

水酸化ポリ塩化ビフェニル (PCB-OH) の分析について

大阪府環境情報センター

奥村 為男

はじめに

水酸化ポリ塩化ビフェニルの環境中での存在の可能性として、生物による **PCB** の代謝、大気中での過酸化物質や光による物理化学的反応及び **PCB** の各種分解処理過程による生成が考えられる。

毒性に関しては、国立環境研究所との共同研究により、環境ホルモン作用を明らかにした。特に甲状腺ホルモン阻害作用が明らかになったことは意義深い。

標準品の合成

塩素化アニリンをジアゾ化し、加熱した塩素化フェノールに滴下することによるラジカルカップリング反応により合成した。反応生成物は真空蒸留で取り出し、シリカゲル薄層クロマト (TLC) により異性体分離を行い、NMR (核磁気共鳴吸収) により構造決定を行った。80 数種の標品を合成したが、異性体分離が完全に出来ないものもあった。これらを4種の混合標準液として分析法の検討を行った。定量用の標準液として **Cl3, Cl4, Cl5** の **PCB-OH** 各5種を、メチル化したときにピークが重ならないように配慮して作成した。

誘導体化の検討

1. 誘導体化しないで分析する。 2. トリメチルシリル (TMS) 化を行う。 3. メチル化を行う。 — の3方法について検討考察を行った。

1. は吸着により感度が悪く、定量の直線性がないものがあつた。また、異性体間の感度差が大きく不適当であつた。

2. は感度も良く、定量の直線性もあつたが、反応が不確実 (TMS 基が引っ付いたり離れたりする) であり、アルカリ分解により分解すること等から効果的なクリーンアップが困難なことから不適であつた。

3. 感度も良く、定量の直線性も良好であり、アルカリ分解によっても全く分解しないことから、特に生物試料のクリーンアップに最適であり、これを採用した。

クリーンアップ法の検討

環境中での存在濃度はダイオキシン類のように超低濃度が予想されるので、極めて効果的なクリーンアップ法が要求される。メチル化前後の大きな物性の相違を利用することにより、市販のカートリッジカラムで極めて簡単な方法により最大の効果を得ることが出来た。

環境中での存在

魚試料から、これらの存在を示す明瞭なピーク群が得られており、現在異性体の特定作業を続行中である。

謝辞: **PCB-OH** の液クロ法による水/オクタノール分配係数の測定は当センターの上堀美知子さん、高分解能 GC/MS 測定では大阪市立環境科学研究所の先山孝則氏に御願ひした、ここに謝意を表します。

底質・生物試料 分析法フローチャート

