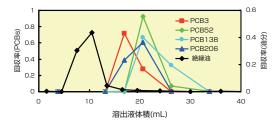


図2 PCB と絶縁油の分離例 (PCB3 など:代表的な PCB 同族体)