

GC/MSによる水質分析手法に関する2, 3の考察

山口大学工学部 正 員 関根 雅彦

山口大学工学部 正 員 中西 弘

山口大学工学部 学生員 藤岡 健智

山 口 県 正 員 ○田中 利尚

1. はじめに 近年注目されている微量化学物質分析装置であるGC/MSを、通常の定量分析及び未知試料の同定以外の面でも活用する方法を検討した。その方法として、クロマトグラフのピークの得やすい高濃度廃液である写真廃液と、化学物質の量が低濃度と思われる環境水を用い、保持時間毎のピーク面積を集計して一般の水質濃度値と比較した。

2. 実験方法 写真廃液の実験サンプルとして、図. 1に示す処理段階毎の原水(100ml)、一次生物処理水(100ml)、オゾン処理水(1000ml)、電解処理水(1000ml)、二次生物処理水(2000ml)を用いた。各々のサンプルを固相抽出(図. 2/SEP-PAK・C18PLUS)し、GC/MSにより定性分析法にてトータルイオンクロマトグラフを得た。このトータルイオンクロマトグラフから、ピーク面積を求め、そのピーク面積を5分間隔で集計した。その面積に対しては、通水量を原水換算して希釈率により補正を行った。さらに、ピーク面積とCODとの相関を調べた。

環境水の実験サンプルとして、山口県内の河川水、湖沼水(島地川ダム、厚東川ダム、丸山ダム、向道ダム、菅野ダム、佐波川)の環境水を各10L採水した。その環境水を固相抽出(図. 3/XAD-2)し、GC/MSにより分析を行った。そして、写真廃液と同様に、解析を行った。

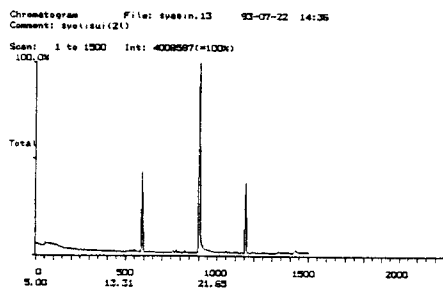
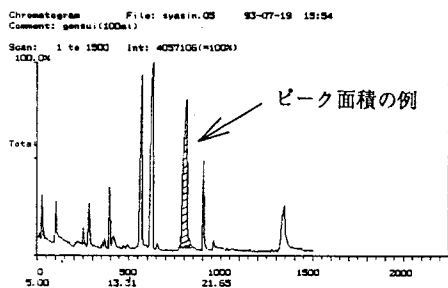
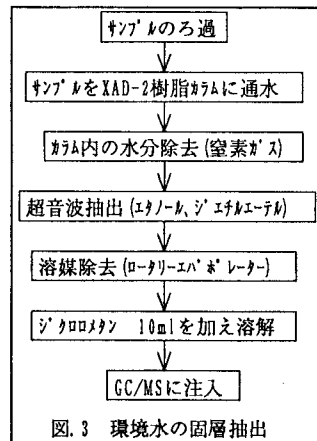
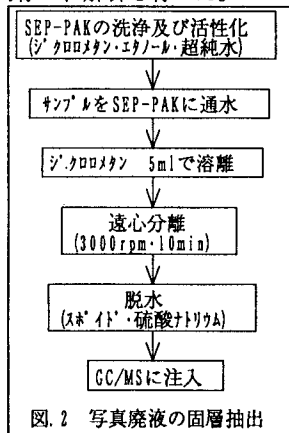
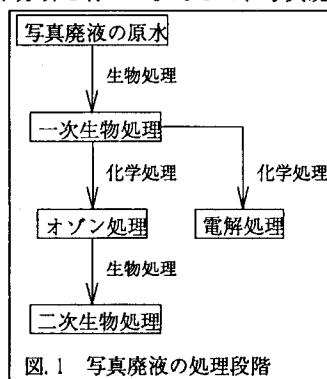


図. 4 原水のトータルイオンクロマトグラフ 図. 5 2次生物処理水のトータルイオンクロマトグラフ

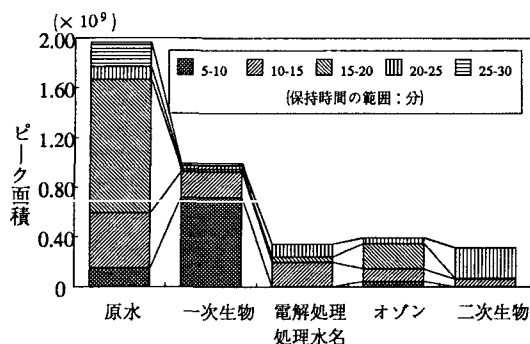


図. 6 写真廃液処理段階別の5分間隔におけるピーク面積の比較

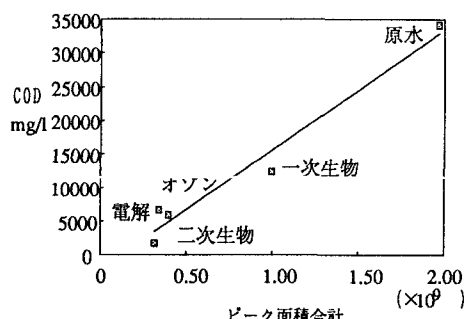


図. 7 写真廃液処理段階別のピーク面積とCODとの関係

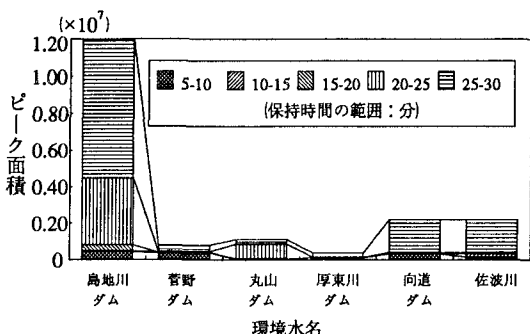


図. 8 環境水の5分間隔におけるピーク面積の比較

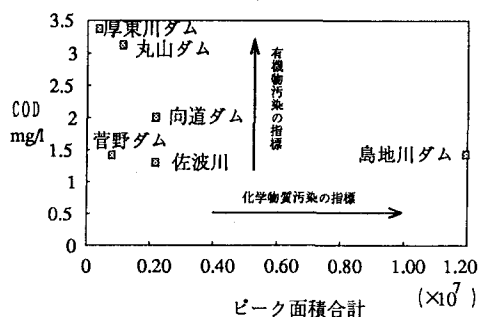


図. 9 環境水のピーク面積とCODとの関係

3. 結果および考察 図. 4と図. 5は、原水および2次生物処理水のトータルイオンクロマトグラフを示している。この図からも分かるように、原水から2次生物処理水の処理段階でトータルイオンクロマトグラフのピーク数は確実に減っている。図. 6と図. 8は、写真廃液処理段階別および環境水の5分間隔におけるピーク面積の比較を示したものである。一般にクロマトグラフの保持時間の長いもの程、分子量が大きいものであると言われている。図. 6より、原水に対して一次生物処理を行う事によって、15-30分に検出される分子量の大きい物質が大幅に減少して、5-10分に検出される分子量の小さい物質が増加している。これは、15-30分に検出される物質が一次生物処理によって分解され、5-10分に検出される物質に変化したものであると考えられる。また、一次生物処理水にオゾン処理や電解処理を適用した場合、5-10分に検出されていた物質が電解処理水・オゾン処理水において、ほとんど検出されていない。この事より、5-10分に検出された物質の中に化学処理で分解される物質が多く含まれているという事が推測できる。以上のように、ピーク面積の集計により処理過程における物質変化が推測できた。また、この考察に基づき、GC/MSにおいて物質を同定すべきピークを絞り込む事もできると思われた。GC/MSを用いた未知試料の同定では、1つのピークに対し候補となる物質が20程度検索される。真の物質の同定のためには、標準物質を用いて保持時間を確認しなければならないことから、ピークを絞り込む事は分析時間の短縮や試薬の節約といった面で重要である。

図. 7と図. 9は、写真廃液処理段階別および環境水のピーク面積とCODとの関係を示したものである。図. 7においては、明らかに写真廃液の各処理段階での処理水のピーク面積とCODとの相関が見られた。これは、写真廃液では固層抽出される化学物質がCODに直接関与しており、化学物質の減少とCODの減少が結びついていると考えられた。一方、環境水では、CODとピーク面積の間に関連が見られなかったが、図. 7の横軸は化学物質汚染、縦軸は有機物汚染の指標と考えられ、島地川ダムは化学物質汚染型、厚東川ダムは有機物汚染型、というように環境水の汚染のタイプ分けが可能であると考えられた。