

東京大学 正会員 ○松尾 友矩
荏原インフィルコ 伊藤 義一
東京大学 三沢 庸助

I はじめに

本報告は、昨年度報告した「TLCによる水中有機物の分離に関する2-3の検討」以後に行なったいくつかの試みについての報告である。

今回は特に ① 原水のpH調整・アルカリ側での加熱分解(ケン化)などの前処理を行なうことによるクロマトグラムのパターン変化 ② 二次元展開による分離の明確化 ③ 純物質との展開距離との比較による物質の同定などについて得られた若干の知見を報告する。

II 分析方法

① サンプルの調整：検水2Lに対し、それぞれpH調整・ケン化・ろ過(5Cろ紙)などの前処理を行なった後、エーテル400CCを加え、分液ロートで10分間振とうした後エーテル分を分離し、約1CC程度にまで濃縮する。

② 検水・採水地点及びサンプル番号：1下水流入水、2最初沈み池溢流水、3エアレーションタンク混合液の30分静置後の上澄、4最終沈み池溢流水(塩素注入前)、5処理場放流水、6神田川小滝橋(処理場放流口の上流)、7水道水、8蒸留水、11し尿処理場放流水(塩素注入前)、12多摩川是政橋、13是政悪水、14多摩川河原橋、15多摩川三子玉川(野川合流前)、16野川(多摩川合流前)、19三郎池

③ 前処理の種類と番号：-1 pH1、-2 pH4、-3 前処理なし(pH7.0付近)、-4 pH10、-5 pH13、-6 ケン化、-7 ケン化後酸性に戻す、-8 ろ過、-9 ろ過後pH1、(ケン化はpH13にして3時間環流装置をつけたフラスコ内で加熱して行なった。)

④ 展開液の種類：① 石油エーテル：エーテル9：1、② 石油エーテル：エーテル1：1、③ 石油エーテル：エーテル(+酢酸)1：1(+1%)、④ 石油エーテル：エーテル：酢酸9：1：1の4種類を採用した。

⑤ 検出方法：紫外線照射による発光反応とモリブデン酸アンモン=過塩素酸及び濃硫酸の噴霧によって呈色させた。

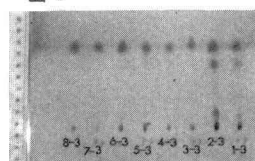
⑥ 展開方法：一次元展開と二次元展開を適宜併用した。

III 結果

得られたクロマトグラムのうち代表的な例を(図-1)～(図-9)に示す。(図-1)～(図-4)は、検水間の差違を示している。また(図-5)は、pH調整・ろ過等の前処理の効果を示し、(図-6)～(図-9)は、二次元展開による分離の特性を示すものである。

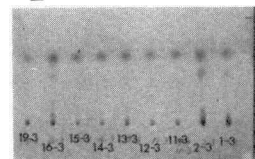
二次元展開による分離、紫外線に対する発光、硫酸噴霧に対する発色等の確認によって今回のサンプルに共通な成分としてはっきりと確認できたものは、(図-10)のようにパターン化して示すことができる。なおこの他にもサンプルによ

図-1



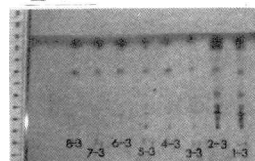
石油エーテル：エーテル 9：1 (35分)

図-2



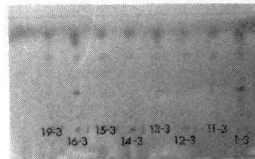
石油エーテル：エーテル 9：1 (35分)

図-3



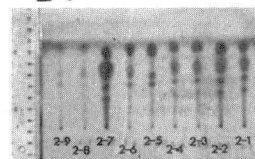
石油エーテル：エーテル 1：1 (酢酸1%) (35分)

図-4



石油エーテル：エーテル 1：1 (酢酸1%) (35分)

図-5



石油エーテル：エーテル：酢酸 9：1：1 (35分)

っては、黄緑色、オレンジ色、青色、黄色といった色素の分離も認められた。

pHを変化させた影響は、クロマトグラム0,1,2,4,5に対しては、ほとんど現われなかった。しかし、6,7は中・酸性側で現われ、アルカリ側では、めだって薄くなっていた。

ケン化によっては、めだった変化は認められないが、ケン化後酸性に戻した場合に6,7はその呈色の仕方が強くなった。

5,7は、濃硫酸の噴霧直後にオレンジ色と桃色にそれぞれ呈色した。

ろ過したサンプルにおいては、クロマトグラムが極度に薄くなってしまったり確認可能なものが少なかった。

Ⅳ 考察

前述した0～7の8種類のクロマトグラムで示される物質は、次のような性質の物質であることが推定される。

1) クロマトグラム-0；一番極性の小さい物質で、pH調整・ケン化・ろ過・採水地点・水道水・蒸留水の区別なく溶媒先端附近に検出される。炭化水素系の化合物と思われるが、この物質は、抽出用に使ったエーテルを400倍に濃縮しただけの試料からも検出されており、溶媒中に含まれる微量汚染物質である可能性が強い。

2) クロマトグラム-1；これも極性の小さい物質で、pH調整・ケン化には影響されない。ろ過によってはかなり薄くなる。流入水・初次水・野川といった汚染の進んだサンプル中から検出される。

3) クロマトグラム-2；この物質もpH・ケン化・ろ過の前処理に対しては、クロマトグラム-1と同じ傾向であるが、流入・初次水・野川の他には足政悪水・三田郎池のサンプル中にも検出される。

4) クロマトグラム-3；この物質は、クロマトグラム-0と同様にエーテルの濃縮試料中に検出され、水道水・蒸留水中からも検出されており、エーテル中の微量汚染物質であると推定される。

5) クロマトグラム-4；この物質は、クロマトグラム-1とほぼ同様の特性を示す。流入水・初次水・野川のサンプル中に検出される。

6) クロマトグラム-5；この物質は、濃硫酸噴霧後のオレンジ色の発色に特徴がある。展開距離、発色の様子などからこの物質は、コレステリンの中のコレステロールであると推定される。コレステロールは、動物特有の物質であることを考えれば、ごく近い過去における汚染の存在を推定させる。今回のサンプル中では、水道水・蒸留水以外は全てに検出されている。

7) クロマトグラム-6；この物質は、中・酸性側でしかも展開液に酢酸を添加した場合に現われる。これらのことから脂肪酸類でありその中でもリノール酸かオレイン酸の可能性が強い。紫外線に対する発光の様子から2重結合2個を持つリノール酸の方であると推定される。処理場系では流入水・初次水で濃く以後薄くなり、河川系では悪水・野川で濃くその他は薄くなっている。リノール酸は植物性油脂の主要成分でもある。

8) クロマトグラム-7；この物質は、クロマトグラム-6と同様、中酸性側で検出される。リノール酸より分子量の小さい脂肪酸であると思われる。流入水・初次水以外には認められなかった。

