

II-106 河川汚染評価としてGC質量分析計の 応用の可能性に関する基礎的研究

東北学院大学工学部 学生員 ○布施 俊枝
同 川村 圭一郎
同 正 員 長谷川 信夫

1 緒 言

近年、公害問題は局所的な汚染から広域的な汚染問題、すなわち環境汚染問題へと発展してきた。環境水の有機質はCODやBODなどで表現することが多いが、水質汚濁の機構や水質浄化に関する研究では種々有機物質の同定、定量が不可欠である。そこで本研究では、特に環境水中に存在する微量有機物の分析として、河川水および埋立地浸出水とその放流先河川中の微量有機物の同定をガスクロマトグラフ質量分析計（以下GC-MSと記す）を用いて検討した。また質量分析計は高価なために、衛生工学の分野では未だ一般的とは言えず、各種有機物質の測定が報告されている程度であり、環境汚染に対する評価法の一つとしてGC-MSの応用の可能性について基礎的な研究を行ったので報告する。

2 GC-MS概要

GC-MSとして日本電子のJMS-AX505Wを用いた。その一般的な機構を図-1に示す。多成分混合試料を充填剤との親和力の差を利用したGC部によって分離するので、充填剤と昇温条件の適切な選択が必要となる。本研究では、充填剤としてシリコンOV-1（3mm×1.2mのガラスカラム）を用いた。各々の成分についてMS部で分析されるため、約 10^{-6} gの試料を用いて分離、同定、定量を行い得ることが出来る。MS部は分離された試料を熱電子の衝突でイオン化し（EI法）、加速エネルギーを与えて電場分析部へ送り出し、プラス電位とマイナス電位により電極が形成された方向収束と、電界の作用による速度収束で磁場分析部へ入射し、磁場強度に対応した各質量数（m/z）のイオンをコレクタースリットに収束させてマスベクトルを得る装置である。

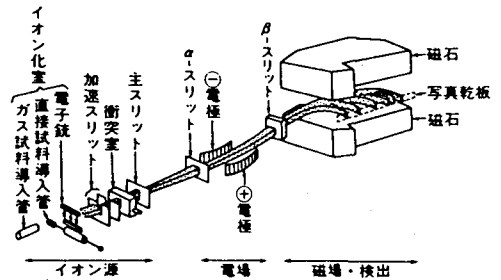


図-1 GC-MSの概要

3 実験方法および試料の濃縮法

試料として仙台市北部に位置する石積廃棄物埋立処分地で採水した浸出水と同敷地内の一部に設けられた処理施設で処理された水と、放流先河川水、さらに大学付近の砂押川で採取した水を使用した。GC-MS測定の前処理として図-2に示す操作を行った。すなわちヘキサンで抽出したあと、ロータリー・エバポレーターによる減圧濃縮を行った。800～1600mLの試料を弱酸性に調整し、分液漏斗を用いてヘキサン抽出を行う。ヘキサンに溶解した有機物を得るためにヘキサン層をロータリー・エバポレーターにより40℃、0.07mL/分の蒸留速度で減圧蒸留する。減圧蒸留することによって、高温では分解・酸化されやす

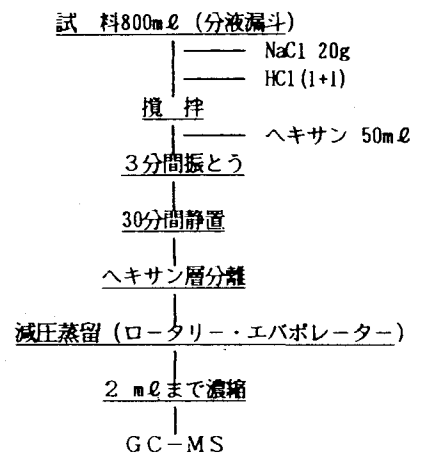


図-2 有機物の分析方法のフロー図

有機物を比較的低沸点で蒸留濃縮することを可能にしている。約2 mℓまで濃縮した試料をGC-MSにて測定する。

4 結果および考察

図-3に浸出水のトータルイオンクロマト（以下TICと記す）を示す。ピークが低いので上部に20倍に拡大したTICを表示し、グラフ内の折れ線は昇温条件を表している。

スキャン番号200～220でCamphorのピークが出現しているので、一例としてこのCamphorのスペクトルを図-4に示し、このスペクトルの同定結果を図-5に示す。分子イオンが電子衝撃の際に受けた余分のエネルギーのために、中性分子やラジカルを放出して生じる低質量のイオンがフラグメントイオンピークとして観測されるが、図-4には分子イオン (m/z)152のフラグメントイオンピーク (m/z)108、(m/z)95 (m/z)81が明瞭なスペクトルとして強く出ており、図-5の開裂様式と重ね合わせて見ると、このフラグメントイオンピークの質量からCamphorの開裂様式であることを表わし、今回の測定が適当な昇温であったことがいえる。そのほかのピークをみるとPentane、Benzene、Phthalic acid等が検出された。同様の昇温条件によって処理水についても測定を行ったので図-6に示す。処理水でも図のようなピークが検出された。埋立処分地下流河川で採水した試料も同様に測定したが、これらの分析結果については講演時に述べる。

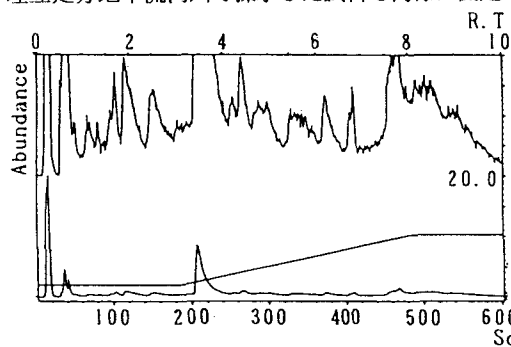


図-3 浸出水のTIC

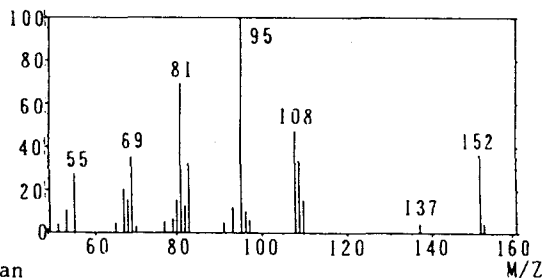


図-4 Camphorのスペクトル

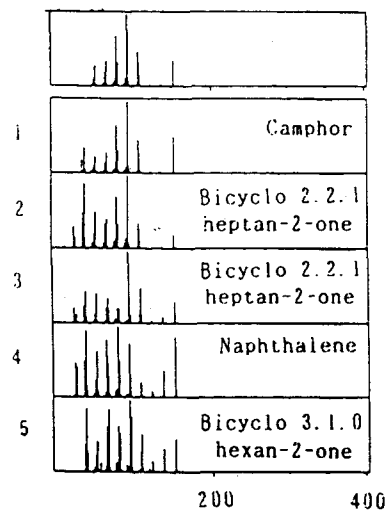


図-5 Camphorの同定結果

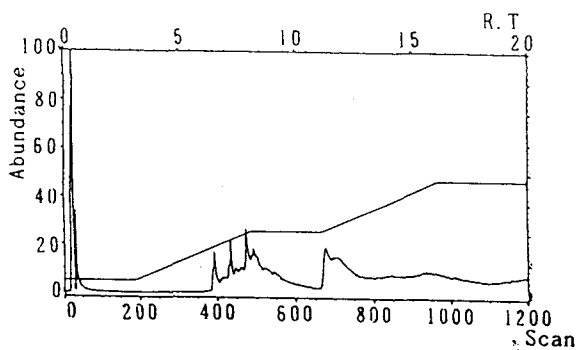


図-6 処理水のTIC

5 結論

- ① 環境水中の微量有機物の分離、同定が出来た。
- ② 浸出水に含有されていた種々の有機物も処理施設で分解し、処理水中には認められなかった。
- ③ これらのことから、処理施設の処理過程を始末有機物の分解過程を追跡するのに応用できると判断された。