

底質中の全リン分析法の検討

二宮 順一郎・御手洗 清・亀岡 貴太郎

1. はじめに

全リン(以下T-Pという)の分析は富栄養化対策上ますます必要の頻度が高まってきており、その分析法にも、硫硝酸法^{1,2)}、過硫酸カリウム法³⁾、硝過塩素酸法等^{4,5)}各種の方法が報告されている。しかしながら特に底質のように比較的T-P濃度が高く、しかも強い分解条件を必要とする試料については、「瀬戸内海栄養塩収支挙動調査のための水質等試験方法⁶⁾」が指定されているにすぎない。当試験方法における試料の分解法はフッ化水素酸を用いることから白金皿を必要とし、操作に制約を受けるとともに、危険も伴う。また操作が複雑であるため、今後予想される数多くの試料には対応できかねるといえる。

これらの観点から、フッ化水素酸法に替えて、比較的簡便な方法とされる、硫硝酸法、過硫酸カリウム法の適用性を試みるとともに、フッ化水素酸法と比較検討することによって、愛媛県内湾部底質試料における適用の可否を判断し、若干の知見を得たので報告する。

2. 試験方法

2-1. 試薬、分析機器

2-1-1. 試薬

硝酸、硫酸、アンモニア水、リン酸二水素カリウム：和光純薬工業(株)試薬特級を用いた。

過硫酸カリウム、メタバナジン酸アンモニウム、モリブデン酸アンモニウム：片山化学工業(株)試薬特級を用いた。

混合発色試薬：メタバナジン酸アンモニウム1.12gを300~400mlの純水に溶かし、硝酸250mlを加える。この溶液を攪拌しながら、別にモリブデン酸アンモニウム27gを100~200mlの温水に溶かしたものを少しずつ注加し、純水で1ℓとした。

P標準溶液：リン酸二水素カリウム4.3937gを純水に溶かし1ℓとした。この標準溶液、1mlはPとして20 μ gを含む。

2-1-2. 分析機器

光度計：日立製181型分光光度計を用いた。

ホットプレート：東洋製作所TP-55(1 Kw)を用いた。

2-2. 試料

底質実試料は愛媛県内湾部14地点から採掘した底質を風乾し、乳ばちで団粒を砕く程度に細粉したもののうち、ふるい呼び寸法420 μ の篩を通ったものを用いた。

2-3. 試料の分解方法

次に示した3方法によって試料を分解し、各々の3方法の適用性を比較した。

① フッ化水素酸法：瀬戸内海栄養塩収支挙動調査のための水質等試験方法に準拠したが、一部硝酸、フッ化水素酸の添加量を多くし、特に硝酸は適時追加した。

② 硫硝酸法：JIS K 0102.3.4 検水の前処理、(1)硝酸と硫酸とによる有機物の分解に準拠した。

③ 過硫酸カリウム法：海洋観測指針に準拠したが過硫酸カリウム溶液濃度を10%とし、50ml添加した。また分解途中適時攪拌した。

フローシートを図1に示した。

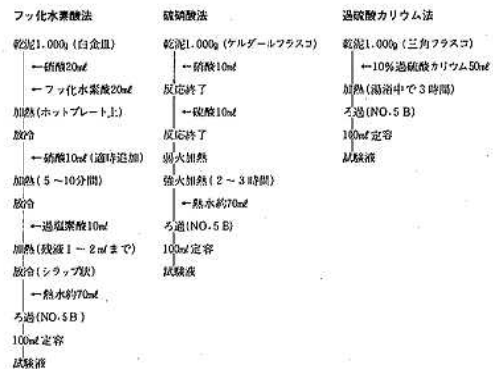


図1 試料分解法のフローシート

2-4. 試験液の吸光光度定量法

バナドモリブデン酸法を適用し、そのフローシートを図2に示した。底質試料の種類によっては試験液中和の際、水酸化第二鉄の沈殿が生じるので、その場合

バナドモリブデン酸法

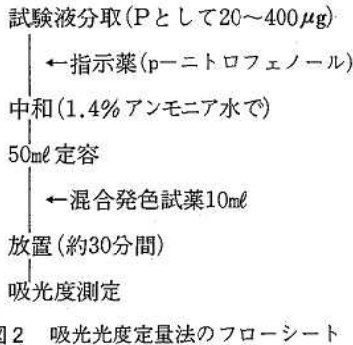


表1 標準添加による回収率

分解方法	P添加量 (mg)	P検出量 (mg)	回収率 (%)	$\bar{x} \pm \sigma_{n-1}$ (%)	C.V. (%)
フッ化水素酸法	0.200	0.193	96.5	97.9 \pm 1.4	1.4
	0.800	0.774	96.8		
	1.400	1.38	98.6		
	2.000	1.99	99.5		
硫硝酸法	0.200	0.204	102.	101 \pm 0.50	0.50
	0.800	0.807	101.		
	1.400	1.41	101.		
	2.000	2.01	101.		
過硫酸カリウム法	0.200	0.200	100.	99.9 \pm 0.86	0.86
	0.800	0.793	99.1		
	1.400	1.39	99.3		
	2.000	2.01	101.		

はさらに硝酸(1+10)を加えて溶解させた。

検量線は次のとおり作成した。P標準液を2, 5, 10, 15, 20mlずつ, それぞれ50mlのメスフラスコに分取し, 図2のフローシートにもとづいて発色させ, 試薬ブランクで補正した。

3. 試験結果

3-1. 標準添加による回収率

P標準溶液を4段階に分取し, 2-3. 試料の分解方法および2-4. 試験液の吸光光度定量法に従って操作し, その回収率をみた結果を表1に示した。

それによるとフッ化水素酸法でわずかに損失が認められたものの, 各方法ともすぐれた回収率を得た。

3-2. 各分解方法による繰り返し分析精度

昭和54年度環境測定分析統一精度管理調査のために調整された底質試料を用いて, 2-3. 試料の分解方法および2-4. 試験液の吸光光度定量法に従って各4回操作し, その検出量数値のバラツキをみた結果を表2に示した。各分析法ともすぐれた繰り返し分析精度が得られた。

表2 繰り返し分析精度

分解方法	試料採取量 (乾泥g)	P検出量 (mg)	P含量 (mg/g)	$\bar{x} \pm \sigma_{n-1}$ (mg/g)	C.V. (%)
フッ化水素酸法	0.4639	1.16	2.50	2.48 \pm 0.017	0.69
	0.4642	1.14	2.46		
	0.4796	1.19	2.48		
	0.4744	1.18	2.49		
硫硝酸法	0.4720	1.16	2.46	2.47 \pm 0.068	2.8
	0.4656	1.14	2.45		
	0.4646	1.12	2.41		
	0.4716	1.21	2.57		
過硫酸カリウム法	0.4384	1.02	2.33	2.28 \pm 0.065	2.9
	0.4618	1.07	2.32		
	0.4682	1.06	2.26		
	0.4661	1.02	2.19		

底質試料: 河川浚渫ヘドロ乾燥物
全国平均T-P検出量2.437mg/g

3-3. 各種底質試料を用いての比較

愛媛県内湾部14地点から採泥した底質実試料から各1.000gを精秤し, 2-3. 試料の分解方法および2-4. 試験液の吸光光度定量法に従って操作し, 各分解

表3 T-P検出量結果

(単位: mg/g)

試料	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
フッ化水素酸法	0.474	0.831	1.03	0.463	0.843	0.775	0.996	1.10	0.395	1.21	0.479	0.553	0.670	0.655
硫硝酸法	0.484	0.849	1.01	0.447	0.875	0.675	1.10	1.12	0.376	1.24	0.462	0.582	0.644	0.604
過硫酸カリウム法 (改良過硫酸カリウム法)	0.425 (0.458)	0.780 (0.828)	0.959 (1.01)	0.395 (0.420)	0.780 (0.775)	0.629 (0.669)	0.984 (1.07)	1.00 (1.07)	0.337 (0.356)	1.07 (1.20)	0.434 (0.489)	0.537 (0.551)	0.602 (0.604)	0.577 (0.602)
\bar{x}	0.461 (0.472)	0.820 (0.836)	1.00 (1.02)	0.435 (0.443)	0.833 (0.831)	0.693 (0.706)	1.03 (1.06)	1.07 (1.10)	0.369 (0.376)	1.17 (1.22)	0.458 (0.477)	0.557 (0.562)	0.639 (0.639)	0.612 (0.620)
σ_{n-1}	0.032 (0.013)	0.036 (0.011)	0.037 (0.012)	0.036 (0.022)	0.048 (0.051)	0.075 (0.060)	0.064 (0.054)	0.064 (0.025)	0.030 (0.020)	0.091 (0.021)	0.023 (0.014)	0.023 (0.017)	0.034 (0.033)	0.040 (0.030)
C.V. (%)	6.9 (2.8)	4.4 (1.3)	3.7 (1.2)	8.3 (5.0)	5.8 (6.1)	11 (8.5)	6.2 (5.1)	6.0 (2.3)	8.1 (5.3)	7.8 (1.7)	5.0 (2.9)	4.1 (3.0)	5.3 (5.2)	6.5 (4.8)

改良過硫酸カリウム法: 過硫酸カリウム法に硫酸(1+1)2mlを添加し, ホットプレート上で分解するもので, 改良過硫酸カリウム法による検出量数値に替えた \bar{x} , σ_{n-1} , C.V.は()内に示した。

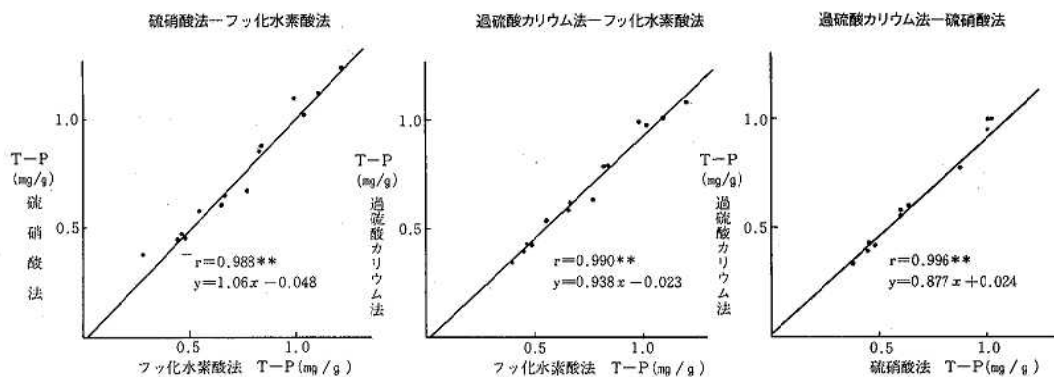


図3 各分解法間の相関および回帰直線

表4 各分解法間の差の検定

フッ化水素酸法			
硫 硝 酸 法	0.0340		
過硫酸カリウム法	6.63*	6.17*	
	フッ化水素酸法	硫 硝 酸 法	過硫酸カリウム法

* : $t(13, 5\%) = 2.16$ で有意差あり

表5 各分解法間の差の推定

分 解 法	差の範囲 (mg/g)
フッ化水素酸法—過硫酸カリウム法間	$0.0465 \leq U_d \leq 0.0913$
硫 硝 酸 法—過硫酸カリウム法間	$0.0444 \leq U_d \leq 0.0926$

危険率 5%

解法ごとに得られた検出量数値を表3に示した。それによると各分解法におけるT-P検出量数値は全体比較ではフッ化水素酸法>硫硝酸法>過硫酸カリウム法の順に高いことが判った。またその検出量数値に基づいて各分解法間の相関、回帰直線をもとめた結果を図3に示したように、各分解法間には高い相関があることが判る。そこで各分解法間の差の信頼性を確認するため、各分解法間のT-P検出量数値の差の検定を行いその結果を表4に示した。フッ化水素酸法—硫硝酸法間には有意な差はみられなかったが、フッ化水素酸法—過硫酸カリウム法間、および硫硝酸法—過硫酸カリウム法間には明らかに有意な差がみられた。その差は表5に示したように検出量数値で約0.04~0.09mgと推定された。

また参考までに行った方法ではあるが、過硫酸カリウム法に硫酸(1+1)2mlを添加しホットプレート上で加熱条件を厳しくした改良過硫酸カリウム法⁸⁾とすることでT-P検出量数値の増大をはかることができた。

3-4. 吸光度定量法

バナドモリブデン酸法は発色が安定で、しかも再現性がすぐれていた。検量線は、図4に示したように、 $400\mu\text{g}/50\text{ml}$ まで高範囲に直線性を示した。ただし試薬ブランクがわずかに吸収をもつので、低濃度域においては試薬ブランクの補正に十分な配慮が必要といえる。

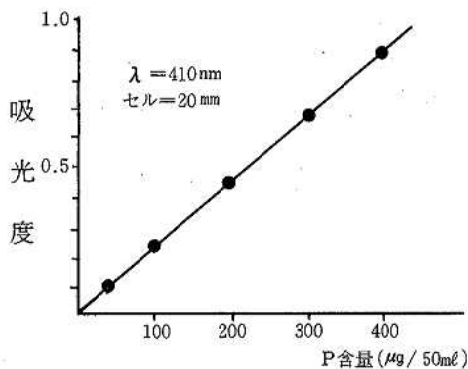


図4 T-P検量線

4. 考 察

底質試料中のT-P分析のための試料分解法として「瀬戸内海栄養塩収支挙動調査のための水質等試験方法」によって、フッ化水素酸法が指定されている。これは有機物の分解だけでなく、底泥を構成する微細岩石を分解し、それに含まれるPをも分析の対象とすることを意図している。しかしながら筆者らの試験によると、愛媛県内湾部底質試料についての比較結果では、硫硝酸法においてもフッ化水素酸法と全く同じといえる検出量数値が得られ、しいてフッ化水素酸法の必要性が認められなかった。内湾部の底質試料のように高濃度にPを含有する試料については、能率的にかつ精度よく行うためにも、硫硝酸法が適していると判断される。また過硫酸カリウム法は他の2方法に比べて、検出量

数値は6～12%低い値となり、底質分解法としての適用には難点があると判断された。

しかしながら参考までに行った方法ではあるが、改良過硫酸カリウム法とすることで、かなり検出量数値をよくすることができた。なおこの方法は今後更に検討する必要がある。

吸光光度定量法には、鉄およびケイ酸による妨害を避けるため、バナドモリブデン酸法を採用した。この吸光光度定量法はモリブデンブルー法に比べて、感度が約20倍劣るが検量線が広範囲に直線性を示すため、底質試料のように比較的P濃度が高く、しかも濃度範囲の広い試料には特に適しているといえる。なお試薬ブランクの吸光度による補正を考慮して、定量限界はPとして20mg/50mlが適当であると考えられる。

5. ま と め

底質中のT-P分析法のための試料分解法として「瀬戸内海栄養塩収支挙動調査のための水質等試験方法」でフッ化水素酸法が指定されているが、今後頻用される方法としては操作が複雑で実状に即していない。この意味では精度に重点をおくよりも、多数のデータをとることの方がより目的にかなった方法であり、分析方法は簡便で気軽に行なえるものであることが必要である。そこでフッ化水素酸法、硫硝酸法および過硫酸カリウム法を比較検討し、次の結果を得た。

① T-P分析のための底質分解法として、フッ化水素酸法、硫硝酸法および過硫酸カリウム法を試みたが、繰り返し分析精度はともにすぐれていた。

② 底質実試料を用いてのT-P検出量数値の比較では、フッ化水素酸法と硫硝酸法の間には差はなかった。

しかし過硫酸カリウム法は、前2法と比較して6～12%低い値となった。

③ 愛媛県内湾部底質実試料中のT-P分析のための試料分解法として、分析精度、簡便性において、硫硝酸法がすぐれており、さらに適用性が高いことも確認した。

当結果の一部は昭和54年10月、山口市における全国公害研協議会中四国支部第6回水質部会で発表した。

— 文 献 —

- 1) 日本工業標準調査会：JIS K 0102. 工場排水試験方法, 12, 1974
- 2) (社)日本下水道協会：下水試験方法, 133-137, 1974
- 3) 日本海洋学会：海洋観測指針, 191-192, 1970
- 4) 農林省農林水産技術会議事務局監修, 土壤養分測定法委員会編：土壤養分分析法, 養賢堂, 28-29, 1975
- 5) 日本薬学会協定：衛生試験法注解, 63-65, 1973
- 6) 環境庁水質保全局：瀬戸内海栄養塩収支挙動調査のための水質等試験方法, 90-93, 1975
- 7) 日本分析化学会編改訂二版：分析化学便覧, 208, 1971
- 8) 大阪府公害監視センター：水質分析法検討試験全リン分析法の検討, 29-38, 1979

マスフラグメントグラフィによる 水中フェノール類の分析法

楠 憲一・御手洗 清・浅野 淑子

1. はじめに

水中フェノール類の分析には4-アミノアンチピリン¹⁾法(4A法)がよく用いられる。4A法は分離定量ができないうえに、置換基がある場合はその位置によって感度が異なる欠点がある。他にもケイ光法²⁾、原子吸光法³⁾、紫外外部吸収スペクトル法⁴⁾などが報告されているが、いずれも多数のフェノール類の分離定量はできない。

ガスクロマトグラフ法は分離定量が可能である。水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフを用いた定量法は野中⁵⁾、Bakerら⁶⁾などによって報告されている。それらの方法の定量限界は0.1mg/lから1mg/lの範囲である。Kawahara⁷⁾はフェノール類を誘導体にしたあとエレクトロニャップチャー検出器付ガスクロマトグラフで定量している。篠原ら⁸⁾、Stepanら⁹⁾などは濃縮する目的でアンパーライトXAD-2樹脂などを用いたが、回収率がよくない。松本ら¹⁰⁾はガスクロマトグラフ質量分析計を用いてペンタクロロフェノールを検出している。しかし、多数のフェノール類を回収率がよく、高感度で、分離定量する方法は確立されていない。

多重イオン検出器付ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS-MID)を用いると、分離操作が容易になり、高感度定量もできる。そこで、GC-MS-MIDを用いて、フェノール類を定量する方法について検討した。更に、n-ヘキサンを用いた妨害物質の除去法、ベンゼンによる抽出および濃縮の前処理操作の検討をした。その結果、回収率がよく、高感度で、分離定量ができる分析方法が確立できたので報告する。

分析の対象としたフェノール類は環境中で検出されると予想されるフェノール¹²⁾、¹³⁾、¹⁴⁾、¹⁵⁾、¹⁶⁾、¹⁷⁾、¹⁸⁾、¹⁹⁾、²⁰⁾、²¹⁾、²²⁾、²³⁾、²⁴⁾、²⁵⁾、²⁶⁾、²⁷⁾、²⁸⁾、²⁹⁾、³⁰⁾、³¹⁾、³²⁾、³³⁾、³⁴⁾、³⁵⁾、³⁶⁾、³⁷⁾、³⁸⁾、³⁹⁾、⁴⁰⁾、⁴¹⁾、⁴²⁾、⁴³⁾、⁴⁴⁾、⁴⁵⁾、⁴⁶⁾、⁴⁷⁾、⁴⁸⁾、⁴⁹⁾、⁵⁰⁾、⁵¹⁾、⁵²⁾、⁵³⁾、⁵⁴⁾、⁵⁵⁾、⁵⁶⁾、⁵⁷⁾、⁵⁸⁾、⁵⁹⁾、⁶⁰⁾、⁶¹⁾、⁶²⁾、⁶³⁾、⁶⁴⁾、⁶⁵⁾、⁶⁶⁾、⁶⁷⁾、⁶⁸⁾、⁶⁹⁾、⁷⁰⁾、⁷¹⁾、⁷²⁾、⁷³⁾、⁷⁴⁾、⁷⁵⁾、⁷⁶⁾、⁷⁷⁾、⁷⁸⁾、⁷⁹⁾、⁸⁰⁾、⁸¹⁾、⁸²⁾、⁸³⁾、⁸⁴⁾、⁸⁵⁾、⁸⁶⁾、⁸⁷⁾、⁸⁸⁾、⁸⁹⁾、⁹⁰⁾、⁹¹⁾、⁹²⁾、⁹³⁾、⁹⁴⁾、⁹⁵⁾、⁹⁶⁾、⁹⁷⁾、⁹⁸⁾、⁹⁹⁾、¹⁰⁰⁾、¹⁰¹⁾、¹⁰²⁾、¹⁰³⁾、¹⁰⁴⁾、¹⁰⁵⁾、¹⁰⁶⁾、¹⁰⁷⁾、¹⁰⁸⁾、¹⁰⁹⁾、¹¹⁰⁾、¹¹¹⁾、¹¹²⁾、¹¹³⁾、¹¹⁴⁾、¹¹⁵⁾、¹¹⁶⁾、¹¹⁷⁾、¹¹⁸⁾、¹¹⁹⁾、¹²⁰⁾、¹²¹⁾、¹²²⁾、¹²³⁾、¹²⁴⁾、¹²⁵⁾、¹²⁶⁾、¹²⁷⁾、¹²⁸⁾、¹²⁹⁾、¹³⁰⁾、¹³¹⁾、¹³²⁾、¹³³⁾、¹³⁴⁾、¹³⁵⁾、¹³⁶⁾、¹³⁷⁾、¹³⁸⁾、¹³⁹⁾、¹⁴⁰⁾、¹⁴¹⁾、¹⁴²⁾、¹⁴³⁾、¹⁴⁴⁾、¹⁴⁵⁾、¹⁴⁶⁾、¹⁴⁷⁾、¹⁴⁸⁾、¹⁴⁹⁾、¹⁵⁰⁾、¹⁵¹⁾、¹⁵²⁾、¹⁵³⁾、¹⁵⁴⁾、¹⁵⁵⁾、¹⁵⁶⁾、¹⁵⁷⁾、¹⁵⁸⁾、¹⁵⁹⁾、¹⁶⁰⁾、¹⁶¹⁾、¹⁶²⁾、¹⁶³⁾、¹⁶⁴⁾、¹⁶⁵⁾、¹⁶⁶⁾、¹⁶⁷⁾、¹⁶⁸⁾、¹⁶⁹⁾、¹⁷⁰⁾、¹⁷¹⁾、¹⁷²⁾、¹⁷³⁾、¹⁷⁴⁾、¹⁷⁵⁾、¹⁷⁶⁾、¹⁷⁷⁾、¹⁷⁸⁾、¹⁷⁹⁾、¹⁸⁰⁾、¹⁸¹⁾、¹⁸²⁾、¹⁸³⁾、¹⁸⁴⁾、¹⁸⁵⁾、¹⁸⁶⁾、¹⁸⁷⁾、¹⁸⁸⁾、¹⁸⁹⁾、¹⁹⁰⁾、¹⁹¹⁾、¹⁹²⁾、¹⁹³⁾、¹⁹⁴⁾、¹⁹⁵⁾、¹⁹⁶⁾、¹⁹⁷⁾、¹⁹⁸⁾、¹⁹⁹⁾、²⁰⁰⁾、²⁰¹⁾、²⁰²⁾、²⁰³⁾、²⁰⁴⁾、²⁰⁵⁾、²⁰⁶⁾、²⁰⁷⁾、²⁰⁸⁾、²⁰⁹⁾、²¹⁰⁾、²¹¹⁾、²¹²⁾、²¹³⁾、²¹⁴⁾、²¹⁵⁾、²¹⁶⁾、²¹⁷⁾、²¹⁸⁾、²¹⁹⁾、²²⁰⁾、²²¹⁾、²²²⁾、²²³⁾、²²⁴⁾、²²⁵⁾、²²⁶⁾、²²⁷⁾、²²⁸⁾、²²⁹⁾、²³⁰⁾、²³¹⁾、²³²⁾、²³³⁾、²³⁴⁾、²³⁵⁾、²³⁶⁾、²³⁷⁾、²³⁸⁾、²³⁹⁾、²⁴⁰⁾、²⁴¹⁾、²⁴²⁾、²⁴³⁾、²⁴⁴⁾、²⁴⁵⁾、²⁴⁶⁾、²⁴⁷⁾、²⁴⁸⁾、²⁴⁹⁾、²⁵⁰⁾、²⁵¹⁾、²⁵²⁾、²⁵³⁾、²⁵⁴⁾、²⁵⁵⁾、²⁵⁶⁾、²⁵⁷⁾、²⁵⁸⁾、²⁵⁹⁾、²⁶⁰⁾、²⁶¹⁾、²⁶²⁾、²⁶³⁾、²⁶⁴⁾、²⁶⁵⁾、²⁶⁶⁾、²⁶⁷⁾、²⁶⁸⁾、²⁶⁹⁾、²⁷⁰⁾、²⁷¹⁾、²⁷²⁾、²⁷³⁾、²⁷⁴⁾、²⁷⁵⁾、²⁷⁶⁾、²⁷⁷⁾、²⁷⁸⁾、²⁷⁹⁾、²⁸⁰⁾、²⁸¹⁾、²⁸²⁾、²⁸³⁾、²⁸⁴⁾、²⁸⁵⁾、²⁸⁶⁾、²⁸⁷⁾、²⁸⁸⁾、²⁸⁹⁾、²⁹⁰⁾、²⁹¹⁾、²⁹²⁾、²⁹³⁾、²⁹⁴⁾、²⁹⁵⁾、²⁹⁶⁾、²⁹⁷⁾、²⁹⁸⁾、²⁹⁹⁾、³⁰⁰⁾、³⁰¹⁾、³⁰²⁾、³⁰³⁾、³⁰⁴⁾、³⁰⁵⁾、³⁰⁶⁾、³⁰⁷⁾、³⁰⁸⁾、³⁰⁹⁾、³¹⁰⁾、³¹¹⁾、³¹²⁾、³¹³⁾、³¹⁴⁾、³¹⁵⁾、³¹⁶⁾、³¹⁷⁾、³¹⁸⁾、³¹⁹⁾、³²⁰⁾、³²¹⁾、³²²⁾、³²³⁾、³²⁴⁾、³²⁵⁾、³²⁶⁾、³²⁷⁾、³²⁸⁾、³²⁹⁾、³³⁰⁾、³³¹⁾、³³²⁾、³³³⁾、³³⁴⁾、³³⁵⁾、³³⁶⁾、³³⁷⁾、³³⁸⁾、³³⁹⁾、³⁴⁰⁾、³⁴¹⁾、³⁴²⁾、³⁴³⁾、³⁴⁴⁾、³⁴⁵⁾、³⁴⁶⁾、³⁴⁷⁾、³⁴⁸⁾、³⁴⁹⁾、³⁵⁰⁾、³⁵¹⁾、³⁵²⁾、³⁵³⁾、³⁵⁴⁾、³⁵⁵⁾、³⁵⁶⁾、³⁵⁷⁾、³⁵⁸⁾、³⁵⁹⁾、³⁶⁰⁾、³⁶¹⁾、³⁶²⁾、³⁶³⁾、³⁶⁴⁾、³⁶⁵⁾、³⁶⁶⁾、³⁶⁷⁾、³⁶⁸⁾、³⁶⁹⁾、³⁷⁰⁾、³⁷¹⁾、³⁷²⁾、³⁷³⁾、³⁷⁴⁾、³⁷⁵⁾、³⁷⁶⁾、³⁷⁷⁾、³⁷⁸⁾、³⁷⁹⁾、³⁸⁰⁾、³⁸¹⁾、³⁸²⁾、³⁸³⁾、³⁸⁴⁾、³⁸⁵⁾、³⁸⁶⁾、³⁸⁷⁾、³⁸⁸⁾、³⁸⁹⁾、³⁹⁰⁾、³⁹¹⁾、³⁹²⁾、³⁹³⁾、³⁹⁴⁾、³⁹⁵⁾、³⁹⁶⁾、³⁹⁷⁾、³⁹⁸⁾、³⁹⁹⁾、⁴⁰⁰⁾、⁴⁰¹⁾、⁴⁰²⁾、⁴⁰³⁾、⁴⁰⁴⁾、⁴⁰⁵⁾、⁴⁰⁶⁾、⁴⁰⁷⁾、⁴⁰⁸⁾、⁴⁰⁹⁾、⁴¹⁰⁾、⁴¹¹⁾、⁴¹²⁾、⁴¹³⁾、⁴¹⁴⁾、⁴¹⁵⁾、⁴¹⁶⁾、⁴¹⁷⁾、⁴¹⁸⁾、⁴¹⁹⁾、⁴²⁰⁾、⁴²¹⁾、⁴²²⁾、⁴²³⁾、⁴²⁴⁾、⁴²⁵⁾、⁴²⁶⁾、⁴²⁷⁾、⁴²⁸⁾、⁴²⁹⁾、⁴³⁰⁾、⁴³¹⁾、⁴³²⁾、⁴³³⁾、⁴³⁴⁾、⁴³⁵⁾、⁴³⁶⁾、⁴³⁷⁾、⁴³⁸⁾、⁴³⁹⁾、⁴⁴⁰⁾、⁴⁴¹⁾、⁴⁴²⁾、⁴⁴³⁾、⁴⁴⁴⁾、⁴⁴⁵⁾、⁴⁴⁶⁾、⁴⁴⁷⁾、⁴⁴⁸⁾、⁴⁴⁹⁾、⁴⁵⁰⁾、⁴⁵¹⁾、⁴⁵²⁾、⁴⁵³⁾、⁴⁵⁴⁾、⁴⁵⁵⁾、⁴⁵⁶⁾、⁴⁵⁷⁾、⁴⁵⁸⁾、⁴⁵⁹⁾、⁴⁶⁰⁾、⁴⁶¹⁾、⁴⁶²⁾、⁴⁶³⁾、⁴⁶⁴⁾、⁴⁶⁵⁾、⁴⁶⁶⁾、⁴⁶⁷⁾、⁴⁶⁸⁾、⁴⁶⁹⁾、⁴⁷⁰⁾、⁴⁷¹⁾、⁴⁷²⁾、⁴⁷³⁾、⁴⁷⁴⁾、⁴⁷⁵⁾、⁴⁷⁶⁾、⁴⁷⁷⁾、⁴⁷⁸⁾、⁴⁷⁹⁾、⁴⁸⁰⁾、⁴⁸¹⁾、⁴⁸²⁾、⁴⁸³⁾、⁴⁸⁴⁾、⁴⁸⁵⁾、⁴⁸⁶⁾、⁴⁸⁷⁾、⁴⁸⁸⁾、⁴⁸⁹⁾、⁴⁹⁰⁾、⁴⁹¹⁾、⁴⁹²⁾、⁴⁹³⁾、⁴⁹⁴⁾、⁴⁹⁵⁾、⁴⁹⁶⁾、⁴⁹⁷⁾、⁴⁹⁸⁾、⁴⁹⁹⁾、⁵⁰⁰⁾、⁵⁰¹⁾、⁵⁰²⁾、⁵⁰³⁾、⁵⁰⁴⁾、⁵⁰⁵⁾、⁵⁰⁶⁾、⁵⁰⁷⁾、⁵⁰⁸⁾、⁵⁰⁹⁾、⁵¹⁰⁾、⁵¹¹⁾、⁵¹²⁾、⁵¹³⁾、⁵¹⁴⁾、⁵¹⁵⁾、⁵¹⁶⁾、⁵¹⁷⁾、⁵¹⁸⁾、⁵¹⁹⁾、⁵²⁰⁾、⁵²¹⁾、⁵²²⁾、⁵²³⁾、⁵²⁴⁾、⁵²⁵⁾、⁵²⁶⁾、⁵²⁷⁾、⁵²⁸⁾、⁵²⁹⁾、⁵³⁰⁾、⁵³¹⁾、⁵³²⁾、⁵³³⁾、⁵³⁴⁾、⁵³⁵⁾、⁵³⁶⁾、⁵³⁷⁾、⁵³⁸⁾、⁵³⁹⁾、⁵⁴⁰⁾、⁵⁴¹⁾、⁵⁴²⁾、⁵⁴³⁾、⁵⁴⁴⁾、⁵⁴⁵⁾、⁵⁴⁶⁾、⁵⁴⁷⁾、⁵⁴⁸⁾、⁵⁴⁹⁾、⁵⁵⁰⁾、⁵⁵¹⁾、⁵⁵²⁾、⁵⁵³⁾、⁵⁵⁴⁾、⁵⁵⁵⁾、⁵⁵⁶⁾、⁵⁵⁷⁾、⁵⁵⁸⁾、⁵⁵⁹⁾、⁵⁶⁰⁾、⁵⁶¹⁾、⁵⁶²⁾、⁵⁶³⁾、⁵⁶⁴⁾、⁵⁶⁵⁾、⁵⁶⁶⁾、⁵⁶⁷⁾、⁵⁶⁸⁾、⁵⁶⁹⁾、⁵⁷⁰⁾、⁵⁷¹⁾、⁵⁷²⁾、⁵⁷³⁾、⁵⁷⁴⁾、⁵⁷⁵⁾、⁵⁷⁶⁾、⁵⁷⁷⁾、⁵⁷⁸⁾、⁵⁷⁹⁾、⁵⁸⁰⁾、⁵⁸¹⁾、⁵⁸²⁾、⁵⁸³⁾、⁵⁸⁴⁾、⁵⁸⁵⁾、⁵⁸⁶⁾、⁵⁸⁷⁾、⁵⁸⁸⁾、⁵⁸⁹⁾、⁵⁹⁰⁾、⁵⁹¹⁾、⁵⁹²⁾、⁵⁹³⁾、⁵⁹⁴⁾、⁵⁹⁵⁾、⁵⁹⁶⁾、⁵⁹⁷⁾、⁵⁹⁸⁾、⁵⁹⁹⁾、⁶⁰⁰⁾、⁶⁰¹⁾、⁶⁰²⁾、⁶⁰³⁾、⁶⁰⁴⁾、⁶⁰⁵⁾、⁶⁰⁶⁾、⁶⁰⁷⁾、⁶⁰⁸⁾、⁶⁰⁹⁾、⁶¹⁰⁾、⁶¹¹⁾、⁶¹²⁾、⁶¹³⁾、⁶¹⁴⁾、⁶¹⁵⁾、⁶¹⁶⁾、⁶¹⁷⁾、⁶¹⁸⁾、⁶¹⁹⁾、⁶²⁰⁾、⁶²¹⁾、⁶²²⁾、⁶²³⁾、⁶²⁴⁾、⁶²⁵⁾、⁶²⁶⁾、⁶²⁷⁾、⁶²⁸⁾、⁶²⁹⁾、⁶³⁰⁾、⁶³¹⁾、⁶³²⁾、⁶³³⁾、⁶³⁴⁾、⁶³⁵⁾、⁶³⁶⁾、⁶³⁷⁾、⁶³⁸⁾、⁶³⁹⁾、⁶⁴⁰⁾、⁶⁴¹⁾、⁶⁴²⁾、⁶⁴³⁾、⁶⁴⁴⁾、⁶⁴⁵⁾、⁶⁴⁶⁾、⁶⁴⁷⁾、⁶⁴⁸⁾、⁶⁴⁹⁾、⁶⁵⁰⁾、⁶⁵¹⁾、⁶⁵²⁾、⁶⁵³⁾、⁶⁵⁴⁾、⁶⁵⁵⁾、⁶⁵⁶⁾、⁶⁵⁷⁾、⁶⁵⁸⁾、⁶⁵⁹⁾、⁶⁶⁰⁾、⁶⁶¹⁾、⁶⁶²⁾、⁶⁶³⁾、⁶⁶⁴⁾、⁶⁶⁵⁾、⁶⁶⁶⁾、⁶⁶⁷⁾、⁶⁶⁸⁾、⁶⁶⁹⁾、⁶⁷⁰⁾、⁶⁷¹⁾、⁶⁷²⁾、⁶⁷³⁾、⁶⁷⁴⁾、⁶⁷⁵⁾、⁶⁷⁶⁾、⁶⁷⁷⁾、⁶⁷⁸⁾、⁶⁷⁹⁾、⁶⁸⁰⁾、⁶⁸¹⁾、⁶⁸²⁾、⁶⁸³⁾、⁶⁸⁴⁾、⁶⁸⁵⁾、⁶⁸⁶⁾、⁶⁸⁷⁾、⁶⁸⁸⁾、⁶⁸⁹⁾、⁶⁹⁰⁾、⁶⁹¹⁾、⁶⁹²⁾、⁶⁹³⁾、⁶⁹⁴⁾、⁶⁹⁵⁾、⁶⁹⁶⁾、⁶⁹⁷⁾、⁶⁹⁸⁾、⁶⁹⁹⁾、⁷⁰⁰⁾、⁷⁰¹⁾、⁷⁰²⁾、⁷⁰³⁾、⁷⁰⁴⁾、⁷⁰⁵⁾、⁷⁰⁶⁾、⁷⁰⁷⁾、⁷⁰⁸⁾、⁷⁰⁹⁾、⁷¹⁰⁾、⁷¹¹⁾、⁷¹²⁾、⁷¹³⁾、⁷¹⁴⁾、⁷¹⁵⁾、⁷¹⁶⁾、⁷¹⁷⁾、⁷¹⁸⁾、⁷¹⁹⁾、⁷²⁰⁾、⁷²¹⁾、⁷²²⁾、⁷²³⁾、⁷²⁴⁾、⁷²⁵⁾、⁷²⁶⁾、⁷²⁷⁾、⁷²⁸⁾、⁷²⁹⁾、⁷³⁰⁾、⁷³¹⁾、⁷³²⁾、⁷³³⁾、⁷³⁴⁾、⁷³⁵⁾、⁷³⁶⁾、⁷³⁷⁾、⁷³⁸⁾、⁷³⁹⁾、⁷⁴⁰⁾、⁷⁴¹⁾、⁷⁴²⁾、⁷⁴³⁾、⁷⁴⁴⁾、⁷⁴⁵⁾、⁷⁴⁶⁾、⁷⁴⁷⁾、⁷⁴⁸⁾、⁷⁴⁹⁾、⁷⁵⁰⁾、⁷⁵¹⁾、⁷⁵²⁾、⁷⁵³⁾、⁷⁵⁴⁾、⁷⁵⁵⁾、⁷⁵⁶⁾、⁷⁵⁷⁾、⁷⁵⁸⁾、⁷⁵⁹⁾、⁷⁶⁰⁾、⁷⁶¹⁾、⁷⁶²⁾、⁷⁶³⁾、⁷⁶⁴⁾、⁷⁶⁵⁾、⁷⁶⁶⁾、⁷⁶⁷⁾、⁷⁶⁸⁾、⁷⁶⁹⁾、⁷⁷⁰⁾、⁷⁷¹⁾、⁷⁷²⁾、⁷⁷³⁾、⁷⁷⁴⁾、⁷⁷⁵⁾、⁷⁷⁶⁾、⁷⁷⁷⁾、⁷⁷⁸⁾、⁷⁷⁹⁾、⁷⁸⁰⁾、⁷⁸¹⁾、⁷⁸²⁾、⁷⁸³⁾、⁷⁸⁴⁾、⁷⁸⁵⁾、⁷⁸⁶⁾、⁷⁸⁷⁾、⁷⁸⁸⁾、⁷⁸⁹⁾、⁷⁹⁰⁾、⁷⁹¹⁾、⁷⁹²⁾、⁷⁹³⁾、⁷⁹⁴⁾、⁷⁹⁵⁾、⁷⁹⁶⁾、⁷⁹⁷⁾、⁷⁹⁸⁾、⁷⁹⁹⁾、⁸⁰⁰⁾、⁸⁰¹⁾、⁸⁰²⁾、⁸⁰³⁾、⁸⁰⁴⁾、⁸⁰⁵⁾、⁸⁰⁶⁾、⁸⁰⁷⁾、⁸⁰⁸⁾、⁸⁰⁹⁾、⁸¹⁰⁾、⁸¹¹⁾、⁸¹²⁾、⁸¹³⁾、⁸¹⁴⁾、⁸¹⁵⁾、⁸¹⁶⁾、⁸¹⁷⁾、⁸¹⁸⁾、⁸¹⁹⁾、⁸²⁰⁾、⁸²¹⁾、⁸²²⁾、⁸²³⁾、⁸²⁴⁾、⁸²⁵⁾、⁸²⁶⁾、⁸²⁷⁾、⁸²⁸⁾、⁸²⁹⁾、⁸³⁰⁾、⁸³¹⁾、⁸³²⁾、⁸³³⁾、⁸³⁴⁾、⁸³⁵⁾、⁸³⁶⁾、⁸³⁷⁾、⁸³⁸⁾、⁸³⁹⁾、⁸⁴⁰⁾、⁸⁴¹⁾、⁸⁴²⁾、⁸⁴³⁾、⁸⁴⁴⁾、⁸⁴⁵⁾、⁸⁴⁶⁾、⁸⁴⁷⁾、⁸⁴⁸⁾、⁸⁴⁹⁾、⁸⁵⁰⁾、⁸⁵¹⁾、⁸⁵²⁾、⁸⁵³⁾、⁸⁵⁴⁾、⁸⁵⁵⁾、⁸⁵⁶⁾、⁸⁵⁷⁾、⁸⁵⁸⁾、⁸⁵⁹⁾、⁸⁶⁰⁾、⁸⁶¹⁾、⁸⁶²⁾、⁸⁶³⁾、⁸⁶⁴⁾、⁸⁶⁵⁾、⁸⁶⁶⁾、⁸⁶⁷⁾、⁸⁶⁸⁾、⁸⁶⁹⁾、⁸⁷⁰⁾、⁸⁷¹⁾、⁸⁷²⁾、⁸⁷³⁾、⁸⁷⁴⁾、⁸⁷⁵⁾、⁸⁷⁶⁾、⁸⁷⁷⁾、⁸⁷⁸⁾、⁸⁷⁹⁾、⁸⁸⁰⁾、⁸⁸¹⁾、⁸⁸²⁾、⁸⁸³⁾、⁸⁸⁴⁾、⁸⁸⁵⁾、⁸⁸⁶⁾、⁸⁸⁷⁾、⁸⁸⁸⁾、⁸⁸⁹⁾、⁸⁹⁰⁾、⁸⁹¹⁾、⁸⁹²⁾、⁸⁹³⁾、⁸⁹⁴⁾、⁸⁹⁵⁾、⁸⁹⁶⁾、⁸⁹⁷⁾、⁸⁹⁸⁾、⁸⁹⁹⁾、⁹⁰⁰⁾、⁹⁰¹⁾、⁹⁰²⁾、⁹⁰³⁾、⁹⁰⁴⁾、⁹⁰⁵⁾、⁹⁰⁶⁾、⁹⁰⁷⁾、⁹⁰⁸⁾、⁹⁰⁹⁾、⁹¹⁰⁾、⁹¹¹⁾、⁹¹²⁾、⁹¹³⁾、⁹¹⁴⁾、⁹¹⁵⁾、⁹¹⁶⁾、⁹¹⁷⁾、⁹¹⁸⁾、⁹¹⁹⁾、⁹²⁰⁾、⁹²¹⁾、⁹²²⁾、⁹²³⁾、⁹²⁴⁾、⁹²⁵⁾、⁹²⁶⁾、⁹²⁷⁾、⁹²⁸⁾、⁹²⁹⁾、⁹³⁰⁾、⁹³¹⁾、⁹³²⁾、⁹³³⁾、⁹³⁴⁾、⁹³⁵⁾、⁹³⁶⁾、⁹³⁷⁾、⁹³⁸⁾、⁹³⁹⁾、⁹⁴⁰⁾、⁹⁴¹⁾、⁹⁴²⁾、⁹⁴³⁾、⁹⁴⁴⁾、⁹⁴⁵⁾、⁹⁴⁶⁾、⁹⁴⁷⁾、⁹⁴⁸⁾、⁹⁴⁹⁾、⁹⁵⁰⁾、⁹⁵¹⁾、⁹⁵²⁾、⁹⁵³⁾、⁹⁵⁴⁾、⁹⁵⁵⁾、⁹⁵⁶⁾、⁹⁵⁷⁾、⁹⁵⁸⁾、⁹⁵⁹⁾、⁹⁶⁰⁾、⁹⁶¹⁾、⁹⁶²⁾、⁹⁶³⁾、⁹⁶⁴⁾、⁹⁶⁵⁾、⁹⁶⁶⁾、⁹⁶⁷⁾、⁹⁶⁸⁾、⁹⁶⁹⁾、⁹⁷⁰⁾、⁹⁷¹⁾、⁹⁷²⁾、⁹⁷³⁾、⁹⁷⁴⁾、⁹⁷⁵⁾、⁹⁷⁶⁾、⁹⁷⁷⁾、⁹⁷⁸⁾、⁹⁷⁹⁾、⁹⁸⁰⁾、⁹⁸¹⁾、⁹⁸²⁾、⁹⁸³⁾、⁹⁸⁴⁾、⁹⁸⁵⁾、⁹⁸⁶⁾、⁹⁸⁷⁾、⁹⁸⁸⁾、⁹⁸⁹⁾、⁹⁹⁰⁾、⁹⁹¹⁾、⁹⁹²⁾、⁹⁹³⁾、⁹⁹⁴⁾、⁹⁹⁵⁾、⁹⁹⁶⁾、⁹⁹⁷⁾、⁹⁹⁸⁾、⁹⁹⁹⁾、¹⁰⁰⁰⁾、¹⁰⁰¹⁾、¹⁰⁰²⁾、¹⁰⁰³⁾、¹⁰⁰⁴⁾、¹⁰⁰⁵⁾、¹⁰⁰⁶⁾、¹⁰⁰⁷⁾、¹⁰⁰⁸⁾、¹⁰⁰⁹⁾、¹⁰¹⁰⁾、¹⁰¹¹⁾、¹⁰¹²⁾、¹⁰¹³⁾、¹⁰¹⁴⁾、¹⁰¹⁵⁾、¹⁰¹⁶⁾、¹⁰¹⁷⁾、¹⁰¹⁸⁾、¹⁰¹⁹⁾、¹⁰²⁰⁾、¹⁰²¹⁾、¹⁰²²⁾、¹⁰²³⁾、¹⁰²⁴⁾、¹⁰²⁵⁾、¹⁰²⁶⁾、¹⁰²⁷⁾、¹⁰²⁸⁾、¹⁰²⁹⁾、¹⁰³⁰⁾、¹⁰³¹⁾、¹⁰³²⁾、¹⁰³³⁾、¹⁰³⁴⁾、¹⁰³⁵⁾、¹⁰³⁶⁾、¹⁰³⁷⁾、¹⁰³⁸⁾、¹⁰³⁹⁾、¹⁰⁴⁰⁾、¹⁰⁴¹⁾、¹⁰⁴²⁾、¹⁰⁴³⁾、¹⁰⁴⁴⁾、¹⁰⁴⁵⁾、¹⁰⁴⁶⁾、¹⁰⁴⁷⁾、¹⁰⁴⁸⁾、¹⁰⁴⁹⁾、¹⁰⁵⁰⁾、¹⁰⁵¹⁾、¹⁰⁵²⁾、¹⁰⁵³⁾、¹⁰⁵⁴⁾、¹⁰⁵⁵⁾、¹⁰⁵⁶⁾、¹⁰⁵⁷⁾、¹⁰⁵⁸⁾、¹⁰⁵⁹⁾、¹⁰⁶⁰⁾、¹⁰⁶¹⁾、¹⁰⁶²⁾、¹⁰⁶³⁾、¹⁰⁶⁴⁾、¹⁰⁶⁵⁾、¹⁰⁶⁶⁾、¹⁰⁶⁷⁾、¹⁰⁶⁸⁾、¹⁰⁶⁹⁾、¹⁰⁷⁰⁾、¹⁰⁷¹⁾、¹⁰⁷²⁾、¹⁰⁷³⁾、¹⁰⁷⁴⁾、¹⁰⁷⁵⁾、¹⁰⁷⁶⁾、¹⁰⁷⁷⁾、¹⁰⁷⁸⁾、¹⁰⁷⁹⁾、¹⁰⁸⁰⁾、¹⁰⁸¹⁾、¹⁰⁸²⁾、¹⁰⁸³⁾、¹⁰⁸⁴⁾、¹⁰⁸⁵⁾、¹⁰⁸⁶⁾、¹⁰⁸⁷⁾、¹⁰⁸⁸⁾、¹⁰⁸⁹⁾、¹⁰⁹⁰⁾、¹⁰⁹¹⁾、¹⁰⁹²⁾、¹⁰⁹³⁾、¹⁰⁹⁴⁾、¹⁰⁹⁵⁾、¹⁰⁹⁶⁾、¹⁰⁹⁷⁾、¹⁰⁹⁸⁾、¹⁰⁹⁹⁾、¹¹⁰⁰⁾、¹¹⁰¹⁾、¹¹⁰²⁾、¹¹⁰³⁾、¹¹⁰⁴⁾、¹¹⁰⁵⁾、¹¹⁰⁶⁾、¹¹⁰⁷⁾、¹¹⁰⁸⁾、¹¹⁰⁹⁾、¹¹¹⁰⁾、¹¹¹¹⁾、¹¹¹²⁾、¹¹¹³⁾、¹¹¹⁴⁾、¹¹¹⁵⁾、¹¹¹⁶⁾、¹¹¹⁷⁾、¹¹¹⁸⁾、¹¹¹⁹⁾、¹¹²⁰⁾、¹¹²¹⁾、¹¹²²⁾、¹¹²³⁾、¹¹²⁴⁾、¹¹²⁵⁾、¹¹²⁶⁾、¹¹²⁷⁾、¹¹²⁸⁾、¹¹²⁹⁾、¹¹³⁰⁾、¹¹³¹⁾、¹¹³²⁾、¹¹³³⁾、¹¹³⁴⁾、¹¹³⁵⁾、¹¹³⁶⁾、¹¹³⁷⁾、¹¹³⁸⁾、¹¹³⁹⁾、¹¹⁴⁰⁾、¹¹⁴¹⁾、¹¹⁴²⁾、¹¹⁴³⁾、¹¹⁴⁴⁾、¹¹⁴⁵⁾、¹¹⁴⁶⁾、¹¹⁴⁷⁾、¹¹⁴⁸⁾、¹¹⁴⁹⁾、¹¹⁵⁰⁾、¹¹⁵¹⁾、¹¹⁵²⁾、¹¹⁵³⁾、¹¹⁵⁴⁾、¹¹⁵⁵⁾、¹¹⁵⁶⁾、¹¹⁵⁷⁾、¹¹⁵⁸⁾、¹¹⁵⁹⁾、¹¹⁶⁰⁾、¹¹⁶¹⁾、¹¹⁶²⁾、¹¹⁶³⁾、¹¹⁶⁴⁾、¹¹⁶⁵⁾、¹¹⁶⁶⁾、¹¹⁶⁷⁾、¹¹⁶⁸

表1 GC-MS-MID条件

カラム: 5%DEGS+0.5%りん酸/クロモソルブWAW (60~80メッシュ), 3mmφ×2mガラスカラム	
カラム温度	
(1) 160℃: フェノール, クレゾール類, グアヤコール o-CP, 2,4-DCP	
(2) 185℃: p-CP, トリクロロフェノール類	
注入口温度	
(1) 170℃	(2) 190℃
キャリアーガス: He 30ml/分	
加速電圧: 3.5keV	
イオン化エネルギー: 20eV	
セパレーター温度: 220℃	
イオン源温度: 250℃	
フラグメント	
フェノール: m/e94, クレゾール類: m/e108	
グアヤコール: m/e124, クロロフェノール類: m/e128	
2,4-DCP: m/e162, TCP類: m/e196	

キサン層をとり、GC-MS-MIDに注入し、フェノール類を定量する。他に pH 8.2, 10, 11の溶液を調製し、同様の操作をする。

この実験の結果を図1に示す。n-ヘキサン層へ移行したフェノール類の量を添加量で割った値が抽出率である。pH 6.8, 8.2ではn-ヘキサン層へ一部のフェノール類が移行するが、pH 10, 11ではほとんど移行しない。それで試水200mlをpH 11に調製し、n-ヘキサン10mlと振とうすると、脂溶性の化合物はn-ヘキサンに抽出されるが、フェノール類は水に残る。

3-2. ベンゼンによる抽出

水層のフェノール類を抽出するのに必要なベンゼン量と抽出回数を決定するために次の実験をした。

清澄な河川水100mlを300ml分液ロートに採り、IN塩酸溶液で酸性とする。これにアセトンに溶かしたフェノール類を添加し、よくまぜる。これにベンゼン10mlを加え、10分間振とうする。静置後ベンゼン層をとり、GC-MS-MIDに注入し、フェノール類を定量する。他にベンゼン量が50ml, 100mlについても同様の操作をする。

この実験の結果を図2に示す。検討した10種のフェノール類のなかではフェノールの抽出率が最も悪く、ベンゼン量10mlでは20%, 50mlでは70%, 100mlでは80%の抽出率であった。そのため1回目に100ml, 2回目に50mlのベンゼンを用いて、2回抽出をくり返すことによってフェノールは94%抽出される。他のフェノール類はフェノールより抽出率がよいので、2回の抽出操作で95~100%回収される。

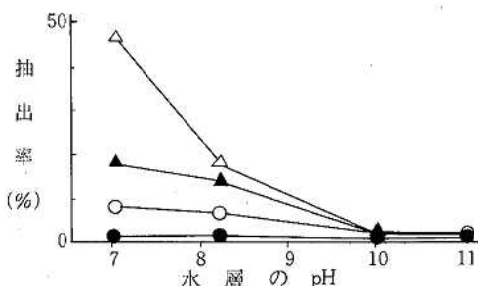


図1 水層のpHと水200mlからn-ヘキサン10mlへのフェノール類の抽出率の関係

●フェノール ○o-クレゾール
▲o-CP △2,4,6-TCP

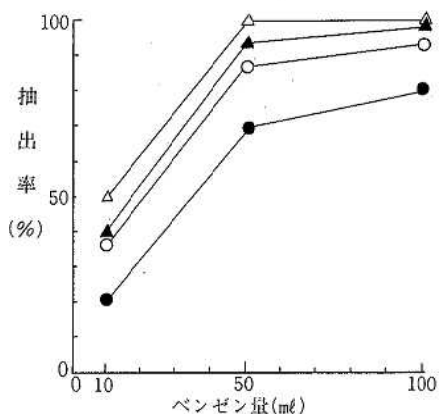


図2 ベンゼン量と水100mlからベンゼンへのフェノール類の抽出率の関係

●フェノール ○p-クレゾール
▲o-CP △2,4,5-TCP

9), 10), 13)
フェノール類の抽出溶媒は他にジエチルエーテル, ジクロロメタン, ジエチルエーテルとn-ヘキサンの混合液¹¹⁾などがあるが, KD濃縮器にかけるとの容易さ, 抽出率などを考慮し, ベンゼンを使用した。

3-3. 濃縮操作

フェノール類のベンゼン溶液をKD濃縮器で5mlに濃縮する操作について検討した結果を表2に示す。各フェノール類とも損失なしに濃縮できる。

この操作をするとn-ヘキサンクリーンアップ後の検水100mlを使用する場合, 20倍の濃縮ができる。

3-4. GC-MS-MID条件

フェノール類の混合標準液を, 固定相液体に5%

表2 KD濃縮操作の回収率

化合物	n	添加量 (μg)	回収量 Av, \pm SD (μg)	回収率 (%)
フェノール	5	2.50	2.45 \pm 0.07	98.0
o-クレゾール	5	2.50	2.55 \pm 0.06	102.0
m, p-クレゾール	5	2.50	2.61 \pm 0.06	104.4
グアヤコール	5	2.50	2.59 \pm 0.11	103.6
o-CP	5	2.50	2.50 \pm 0.06	100.0
p-CP	5	2.50	2.49 \pm 0.06	99.6
2,4-DCP	5	2.50	2.46 \pm 0.04	98.4
2,4,5-TCP	5	2.50	2.45 \pm 0.06	98.0
2,4,6-TCP	5	2.50	2.41 \pm 0.10	96.4

DEGSと0.5%りん酸の混合液を用いた全イオンコレクター検出器付ガスクロマトグラフに注入して得られるガスクロマトグラムを図3に示す。o-CPとグアヤコール、o-クレゾールとフェノール、m-クレゾールとp-クレゾールと2,4-DCP、p-CPと2,4,5-TCPがそれぞれかさなり合う。

ところが使用するフラグメントの選択でそれぞれを分離できる。o-クレゾールとフェノールのマススペクトルを図4に示す。o-クレゾールのマススペクトルにはm/e 94のフラグメントピークがないので、フェノールでm/e 94, o-クレゾールでm/e 108のフラグメントを指定することによって、この2化合物は分離定量できる。他のガスクロマトグラム上でかさなり合う化合物もマスフラグメントグラフィーにより分離定量できる。ただm-クレゾールとp-クレゾールについてはマススペクトルがほとんど同じなので、分離がむずかしく、今回は含量として定量した。フラグメントイオンの強度がほぼ同じなので含量としてもさしつかえない。

以上のような検討の結果、フェノール類を表1の条件でGC-MS-MIDに注入すると図5に示したフラグメントグラムが得られる。p-CPとTCP類は他のフェノール類に比べ保持時間が長いので、カラム温度を185℃とした。クレゾール類の分析に用いたフラグメントm/e 108にはカラムによるバックグラウンドがあり他のフェノール類と同様の高感度では分析できない。クレゾール類には他に強いフラグメントm/e 107があるが、やはりカラムによるバックグラウンドがある。¹⁶⁾

固定相液体についてはシリコンD C 550, F F A P, Carbowax 20Mとりん酸の混合液,¹⁷⁾ Reoplex 400, SP-1000,¹⁸⁾ りん酸などの報告があるが、本法ではテーリングのないフラグメントグラムが得られるDEGSとりん酸の混合液を使用した。

3-5. 回収率試験

本法の精度を確かめるためにおこなった回収率試験

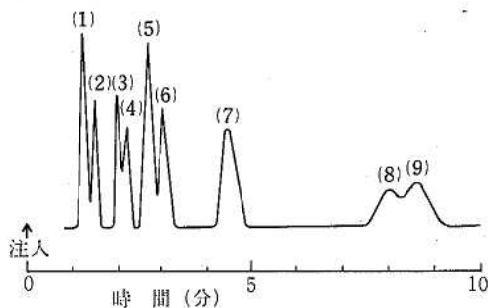


図3 フェノール類のガスクロマトグラム

- (1) o-CP (2) グアヤコール (3) o-クレゾール
 (4) フェノール (5) m-, p-クレゾール
 (6) 2,4-DCP (7) 2,4,6-TCP (8) p-CP
 (9) 2,4,5-TCP

カラム: 5%DEGS+0.5%りん酸/クロモソルPW AW (60~80メッシュ), 3mm ϕ ×2mmガラスカラム
 カラム温度: 160℃, キャリアーガス: He 30ml/分
 検出器: 全イオンコレクター

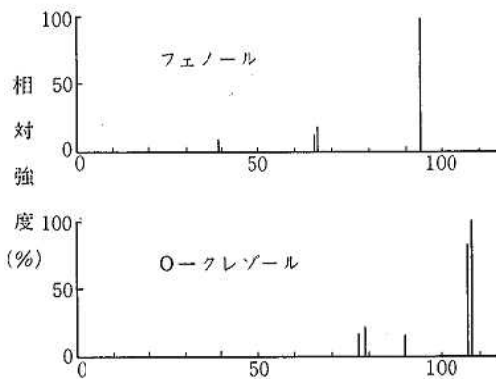


図4 フェノール類のマススペクトル

の結果を表3に示す。試験には清澄な河川水を用いた。回収率は全てのフェノール類とも90から100%の範囲である。

3-6. 分析例

本法を用いて環境水を分析した結果を表4に示す。試料A, B, Cは生活排水が流入する河川である。m-クレゾールとp-クレゾールのどちらかとフェノールが検出され、他のフェノール類は検出されなかった。試料Dは上流の清澄な河川水で、フェノール類は検出されなかった。試料Eは油が浮いている船だまりの湾内水で、河川水Aが同じ湾に流入する。m-クレゾールとp-クレゾールのどちらかとフェノールが検出された。

試料Fは開放された場所の海水で、フェノール類は検出されなかった。

4. ま と め

GC-MS-MIDを用いて水中のフェノール類を定量する方法について検討した。

フェノール類の分析でクリーンアップ操作として一般に用いられる蒸留法をあえてとりいれず、より簡単なn-ヘキサンクリーンアップ法を開発し、充分満足すべき結果を得た。

抽出溶媒には抽出力、濃縮操作の容易さの2点から

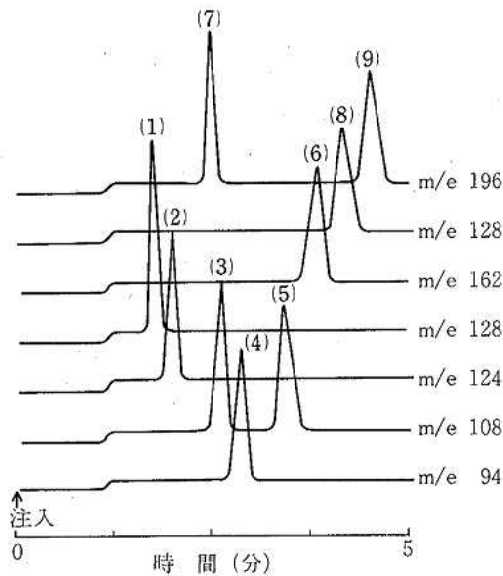


図5 フェノール類のマスフラグメントグラム
 (1) o-CP (2) グアヤコール (3) o-クレゾール
 (4) フェノール (5) m-,p-クレゾール
 (6) 2,4-DCP (7) 2,4,6-TCP (8) p-CP
 (9) 2,4,5-TCP

判断し、ベンゼンを用いることにした。ベンゼン量が検水量に比べて1.5倍必要であるが、これはフェノール類の性質上やむをえない。ベンゼン中にはフェノールが混在し、分析の妨害となったが、アルカリ洗浄したところ、フェノールをとり除くことができた。

濃縮にはKD濃縮器を用いたが、濃縮中の損失はなかった。

m-クレゾールとp-クレゾールを除く8種のフェノール類はマスフラグメントグラフィーにより分離定量できた。m-クレゾールとp-クレゾールは分離できなかったので含量として定量した。

表3 回収率試験

化合物	分析数	添加量	回収量	回収率 (%)
		(μg)	Av. \pm SD (μg)	
フェノール	5	2.50	2.35 \pm 0.04	94.0
	5	0.50	0.47 \pm 0.03	94.0
o-クレゾール	5	2.50	2.46 \pm 0.08	98.4
	m-,p-クレゾール	5	2.50	2.29 \pm 0.16
5		0.50	0.45 \pm 0.05	90.0
グアヤコール	5	2.50	2.37 \pm 0.04	94.8
	o-CP	5	2.50	2.43 \pm 0.07
5		0.50	0.48 \pm 0.02	96.0
p-CP	5	2.50	2.36 \pm 0.04	94.4
	5	2.50	2.49 \pm 0.01	99.6
2,4-DCP	5	2.50	2.45 \pm 0.08	98.0
2,4,5-TCP	5	2.50	2.39 \pm 0.04	95.6
2,4,6-TCP	5	0.50	0.47 \pm 0.01	94.0

表4. 分析例

($\mu\text{g}/\ell$)

試料	フェノール	o-クレゾール	m-,p-クレゾール	グアヤコール	C P 類	2,4-DCP	T C P 類
河川水	A	13	ND	6	ND	ND	ND
	B	26	ND	2	ND	ND	ND
	C	18	ND	ND	ND	ND	ND
	D	ND	ND	ND	ND	ND	ND
海水	E	5	ND	12	ND	ND	ND
	F	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND : 定量限界未満

本法の定量限界はクレゾール類で $2\mu\text{g}/\ell$ 、他のフェノール類で $0.5\mu\text{g}/\ell$ である。

本法の回収率は90から100%の範囲である。

本法は前処理操作が簡単で、かつ高感度でフェノール類を分離定量できる利点を有する。

本法を用いて環境水を分析したところ、フェノールとクレゾール類が検出された。本法ではm-クレゾールとp-クレゾールの分離ができていないため、検出されたクレゾールの区別ができない。本法で用いた固定相液体のDEGSとりん酸の混合液はm/e107, 108のフラグメントにカラムによるバックグラウンドがあり、クレゾール類の定量限界 $2\mu\text{g}/\ell$ は他のフェノール類の定量限界 $0.5\mu\text{g}/\ell$ に比べるとよくない。そのためクレゾール類を分離し、さらに高感度で定量することができる固定相液体についての検討が必要である。

昭和54年12月、環境庁、第6回環境保全・公害防止研究発表会において発表した。

— 文 献 —

- 1) JIS K0102 56-60, 1974
- 2) 佐谷戸安好, 中室克彦, 松井啓子: 衛生化学, Vol.22, No.6, 350-356, 1976
- 3) 内山征洋, 山口道子: 分化, Vol.26, 872-874, 1977
- 4) 三井利幸, 藤村義和: 同上, Vol.23, 1303-1308, 1974
- 5) L. J. Schmauch, H. M. Grubb: Anal. Chem. Vol. 26, No.2, 308-311, 1954
- 6) 野中昭: 分化, Vol.17, 1215-1221, 1968
- 7) R. A. Baker, B. A. Malo: Environ. Sci. Technol., Vol. 1, No.12, 997-1007, 1967
- 8) F. K. Kawahara: 同上, Vol. 5, No.3, 235-239, 1971
- 9) 篠原亮太, 古賀実, 篠原純子, 堀悌二: 分化, Vol.26, 856-861, 1977
- 10) S. F. Stepan, J. F. Smith: Water Res., Vol. 11, 339-342, 1977
- 11) Matsumoto G., Ishiwatari R., Hanya T.: 同上, Vol.11, 693-698, 1977
- 12) 船坂鎌三, 小瀬洋善, 佐藤孝彦: 衛生化学, Vol. 21, No.2, 101-105, 1975
- 13) 伊藤義明, 松田良夫, 浜田彰: 同上, Vol.23, No.5, 325-329, 1977
- 14) K. L. Murphy, R. Zalovm, D. Fulford: Water Res. Vol. 9, 389-396, 1975
- 15) 立川涼, 楠憲一, 脇本忠明: 合成薬剤による土壌生態系の不調とその保全に関する研究 (文部省特定研究, 代表者 高井康雄): 8-15, 1974
- 16) 内田章, 松田住雄: 工化, Vol.65, No.4, 114-117, 1962
- 17) R. H. Kolloff, L. J. Brevklander, L. B. Barkley: Anal. Chem. Vol.35, No.11, 1651-1654, 1963
- 18) 星加安之, 武藤義一: 分化, Vol. 27, 273-279, 1978

COD分析における問題点

亀岡 貫太郎・御手洗 清・二宮 順一郎

1. 工場排水のCOD分析における問題点

JIS. K. 0102. 13. (以下規格13という)におけるCOD分析は、N/40過マンガン酸カリウム(以下KMnO₄という)溶液の添加量が $\frac{1}{2}$ 量以上残るようにしなければならないため、同一試料を何回も分析しなおす場合が多く、多数の試料を分析するには長時間を要する。そこで同一試料におけるやりなおしの分析回数を少なくするために、試料量とKMnO₄消費量の関係を求めて、これに適用しうる係数を求めたので報告する。

1-1. 方法

1-1-1. 分析法

規格13に従って操作した。硫酸銀は試料により適量とし、振とう器で10~15分間振とうした。熱源はガスバーナーを用い、加熱時間はストップウォッチを用いて正確に30分間加熱した。KMnO₄溶液の力価は1.020~1.030に調整して使用した。

1-1-2. 算出方法

各工場排水のCOD分析結果をもとに、第一回目分析時の試料量(以下aという)および第一回目分析時のKMnO₄消費量(以下bという)と、同一試料による第二回目以降のKMnO₄消費量が約 $\frac{1}{2}$ 量となった分析時の試料量(以下a'という)および第二回目以降のKMnO₄消費量が約 $\frac{1}{2}$ 量となった分析時のKMnO₄消費量(以下b'という)の比率を求めた。この比率から、分析しなおす試料が約 $\frac{1}{2}$ 量のKMnO₄消費量となる試料量にするための係数(以下kという)を算出した。なお計算に用いたKMnO₄消費量はすべてブランク値を含む。

$$k = a' \cdot b / a \cdot b'$$

a ; 第一回目分析時の試料量(ml)

b ; 第一回目分析時のKMnO₄消費量(ml)

a' ; 第二回目以降のKMnO₄消費量が約 $\frac{1}{2}$ 量となった分析時の試料量(ml)

b' ; 第二回目以降のKMnO₄消費量が約 $\frac{1}{2}$ 量となった分析時のKMnO₄消費量(ml)

1-2. 結果

bを1~10mlの範囲で1mlごとの9段階に分け、それぞれのkを求めた。

1~10mlの各範囲におけるbの平均(以下 \bar{b} という)、b'の平均(以下 \bar{b}' という)、kの平均(以下 \bar{k} という)を求めた。

$$k_n = a'_n \cdot b_n / a_n \cdot b'_n$$

$$\bar{k} = \sum_n k_n / n$$

さらに各範囲におけるそれぞれの \bar{b}' を5mlとして、比例計算して求めた係数(以下Kという)を表1に示す。

1-3. まとめ

bが少なればKは大きくなり、bが多ければKは小さくなっている。当所ではKMnO₄消費量の $\frac{1}{2}$ 量の許容範囲を4~6mlとして分析しており、変動係数が±20%以内であればよい。表1のとおり各範囲におけるkの変動係数は3.19~16.16%であり、求められたKの信ぴょう性はかなり高い。bとKの関係および変動係数を図1に示した。また各試料に含まれる有機物の種類によって酸化分解の比較的しやすい試料としにくい試料のKの誤差を図2に示したが、この誤差はkの変動係数とほぼ同じである。従って酸化分解の極端な試料以外であればkの変動係数で充分補正できる。

表1 係数

項目	KMnO ₄ 消費量(ml)		1~2	2~3	3~4	4~5	5~6	6~7	7~8	8~9	9~10
n			41	90	125	72	16	84	52	26	12
\bar{b}			1.609	2.544	3.511	4.423	5.839	6.434	7.377	8.527	9.461
\bar{b}'			4.964	4.951	4.891	5.212	5.093	5.072	5.192	5.186	5.345
\bar{k}			1.528	1.293	1.138	1.066	0.973	0.912	0.868	0.821	0.729
標準偏差			0.247	0.155	0.078	0.045	0.031	0.053	0.094	0.079	0.053
変動係数(%)			16.16	11.99	6.85	4.22	3.19	5.81	10.83	9.62	7.27
K			1.539	1.306	1.163	1.023	0.955	0.899	0.836	0.792	0.682

図1より求めたそれぞれのKを表2に示す。表2より必要なKを求めて計算すればより信頼性のある試料量が得られる。

次に実際の計算例を示す。

一回目10mlの試料量で分析したところKMnO₄消費量が2.6mlであった。そこで二回目の試料量Vmlは

$$2.6 : 5 = 10 : v$$

$$v = 19.2$$

表2よりKは1.30だから

$$V = K \cdot v = 1.30 \times 19.2$$

$$\approx 25.0$$

となり、二回目の試料量は25mlで分析すればよい。

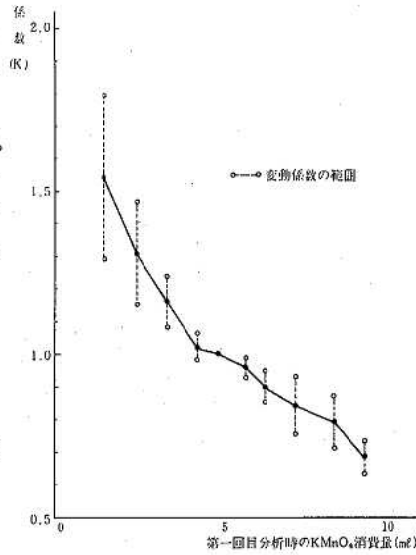


図1 KMnO₄消費量と係数

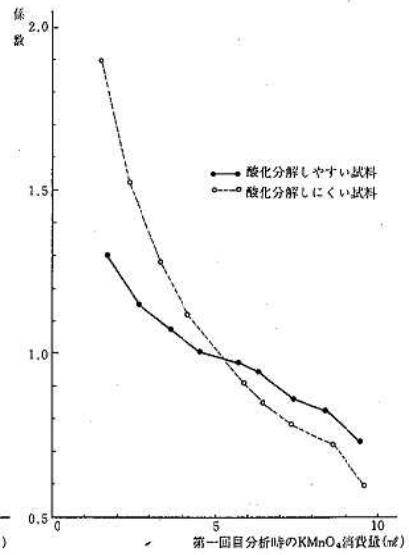


図2 酸化分解の難易における係数の誤差

表2 KMnO₄消費量と係数の関係

KMnO ₄ 消費量(ml)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0.0	—	1.44	1.24	1.09	1.00	0.94	0.86	0.81	0.74
0.1	—	1.42	1.22	1.07	1.00	0.93	0.85	0.81	0.72
0.2	—	1.39	1.21	1.06	0.99	0.92	0.85	0.81	0.71
0.3	—	1.37	1.19	1.04	0.98	0.91	0.84	0.80	0.70
0.4	—	1.34	1.18	1.03	0.98	0.90	0.84	0.80	0.69
0.5	—	1.32	1.17	1.02	0.97	0.90	0.83	0.79	0.68
0.6	1.54	1.30	1.15	1.02	0.97	0.89	0.83	0.78	—
0.7	1.52	1.28	1.13	1.01	0.96	0.88	0.82	0.77	—
0.8	1.49	1.27	1.12	1.01	0.96	0.87	0.82	0.76	—
0.9	1.47	1.25	1.10	1.00	0.95	0.87	0.82	0.75	—

2. 底質のCOD分析における問題点

底質のCOD分析は底質調査方法(環境庁水質保全局)に従っているが、この分析法では試料量を一定としているために試料の質によりKMnO₄消費量に大きな差が生じ、COD値に影響をおよぼす。COD分析における原則は、規格13のようにKMnO₄溶液の濃度、容量を一定とし、KMnO₄消費量の添加量が1/2量以上残るようにするのが一般的な考え方である。そこで同一試料について、分取量の違いによりCOD値にどの程度の差が生じるかを、CODの比較的高い試料と低い試料の二種類について比較分析を行ない、若干の結果が得られたので報告する。

2-1. 方法

2-1-1. 分析法

底質調査方法(昭和48年7月、昭和50年10月環境庁水質保全局)に従う。ただし、チオ硫酸ナトリウム溶

液(0.1N); チオ硫酸ナトリウム2.5gを蒸留水にとかして1ℓとする、は24.8gに訂正した。

2-1-2 試料

二種類の試料をA、Bとし、共に海域の底質を使用した。試料の性状および含水率を表3に、それぞれの分取量を表4に示す。

表3 試料の性状と含水率

項目 試料	泥質 色 臭気	強熱減量 (%)	乾泥率 (%)	含水率 (%)
A	泥状 黒 硫化物臭	14	28.1	71.9
B	砂状 灰 なし	1.5	75.8	24.2

2-3. 結果

分析結果は表5のとおりであった。乾泥とCOD値の関係を図3に示す。

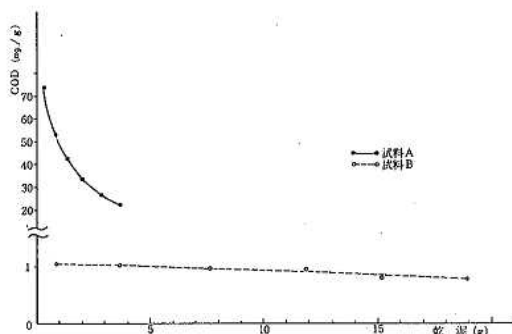


図3 試料量とCOD値の関係

2-4. まとめ

試料量10gのCOD値を100%とすると、試料Aは84~275%、試料Bは83~108%のCOD値となる。試料BではCOD値が低いので差はほとんどないが、試料Aでは差が大きく試料量1gの場合とでは3倍近くのCOD値となっている。表5のKMnO₄消費率でも明かなように試料AはKMnO₄消費量が多いほどCODは低く、消費量が少ないほどCODは高くなるという傾向を示している。これは試料が排水の場合と同様である。試料Bについてもわずかではあるが同じ傾向がみられる。規格13の考え方のようにKMnO₄消費量に重点をおくと、試料Aでは試料量3gの場合の53.1mg/gがCOD値となり、試料量10gの場合の2倍もの値となる。しかし試料Bでは25gの試料量でも少なく50g前後の試料が必要となるが、この試料量では分析が困難となる。またKMnO₄

消費量を約半量にするために分析を何回もやりなおさなければならない。従って現行法の試料量10g一定として分析することは利点もあるが、CODの高い試料については適当ではないと考える。

3. おわりに

当所では工場排水のCOD分析において求めた係数を用いて分析しているが、信頼度は高く満足のいく結果を得ている。

底質のCOD分析については、試料が排水と底質の違い、分析法が酸性法とアルカリ法の違いはあるが、規格13のようにKMnO₄の消費量を尊重して試料量はある程度の幅をもたせて分析するほうがよいと思われる。CODの高い試料については以前の試料量1gで分析する場合もある。

表4 試料の分取量

項目		湿泥(g)	乾泥(g)	0.1NKMnO ₄ 100ml におけるO ₂ の定量 限界(mg/乾g)
試料A	1	0.999	0.281	285
	2	3.036	0.853	94
	3	5.104	1.434	56
	4	6.999	1.967	41
	5	10.237	2.877	28
	6	13.176	3.702	22
試料B	1	1.238	0.938	85
	2	4.860	3.684	22
	3	10.053	7.620	10
	4	15.684	11.888	6.7
	5	20.076	15.218	5.3
	6	24.995	18.946	4.2

表5 試料の分析結果

項目		0.1NKMnO ₄ 添加量(ml)	0.1NNa ₂ S ₂ O ₃ 消費量(ml)	乾泥(g)	COD(mg/g)	0.1NKMnO ₄ /100ml の消費率(%)	試料量10gのCOD 値を100%とした 割合(%)
試料A	1	20	5.27	0.281	73.4	26	275
	2	20	11.58	0.853	53.1	56	199
	3	20	15.67	1.434	42.7	76	156
	4	20	16.80	1.967	33.4	81	125
	5	30	19.66	2.877	26.7	95	100
	6	30	21.13	3.702	22.3	101	84
試料B	1	10	0.31	0.938	1.29	1.5	108
	2	10	1.21	3.684	1.28	5.8	107
	3	10	2.34	7.620	1.20	12	100
	4	10	3.60	11.888	1.18	18	98
	5	10	3.81	15.218	0.98	18	82
	6	10	4.85	18.946	1.00	24	83

メチルイソブチルケトンを抽出溶媒とした 陰イオン界面活性剤の吸光光度定量

浅野 淑子・御手洗 清・楠 憲一

1. はじめに

合成洗剤の主成分である陰イオン界面活性剤（以下ASAAという。）を定量する方法として一般にASAAをクロロホルム、^{1),2),3)}1,1,2-トリクロロエタン、⁴⁾1,2-ジクロロエタン等の溶媒により抽出するメチレンブルー法が用いられている。しかし、メチレンブルー法はASAA以外のメチレンブルー活性物質（以下MBA Sという。）の妨害を受けやすいので、その妨害を除去する処置として、⁵⁾塩酸で煮沸する方法や、²⁾アンバーライトXAD2カラムグリーンアップ法等の前処理をする方法、あるいは溶媒抽出した後、⁶⁾溶媒層を洗浄する方法等がある。しかし、それらの方法は分析に長時間を要したり、操作が煩雑であったり、また抽出に用いる溶媒の毒性が強い等、問題がある。そこで、著者らは多数の試料を迅速簡便に分析するために、抽出溶媒として、沸点が高く、毒性が少なく、かつクロロホルム等と異なり水よりも比重が軽い等の特性を有するメチルイソブチルケトン（以下MIBKという。）を用い、溶媒層洗浄を行ってASAAを定量する方法を確立したので報告する。

2. 定量法

2-1. 試薬

ASAA標準溶液；和光純薬製のn-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（以下LASという。）標準品（純度99.0%以上）を用いて1mg/mlの原液を調製し、適宜希釈して標準溶液とする。

0.1%メチレンブルー溶液；和光純薬製試薬特級品を用いて調製する。

MIBK；特級品をそのまま用いる。

1N硫酸；特級品を用いて調製する。

溶媒層洗浄液；純水1ℓ中に1N硫酸2.5ml、0.1%メチレンブルー溶液5ml、および硫酸銀1gを含むように調製する。

2-2. 装置

光度計；日立製181型分光光度計。

振とう器；イワキ製KM型振とう器、振幅4cm、振とう速度300回/分。

2-3. 定量操作および検量線

300mlの分液ロートに試料200ml（LASとして4～60μgを含む。）をとり、これに1N硫酸を0.5ml、および0.1%メチレンブルー溶液を1ml加える。ついでMIBKを20ml加えて、振とう器で1分間振とうする。静置して水層と溶媒層が分離した後、下層の水層を捨て、残ったMIBK層に溶媒層洗浄液20mlを加えて振とうする。静置して水層と溶媒層が分離した後水層を捨てる。MIBK層を脱脂綿でろ過してエマルジョンを除去し、10mmセルを用い、MIBKを対照液として波長657nmで吸光度を測定し、予め本操作と同一方法で作成した検量線により定量する。検量線を図1に示す。

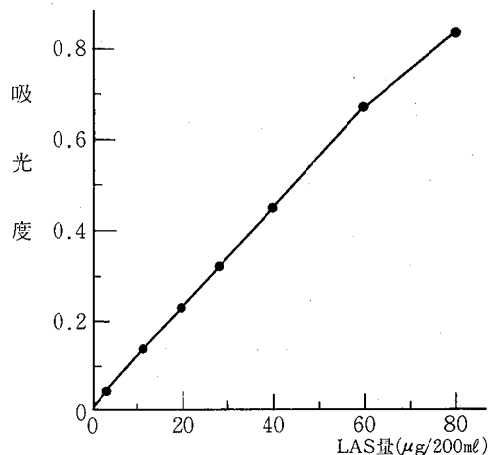


図1 検量線

3. 定量法の検討および考察

3-1. 吸収スペクトル

メチレンブルーとLASから生成される錯化合物（以下MB-LAS錯化合物という。）のMIBK中における吸収曲線を図2に示す。波長657nmにおいて吸光度の最大値が認められる。

3-2. 吸光度の経時変化

MB-LAS錯化合物のMIBK中における青色呈色の経時変化を図3に示す。抽出後2時間を経ても吸光度は変化しないので、呈色は安定である。

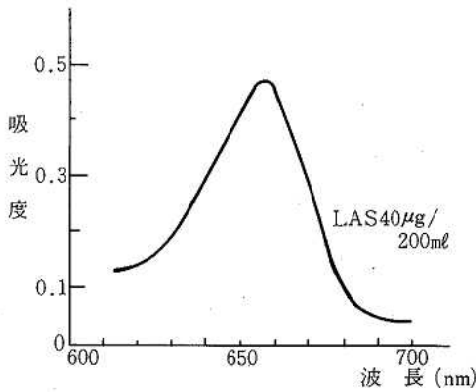


図2 吸収スペクトル

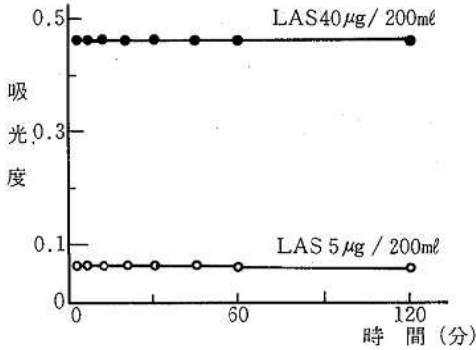


図3 吸光度の経時変化

3-3. 振とう時間

MB-LAS錯化合物をMIBKで抽出するのに要する振とう時間と吸光度との関係を図4に示す。20秒以上振とうすることによって一定の吸光度が得られた。本定量操作では安全を考えて、振とう時間を1分間とした。

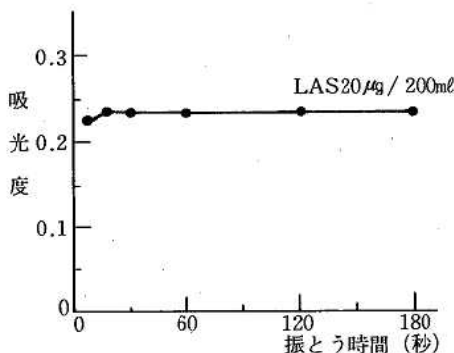


図4 振とう時間と吸光度との関係

3-4. 抽出回数

MIBKによるMB-LAS錯化合物の抽出回数と抽出率との関係を図5に示す。1回の抽出により約92%抽出されるので、本定量操作では抽出回数を1回とした。

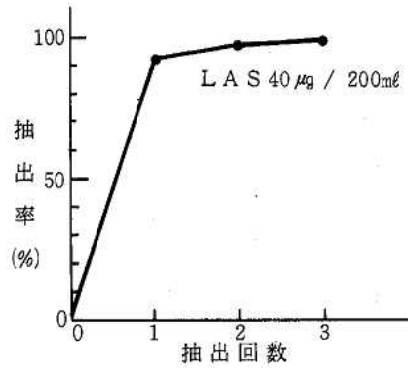


図5 抽出回数と抽出率との関係

3-5. 妨害物質の影響と除去

3-5-1. 無機陰イオンの影響と除去

LAS定量時の妨害となるMBASのうち、河川水および海水中に通常存在する塩素イオン、硝酸イオン、および亜硝酸イオンの吸光度に及ぼす影響と、溶媒層洗浄液を用いてMIBK層を洗浄した時の、これらの妨害イオンの除去効果を表1に示す。表1にみられるように、これらの無機陰イオンの妨害はかなり大きいですが、溶媒層洗浄を1回行えばその妨害はほとんど除去できる。しかもこの洗浄操作がLASの定量値に及ぼす影響は認められない。

表1 妨害イオンの影響と除去効果

妨害イオン	濃度 (mg / ℓ)	LAS添加量 (μg)	吸光度	
			洗浄前	洗浄後
なし		0	0.011	0.011
		40	0.461	0.460
Cl ⁻	100	0	0.019	0.011
	1,000	0	0.046	0.011
	18,000	0	0.136	0.010
	1,000	40	0.476	0.461
NO ₃ ⁻	1	0	0.051	0.012
	5	0	0.133	0.010
	10	0	0.171	0.009
	10	40	0.508	0.475
NO ₂ ⁻	4	0	0.028	0.013
	4	40	0.485	0.467
Cl, NO ₃ , NO ₂ ⁻	500, 10, 4	40	0.509	0.470

3-5-2. 有機性妨害物質の除去

溶媒層洗浄による有機性妨害物質の除去効果を知る

ために、試料として生活排水の影響の大きい河川水を用い、本法により溶媒層を洗浄して得られた値と、竹下らの方法⁶⁾によりアンバーライトXAD2カラムクロマトグラフィで前処理し、溶媒層を洗浄しないで得られた値とを比較した。その結果は表2に示すように、両法の値はほぼ一致する。したがって、生活排水の影響が大きく、妨害物質の多い河川水でも、本法は充分適用できる。また、カラム処理法に比べて定量操作が簡便であるため、測定値のばらつきが小さい。

表2 有機性妨害物質の除去

	n	LAS検出量(μg)		C.V.(%)
		\bar{x}	σ_{n-1}	
本 法	5	26.1	0.5	2
カラム処理法	5	25.7	1.6	6

3-6. 添加試験

本法により、河川水および海水にそれぞれLASを20μg添加したときの、LASの回収率を求めた。その結果は表3に示すように、LASは定量的に回収される。

表3 添加試験

試 料	含有量(μg)	n	添加量(μg)	回収量(μg)		回収率(%)
				\bar{x}	σ_{n-1}	
河川水	4.3	4	20	23.2	0.2	95
海 水	0	4	20	19.6	0.6	98

4. 測定例

本法による河川水および海水水中のASAAの測定例を表4に示す。変動係数は2~8%であり、再現性よく定量できた。なお、河川・上流および海・浜辺は清澄な試料であり、河川・支流および海・内港は生活排水の影響を大きく受けている試料である。

表4 測定例

採水場所		n	測定値(mg/ℓ)		C.V.(%)
			\bar{x}	σ_{n-1}	
河 川	上流	6	<0.02	—	—
	中流	6	0.050	0.001	2
	支流	6	1.57	0.01	3
海	浜辺	6	<0.02	—	—
	内港	6	0.046	0.004	8

5. ま と め

メチレンブルーによるASAAの吸光光度定量においてMIBKを抽出溶媒として使用し、また溶媒層洗浄により妨害物質を除去する方法を確立した。本法では、分析器具の使用を最小限にとどめ、分析過程における損失、汚染等による誤差を少なくすることができるとともに、迅速簡便に多数の試料を定量することができる。本法において、水中のASAAを、LASとして4~60μgの範囲内で再現性よく定量できた。

本報の一部は昭和54年10月、山口市で開催された全国公害研協議会中四国支部・第6回水質部会において発表したものである。

— 文 献 —

- 1) JIS K 0102, 63-66, 1978.
- 2) 日本薬学会編：衛生試験法注解, 748-749, 1973,
- 3) 日本水道協会編：上水試験方法, 454-457, 1978.
- 4) 大槻晃・平山光衛・半谷高久・内海諭：日本化学雑誌, Vol.85, No.5, 335-340, 1964.
- 5) 米原範伸・坂元隼雄・池園哲二・島田一郎・鎌田政明：第9回化学関連合同九州大会公演要旨集, 44, 1972.
- 6) 竹下隆三・吉田博：衛生化学, Vol.21, No.4, 209-215, 1975.

肱川水系におけるステロールの分析

越智久尚・林 弘・篠崎由紀
岡田 啓

1. はじめに

ステロールは、その基本骨格に、シクロペンタノヒドロフェナントレン環を持つアルコールの総称であり、動植物界に広く、遊離またはエステルとして、ほかの脂質と共存する。

その代表的なコレステロールは、ふん便中にも存在するが、動物細胞ごとに脳細胞、脂肪中に多量に存在しており、従って家庭排水や畜舎排水中にも見出すことができる。

また、コプロスタノールは、高等動物の腸内において、コレステロールが細菌によって環元されたものであり、ふん便中にもみ存在する特異なステロールである。それゆえ、コプロスタノール、コレステロール(以下ステロールという)を指標物質とし、肱川水系における人畜による汚染の現況把握を試みたので、その結果を報告する。

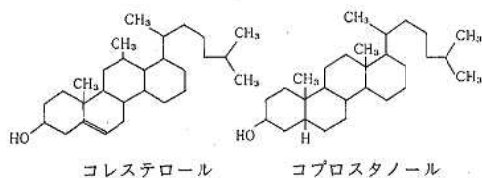


図1 ステロールの分子構造

2. 試薬、器具および装置

N,O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BS TFA) :Pierce Chemical Company製
Dimethylformamide (DMF) :同上
n-ヘキサン：特級を蒸留して使用
エタノール：残留農薬試験用 和光純薬製
塩 酸：特級、和光純薬製
クデルナ・ダニッシュ濃縮器(KD濃縮器)：農薬等の分析に使用するもの
GC-MS-MID：Shimadzu-LKB9000型
島津製作所製

3. 調査方法および分析方法

3-1. 調査方法

調査地点は、河川水質への寄与が大きいと考えられる汚濁発生源を網羅するように設定した。

地点数は、肱川本川4地点、支川18地点、下水路5地点とし、昭和53年5月、7月、10月および一部地点は、昭和54年1月に調査した。

調査地点は、図2のとおりである。

3-2. 分析方法

コプロスタノール、コレステロールの分析方法として、松島らは臭素化されたシリル化剤で誘導体化し、ECDを用いたガスクロマトグラフ法¹⁾を、また立川らは、シリル化剤で誘導体化した後GC-MS-MID法による方法を報告している²⁾。

今回、我々は、定量限界の点から立川らの方法に準じ、以下のとおり分析法を決定した。

(1) 抽出

検水1ℓを分液ロートにとり、n-ヘキサン100mlを加えて10分間はげしく振とうする。

しばらく静置後下層の水を捨てる。

(2) 加水分解

n-ヘキサン層を200ml丸底フラスコにうつし、ロータリーエポレーターでほぼ乾固状態まで濃縮する。

濃縮後1N水酸化カリウム70%エタノール溶液25mlを加え、還流冷却器をつけて、70℃の湯浴中で3時間分解を行う。

分解後1N塩酸30mlを入れた250mlの分液ロートにうつす。

n-ヘキサン50mlを加え、10分間はげしく振とうする。しばらく静置後水層を捨てる。

(3) シリル化

n-ヘキサン層をKD濃縮器であらかじめ約5mlに濃縮する。その後、窒素気流下で加熱してn-ヘキサンを留去し乾燥させる。

残渣をDMF200ulに溶解し、さらにBSTFA200ulを加え、ガラス栓をしてデシケータに一夜放置する。

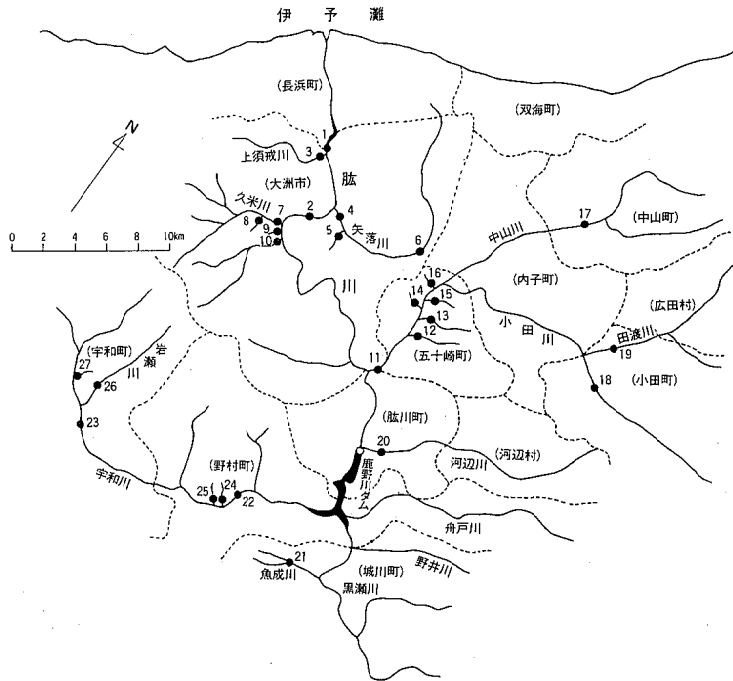


図2 肱川水系調査地点図

(4) GC-MS-MIDによる定量

一夜放置後、窒素気流下で加熱して余分のDMF, B STFAを留去し、残渣を1mlのn-ヘキサンに溶解させ試料とする。

定量限界は、両ステロールとも0.01ug/lである。

表1 GC-MS-MID条件¹⁾

GC条件	
カラム：2%OV-225クロモソルP WAWDMCS80	
～100メッシュ 1m ガラスカラム	
温度 カラム：240℃ セパレータ：280℃	
注入口：300℃	
キャリアーガス：He, 25ml/分	
MS-MID条件	
加速電圧： 3.5kV	
トラップ電流： 60μA	
イオン化エネルギー：20eV	
イオン源温度： 310℃	
指定フラグメント	
コプロスタノール：m/e 370	
コレステロール：m/e 329	

4. 調査結果および考察

調査対象とした肱川水系は、昭和50年5月環境基準類型指定がなされ、河川はほぼA類型（舟戸川のみAA類型）、鹿野川ダムは湖沼B類型に指定された。

現在常時監視が実施されているが、環境基準項目のうち、大腸菌群数の基準達成率(AA類型 33.3%, A類型 34.4%³⁾ 昭和53年度)が低い。

その原因として、浄化槽排水、畜舎排水の流入が考えられるが、大腸菌群の存在は必ずしもふん便汚染を意味するとはかぎらず、その可能性を示唆するものである。従って、ふん便汚染に対しては、コプロスタノールおよび大腸菌群数を調査し、その結果を総合的に検討するのが有効と考えられる。

また、コレステロールはふん便のみでなく、生活排水中にも存在するので、その一方のみの指標物質とはならないが、コレステロールの濃度および量的増減は両排水の面的増減とみなすことができる。

表2にステロール分析結果を図3に流域別人口密度(人/km²)および家畜頭数を示す。

両ステロール濃度は、No8三の丸水門、No9榊形水門、No16滝奥排水口、No25野村町下水口、No27中の町排水口（以下下水路という）で一段と高濃度である。それは、下水路流域には人口が集中しており、流入する浄化槽排水および生活排水が下水路の流水の大部分

表2 ステロール分析結果

分析項目 採水地点		コプロスタノール(ppb)				コレステロール(ppb)			
		1 (S.53.5.11)	2 (S.53.7.31)	3 (S.53.10.18)	4 (S.54.1.17)	1 (SS3.5.11)	2 (S.53.7.31)	3 (S.53.10.18)	4 (S.54.1.17)
1	祇園大橋	0.090	0.029	0.034	0.096	0.92	0.68	0.79	0.090
2	五郎大橋	0.077	0.032	0.027	0.094	1.1	0.61	0.64	0.15
3	上須戒橋	0.029	0.035	0.015	—	0.39	1.0	1.0	—
4	生々橋	0.55	0.50	0.33	—	3.4	2.8	1.6	—
5	十夜ヶ橋	2.0	1.1	1.4	1.5	13	6.2	8.1	7.7
6	矢落橋	0.10	0.019	0.008	—	0.52	0.32	0.75	—
7	久米川河口	—	1.1	1.8	1.1	—	4.6	6.1	3.3
8	※三の丸水門	71	41	46	19	110	110	93	110
9	※柵形水門	5.6	7.3	5.8	—	17	27	71	—
10	龜山橋	0.16	0.12	0.13	0.10	2.3	1.0	1.2	0.13
11	坊屋敷橋	0.23	0.057	0.052	—	2.4	0.97	1.0	—
12	御祓川河口	0.012	0.20	ND	—	0.70	1.4	0.60	—
13	柿原川河口	1.2	0.28	5.5	0.38	2.4	2.8	7.7	1.0
14	谷川河口	—	3.9	1.4	1.0	4.5	4.1	2.7	—
15	大久保川河口	0.93	0.15	0.17	—	13	2.1	2.4	—
16	※滝奥排水口	10	5.1	5.4	6.0	33	36	29	27
17	新中山橋	0.068	0.095	0.14	0.12	0.43	0.53	1.5	1.1
18	石山橋	0.095	0.044	0.042	0.18	0.70	0.65	0.66	0.12
19	吉野川橋	—	0.084	0.099	—	—	0.89	0.54	—
20	河辺川河口	0.078	0.11	0.039	—	0.61	0.95	0.89	—
21	魚成川中流	0.16	0.10	0.095	—	0.97	0.45	0.47	—
22	石くぼ橋	0.40	0.42	0.18	0.40	5.6	2.0	1.7	0.55
23	下宇和橋	0.28	0.17	0.16	0.34	2.6	2.8	1.8	0.24
24	山瀬川	0.040	0.012	0.027	—	1.6	1.1	0.45	—
25	※野村町下水口	18	14	—	—	60	30	—	—
26	道義橋	0.51	0.15	0.38	—	1.7	0.97	1.1	—
27	※中の町排水口	7.1	3.0	9.0	—	18	11	52	—

注 1) ※下水路 2) ND<0.01ppb

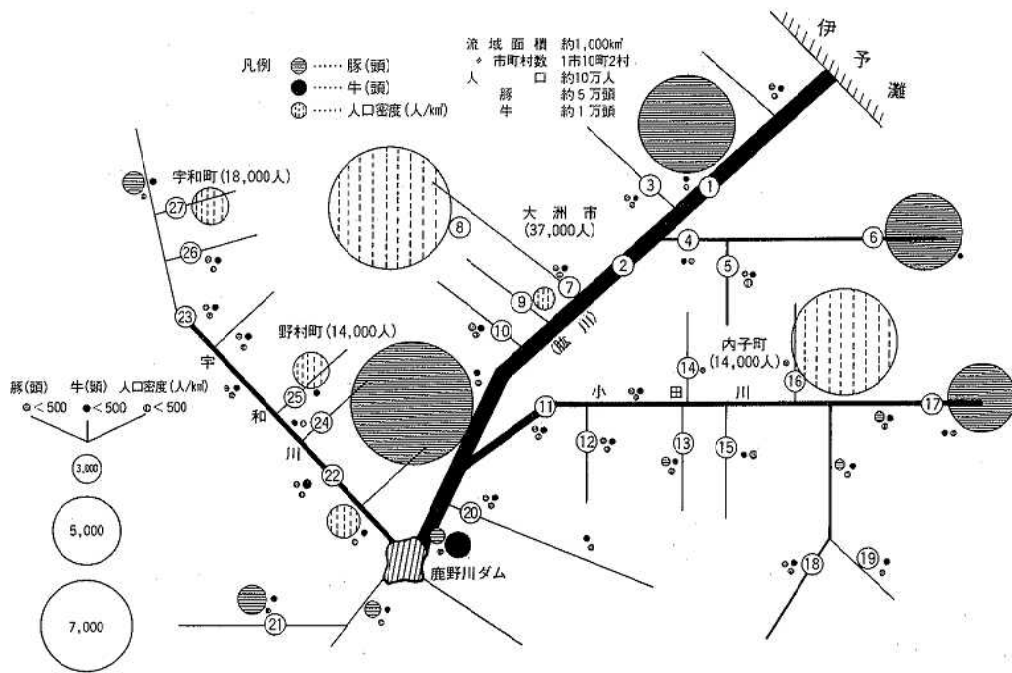


図3 肱川水系における人畜の分布

を占めているためと考えられる。

また、No 5十夜ヶ橋でもコプロスタノール 1.08～2.00ug/ℓ、コレステロール6.18～13.2ug/ℓと下水路に次ぐ濃度である。流域人口が11,900人と多く、多量に排水が流入しているためと推察される。

流域別人畜密度とステロール濃度間の相関係数を、表2に示す。人口密度とステロール濃度間に相関がみられるが、牛豚密度にはみられない。畜舎排水は大部分土地還元等により処理され、あまり河川へ流入しないためであろう。

表3 人畜密度とステロール濃度間の相関係数

	コプロスタノール	コレステロール
人口(人/km ²)	0.468(n=40)**	0.774(n=40)**
牛(頭/km ²)	0.091(n=31)	0.026(n=31)
豚(頭/km ²)	0.217(n=30)	-0.100(n=31)

** 1%有意水準

次に流入路別負荷量(調査3回の幾何平均値)およびその積算値を表4、図4および図5に示す。なお、主要流入路はほぼ網羅され、また、ダム上流に流入したステロールはダム下流に寄与しないものと仮定した。

肱川水系でのステロール負荷量は、コプロスタノール191.6g/日、コレステロール916.6g/日である。そのうち、5下水路のしめる割合は、コプロスタノール58.4%、コレステロール39.9%であり、下水路の割合の大きいことがわかる。

表4 流入経路別負荷量

流入経路	コプロスタノール		コレステロール	
	g/日	%	g/日	%
下水路	111.9	58.4	365.9	39.9
No 5(十夜ヶ橋流域)	51.2	26.7	307.3	33.5
その他	28.5	14.9	243.4	26.6
計	191.6	100.0	916.6	100.0

しかし、その割合は、コプロスタノールに比較してコレステロールでは小さい。このことは、コプロスタノールは動物のふん便にしか由来しないが、コレステロールはふん便のみでなく生活排水にも由来するので、浄化槽排水がなくても存在する。それゆえ、流入負荷量に対する5下水以外からの寄与がかなりあり、その結果5下水路の占める割合が低下したと考えられる。

両ステロールとも主要流入源は、5下水路およびNo

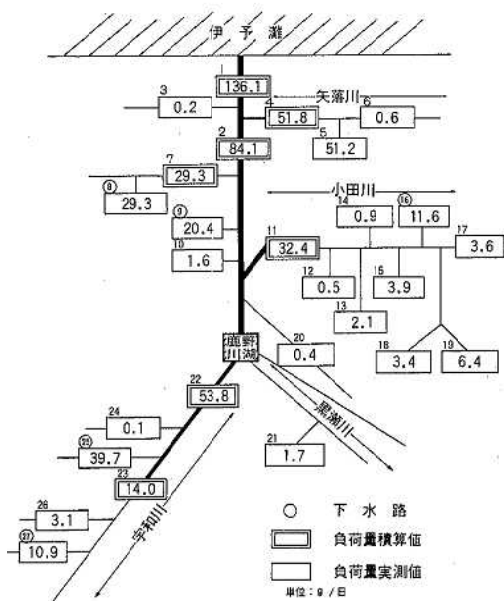


図4 コプロスタノール負荷量

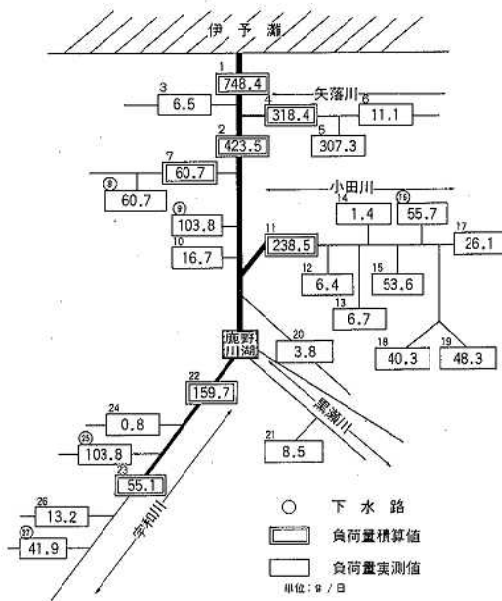


図5 コレステロール負荷量

5十夜ヶ橋流域にあるといえる。

No 5では流域人口が多いため、流入負荷量はコプロスタノール51.2g/日、コレステロール307.3g/日、流入負荷総量に対しては、コプロスタノール26.7%、コレステロール33.5%である。従って、5下水路あわせれば、コプロスタノール85.1%、コレステロール73.4%となり、肱川水系における流入ステロールの大部分を占めているといえる。

7. おわりに

肱川水系では、ステロールは主として人間に由来しその大部分が、5下水路およびNo 5十夜ヶ橋流域から流入しており、本川水質へ大きく寄与していることが推察される。特に大腸菌群数に対する寄与が考えられるが、大腸菌群数とコプロスタノール濃度（両者ともに自然対数値）間には強い相関がみられなかった。 $(r=0.433 \ n=57)$ このことは、ふん便以外からの大腸菌群が関与しているためと考えられ、その事実関係の解

明を今後の研究課題としたい。

また、ステロールについても、今後とも調査を継続するつもりである。

なお、現地調査に協力いただいた大洲保健所、愛媛県予防医学協会および基礎資料の収集に協力いただいた関係市町村に対し深謝する。

— 文 献 —

- 1) 松島肇, 脇本忠明, 立川涼: 分析化学, 24, 342, 1975
 - 2) 立川涼, 伊藤治郎, 脇本忠明: 農芸化学会誌, 51, 5, 315, 1977
 - 3) 愛媛県: 昭和53年度公共用水域の水質測定結果, 17, 1979
- 寺山宏: 基礎生化学, 葦華房, 1967
 塩田三千夫: ステロイドの化学概論, 講談社, 1972
 小椋和子, 半谷高久: 用水と廃水, 12, 12, 84, 1970
 桑原謙児: 用水と廃水, 4, 2, 1, 1962
 田口勝久: 用水と廃水, 5, 12, 59, 1963
 日本地球学会編: 水質汚濁の機構と解析, 産業図書

テレメータ化された空間ガンマ線量率 連続測定結果の評価方法

余田 幸作・篠原 広充・徳山 崇彦
西原 博明

1. はじめに

愛媛県では伊方原子力発電所周辺の環境放射線を常時監視し、予期しない放射線物質の放出等による異常の早期発見を目的として、昭和50年から伊方町九町越公園にNaI (TI) シンチレーション検出器 (2インチ \times 2インチ) を備えた測定局を設け、翌51年よりテレメータシステムによる常時監視を行っている。

環境における空間ガンマ線量率の変動は、降雨等の気象条件の変化による自然放射線の変動、核爆発実験による放射性降下物 (フォールアウト) による変動、宇宙線成分の変動および原子力施設寄与による放射線の変動が考えられる。したがって測定結果に含まれる種々の変動を分離評価することが重要な課題である。

これら変動要因の具体的な評価方法について以下技術的検討を行った。

2. 各種変動要因の評価方法

2-1. 施設寄与による増加線量の評価

2-1-1. 概要

原子力施設周辺のモニタリングにおいて、空間ガンマ線量率連続測定結果から施設寄与分を抽出分離する方法はこれまで数多く報告されてきた。ここではテレメータシステムによって得られる連続測定の結果をオンラインでコンピュータに導入し解析することを試みた。

HASL等⁴⁾の報告の中で降雨等の気象条件の変化による自然放射線の変動が、測定値の5分間平均値を1時間分再平均した場合の標準偏差において $0.2\mu\text{R}/\text{h}$ を上まわることがないことに着目し、標準偏差が $0.2\mu\text{R}/\text{h}$ を超えた時間を抽出して増加線量を求めるものである。

2-1-2. 計算とフローシート

図1に当所が作成したプログラムフローシートの概要を示す。ここで5分間値とは5分間積算パルスの1時間換算値であり、5分間における平均線量率である。それらの1時間平均値 (M) とその標準偏差 (SD) を求め、SDが0.1以下の場合をバックグラウンドレベルと考え、その時のMをバックグラウンド線量率 (M

BG) とする。SDが0.2を超えた時を寄与線量有り⁵⁾と判断して、その時のMとMBGの差を増加分として記録する。

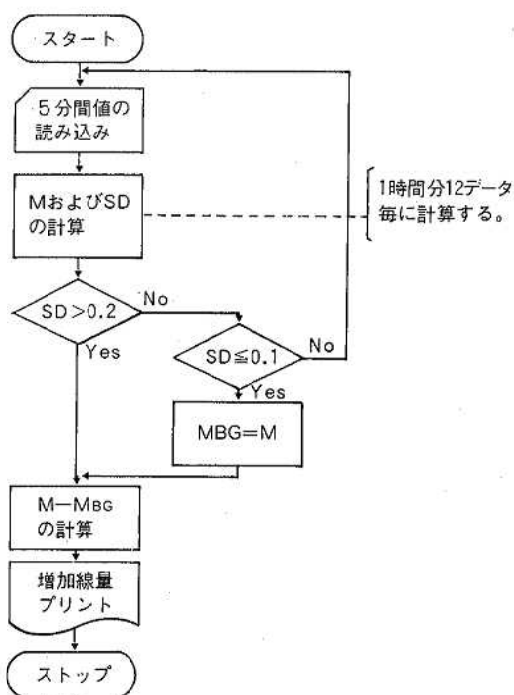


図1 施設寄与増加線量計算プログラムフローシート

2-1-3. 結果と考察

図2および表1はこの方法によって計算した例であり、ここでは施設寄与分として $0.27\mu\text{R}$ の増加線量が記録される。

数分という半減期で減衰するブルームを的確に捕え寄与線量を評価することは極めて難しい問題であるが、この方法を基礎として今後データの蓄積を行いその妥当性と精度の向上に努めることとしている。

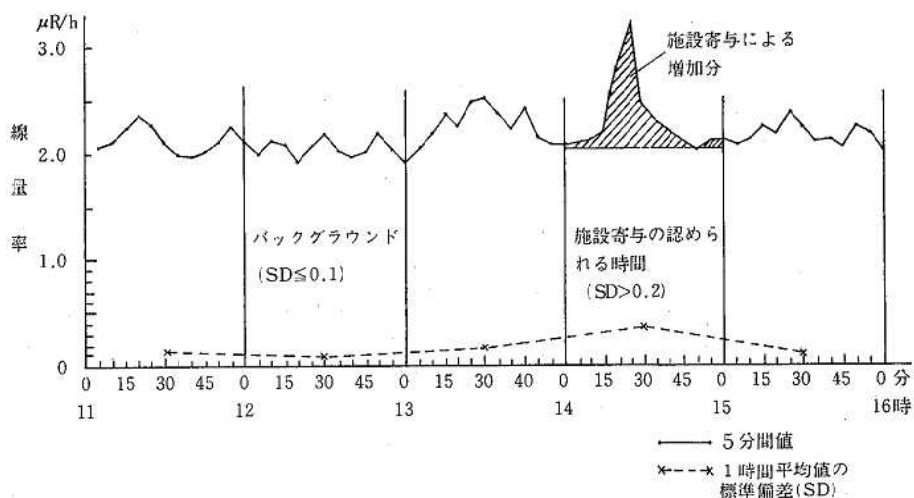


図2 空間ガンマ線連続測定における施設寄与モデル

表1 空間ガンマ線連続測定における施設寄与モデル

時刻 No 分	時刻					
	11:00	12:00	13:00	14:00	15:00	
1	5	2.08	2.00	2.05	2.09	2.07
2	10	2.11	2.13	2.19	2.13	2.11
3	15	2.25	2.09	2.37	2.20	2.25
4	20	2.38	1.92	2.26	2.80	2.19
5	25	2.29	2.08	2.48	3.21	2.38
6	30	2.11	2.18	2.52	2.45	2.23
7	35	2.01	2.01	2.37	2.27	2.10
8	40	1.98	1.97	2.24	2.19	2.12
9	45	2.02	2.02	2.44	2.10	2.05
10	50	2.11	2.19	2.15	2.01	2.25
11	55	2.25	2.03	2.09	2.12	2.18
12	60	2.10	1.91	2.07	2.11	2.00
平均値 (M)		2.14	<u>2.04</u>	2.27	<u>2.31</u>	2.16
標準偏差 (SD)		0.124	0.092	0.165	0.355	0.106
増加線量 (μR)				0.27		
備考			MBC			

測定値の単位: μR/h

モデルに基づく計算例
 増加線量 = 2.31 - 2.04
 = 0.27 μR

2-2. 降雨による増加線量の評価

2-2-1. 概要

降雨に伴って大気中のラドンおよびその娘核種の降下により線量率が上昇するが、個々の核種の半減期から上昇分は約30分の半減期で減少することが報告され、さらに降雨後においても地中から放出されるラドンが濡れた地表面にとどまるために、降雨記録の後に増加分が続くことが述べられている。⁵⁾

2-2-2. 計算とフローシート

図3に当所が作成したプログラムフローシートの概要を示す。この方法では降雨記録に対応した増加と、降雨記録の後も4時間以内の増加分については降雨による増加であると判断して計算に加えている。降雨記録直前の線量率をバックグラウンド値とし、その変動範囲として0.2 μR/hを加えた値まで考慮する。

2-2-3. 結果と考察

表2に昭和53年6月30日に観測された降雨による増加線量の計算結果を、また表3に昭和53年度においてこの方法を用いて分離評価された降雨による増加線量の計算結果を示す。

この結果はすでに報告されている降雨による年間増加線量約1 mRにおおむね一致している。⁶⁾

この方法では雨量計で記録されないわずかな雨による増加分は積算されないことなど機械的処理による誤差はまぬがれないが、長期間における自然放射線変動レベルの把握に有意義な結果が得られるものと考えられる。

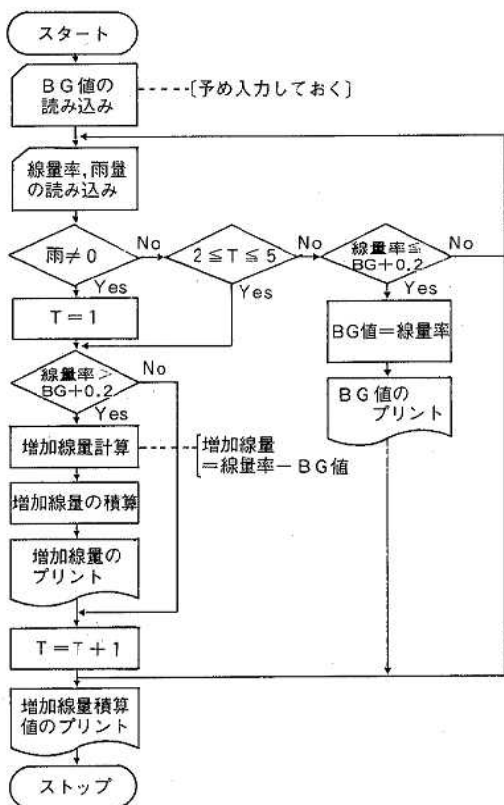


図3 降雨による増加線量計算プログラムフローシート

表3 昭和53年度における降雨による増加線量

月	増加線量 μR	月	増加線量 μR
4	73.45	10	53.38
5	59.39	11	35.84
6	94.45	12	55.46
7	2.13	1	94.27
8	21.62	2	81.73
9	20.91	3	84.99

合計677.62 μR \approx 0.7mR

2-3. 核爆発実験による増加線量の評価

2-3-1. 概要

核爆発実験直後に放射性降下物（フォールアウト）の影響から線量率の上昇が観測され、実験が行われた時刻からの経過時間 t における放射能強度が次式で求められる。

$$I_t = I_0 \cdot t^{-k}$$

ここで I_t は時刻 t における増加線量、 I_0 は初期増加線量であり k は約1.2であることが報告されている。⁵⁾⁶⁾

経過時間 t の $1/5$ 程度の時間間隔で標本抽出を行いそれぞれの標本の平均値からバックグラウンドを差し引いて増加分を求め、経過時間との両対数一次回帰式をこの増加分の基準減衰曲線とする。この曲線を増加が認められる部分について積分し当該核実験の増加線量を求めるものである。

2-3-2. 計算とフローシート

図4に当所が作成したプログラムフローシートの概

表2 降雨による増加線量計算結果
昭和53年6月30日 設定BG値=1.93 $\mu\text{R}/\text{h}$

時刻	線量率 $\mu\text{R}/\text{h}$	雨量 mm	BG値 $\mu\text{R}/\text{h}$	増加線量 μR	時刻	線量率 $\mu\text{R}/\text{h}$	雨量 mm	BG値 $\mu\text{R}/\text{h}$	増加線量 μR
1:00	2.07	0.0	2.07		13:00	2.02	0.0	2.02	
2:00	2.01	0.0	2.01		14:00	2.12	6.0		
3:00	2.04	0.0	2.04		15:00	3.57	4.5		1.55
4:00	2.07	1.0			16:00	3.76	0.5		1.74
5:00	2.31	0.0		0.27	17:00	3.52	3.0		1.50
6:00	2.13	0.0			18:00	3.34	0.0		1.32
7:00	2.04	0.0			19:00	2.41	0.0		0.39
8:00	2.01	0.0	2.01		20:00	2.10	0.0		
9:00	1.99	0.0	1.99		21:00	2.02	0.0	2.02	
10:00	1.95	0.0	1.95		22:00	1.95	0.0	1.95	
11:00	1.97	0.0	1.97		23:00	1.97	0.0	1.97	
12:00	1.95	0.0	1.95		24:00	1.96	0.0	1.96	

増加線量の合計 7.03 μR

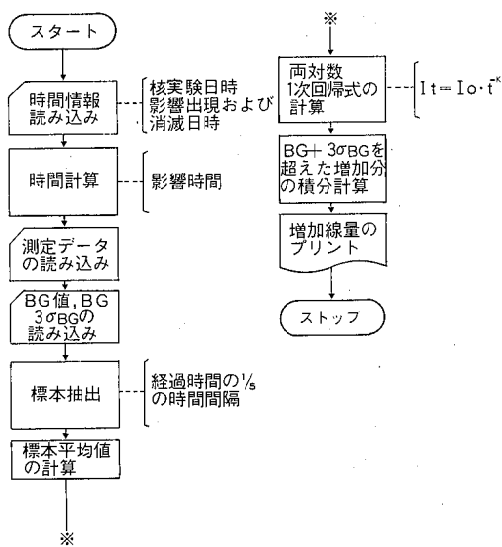


図4 核実験による増加線量計算プログラムフローシート

要を示す。データはすべて1時間値を用い、バックグラウンド値は変動上限として平常時のバックグラウンド値にその標準偏差の3倍を加えた値を用いることとし、これを超えた部分を増加分とする。

核実験の実施時刻が不明の場合には、実施日の正午として計算する。

2-3-3. 結果と考察

愛媛県では過去平常時のバックグラウンドレベルを超えた核実験の影響は観測されていないが、今後核実験による増加が認められた場合にはこの方法により増

加線量の評価を行うこととしている。

なお、基準減衰曲線を決定する際の標本抽出時に降雨記録に対応したデータを除くことにより、核実験による増加と降雨による増加とを分離評価することができる。

3. むすび

昭和54年度において空間ガンマ線量率の連続測定局(モニタリングポスト)を2局増設した。これらの増設局は検出器に高压電離箱を用いているが、この測定結果についてもテレメータ化され、個々の変動要因の分離評価を行って測定局相互の比較検討等により、さらになお一層データの信頼性の向上に努めることしたい。

—文献—

- 1) 森内 茂: Radioisotopes, Vol. 28, No.8 43—51, 1979
- 2) 福井県衛生研究所: 福井県環境放射線監視センター年報, 1979
- 3) J. A. Thie: Nucl. Safety, 4, 2, 105, 1973
- 4) K. M. Miller, C. V. Gogolak and P. D. Raft: HASL—290, 1975
- 5) 岡野真治: 環境被曝線量評価, 218—227, (社) 日本原子力学会, 1975
- 6) 岡野真治, 森内 茂: 原子力工業, Vol. 23, No. 8, 105—110, 1977

天然放射性物質から換算した空間線量率

篠原 広 充 ・ 余 田 幸 作 ・ 徳 山 崇 彦
西 原 博 明 ・

1. はじめに

環境に存在する放射性物質の濃度とこれによる外部線量の関係は放射能の人体におよぼす影響を知る上からも、また放射線測定によって環境放射能を調べる上からも必要である。この相互の関係は環境放射能の種類、分布状態および環境の状態（構築物の有無、起伏など）によって変わり、また測定器の種類によっても得られる情報が異なる。

愛媛県では、昭和50年度から毎年「伊方原子力発電所周辺環境放射線等調査結果」を年報として報告している。¹⁾この年報における1インチφ×1インチNaI(Tl)シンチレーションサーベイメータで得られた線量率（科学技術庁方式）とGe(Li)ガンマ線スペクトロメトリで得られた土壌中のウラン系列、トリウム系列、カリウム-40の濃度より換算した線量率（HASL*方式）について過去5年間の時系列データをもとに解析を行ったので報告する。

なお、毎月同一時期にシンチレーションサーベイメータによる測定と土壌のサンプリングを行っている。

2. 測定方法および線量率換算

2-1. 1インチφ×1インチNaI(Tl)シンチレーションサーベイメータによる測定方法（科学技術庁方式）

地表から1mの位置にサーベイメータの検出器を置き厚さ1mmおよび50mmの鉛シールド、密封標準線源としてセシウム-137 10μCiを用いて測定し、算出した値に宇宙線寄与分として3.2μR/hrを加えた値を空間線量率とする方法である。

なお、この測定に用いたシンチレーションサーベイメータはアロカ製TCS-121C型である

* HASLとはHealth and Safety Laboratoryの略称で、米国原子力委員会に属していたが、現在ではEML (Environmental Measurements Laboratory)と改称し、米国エネルギー省の所属で世界的に著名な研究所である。

2-2. 土壌中の天然放射性物質から換算した線量率算出方法（HASL方式）

天然放射性物質から線量率への換算係数は天然放射性物質が無限平面に一様分布していると仮定して導かれた値である。

また、土壌中の天然放射性物質の濃度測定（pCi/g）については測定器としてGe(Li)半導体検出器（キャンベラ社製8100型）、測定方法として「Ge(Li)半導体検出器を用いた機器分析法」（科学技術庁編）で行った。

なお、地中および空中に単位濃度の天然放射性物質が存在する場合の地表1mにおける線量率換算係数²⁾³⁾（HASLの値）を表1に示す。

表1 線量率換算係数

天然放射性物質	線量率換算係数
ウラン系	$1.82 \frac{\mu R}{h} / \frac{pCi}{g}$
トリウム系	$2.82 \frac{\mu R}{h} / \frac{pCi}{g}$
カリウム	$0.179 \frac{\mu R}{h} / \frac{pCi}{g}$

3. 結果と考察

伊方町九町越公園および県モニタリングポイントNo.7のHASL方式による計算結果（計算）とサーベイメータによる測定結果（シンチサーベイ）を表2、表3にまた、これらの値の移動平均値を図1、図2に示す。

筆者らがHASL方式により算出した値とサーベイメータによる測定値がよく一致した。このことから測定器の現地搬入困難な場所で採取した土壌の分析結果より空間線量率を推定することができる。しかし、地形的に大きな起伏等が存在する場合には若干の差を生じるかもしれない。

なお、報告した2地点の空間線量率が低いのは同地域一帯の地質が緑色片岩であることに起因している。⁴⁾⁵⁾

表3、表4のデータについて比率法による季節変動⁶⁾（図3）を行った結果季節変動が認められた。

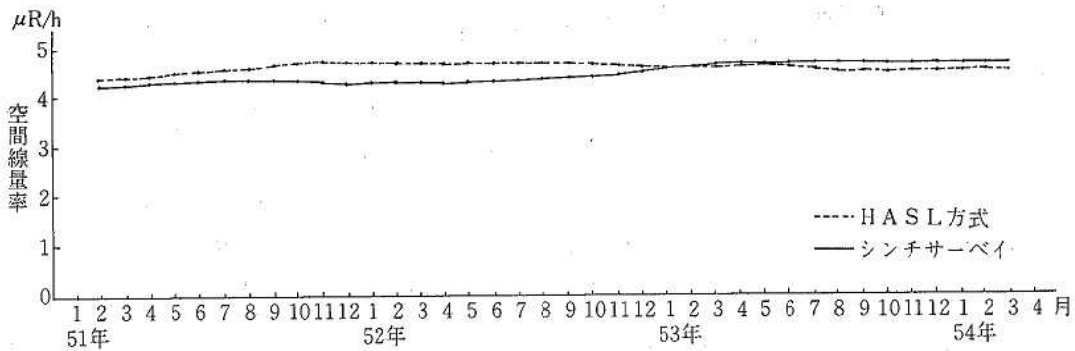


図1 伊方町九町越公園の移動平均値 (周期=12)

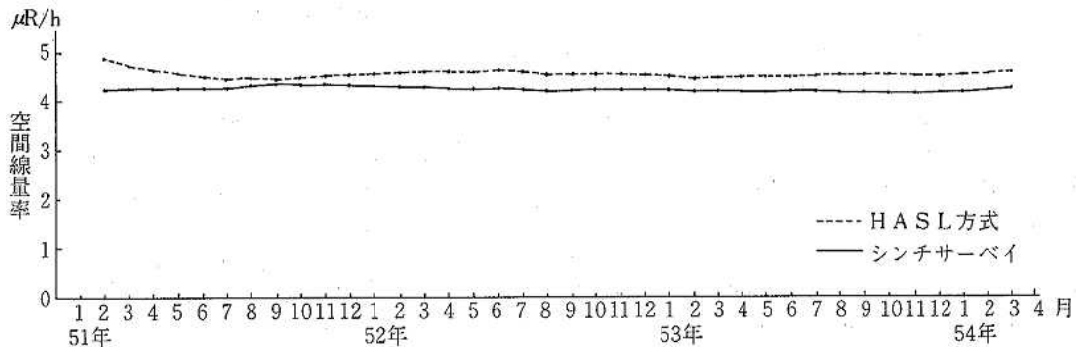


図2 県モニタリングポイントNo.7の移動平均値 (周期12)

表2 地表1mの放射線量率
伊方町九町越公園 [単位: μR/hr]

項目 月	昭和50年		昭和51年		昭和52年		昭和53年		昭和54年	
	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ
1	—	—	4.3	4.2	4.6	4.6	4.8	4.5	4.5	4.6
2	—	—	4.0	4.4	4.7	4.0	4.7	4.5	4.3	4.7
3	—	—	4.1	4.1	4.7	4.5	4.8	5.0	4.5	4.5
4	—	—	4.9	4.4	5.1	4.1	4.7	4.3	4.4	4.5
5	—	—	4.4	4.3	4.6	4.2	3.9	4.4	4.6	4.8
6	—	—	4.8	4.4	4.7	4.0	4.6	5.0	4.6	4.6
7	—	—	4.9	4.3	4.6	4.3	4.5	4.7	4.5	4.6
8	4.6	4.2	4.5	4.2	4.3	4.5	4.5	4.9	4.3	4.9
9	4.1	4.1	4.6	4.5	4.5	4.0	4.5	4.6	4.5	4.5
10	4.4	4.1	4.5	4.4	4.6	4.6	4.5	4.2	—	—
11	4.2	4.2	4.9	4.4	4.7	4.5	4.6	4.8	—	—
12	4.1	4.3	5.0	4.3	4.6	4.6	4.2	4.7	—	—

注. 計算値は宇宙線寄与分として3.2μR/hrを加えた値である。

表3 地表1mの放射線量率
県モニタリングポイントNo.7 [単位: μR/hr]

項目 月	昭和50年		昭和51年		昭和52年		昭和53年		昭和54年	
	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ	計算	シンチサーベイ
1	—	—	5.3	4.2	4.7	4.4	3.7	4.0	4.6	4.1
2	—	—	4.7	4.0	5.0	4.5	4.6	4.3	4.6	4.3
3	—	—	4.5	4.1	4.7	4.5	4.8	4.5	4.5	4.4
4	—	—	4.2	4.2	4.7	4.0	4.7	4.2	4.6	3.8
5	—	—	4.1	4.1	4.7	4.1	4.6	3.9	4.5	4.2
6	—	—	4.8	4.5	4.7	4.0	4.5	4.0	4.5	4.0
7	—	—	4.6	4.6	4.8	4.3	4.0	4.0	4.6	4.2
8	6.0	4.3	4.2	4.4	4.8	4.3	4.4	3.9	4.5	4.3
9	6.1	4.3	4.1	4.5	3.9	4.1	4.7	4.3	4.6	4.3
10	5.0	4.4	4.4	4.4	4.6	4.2	4.0	4.0	—	—
11	5.5	4.4	4.4	4.5	4.5	4.3	4.8	4.2	—	—
12	5.1	4.3	4.6	4.5	4.7	4.5	4.6	4.4	—	—

注. 計算値は宇宙線寄与分として3.2μR/hrを加えた値である。

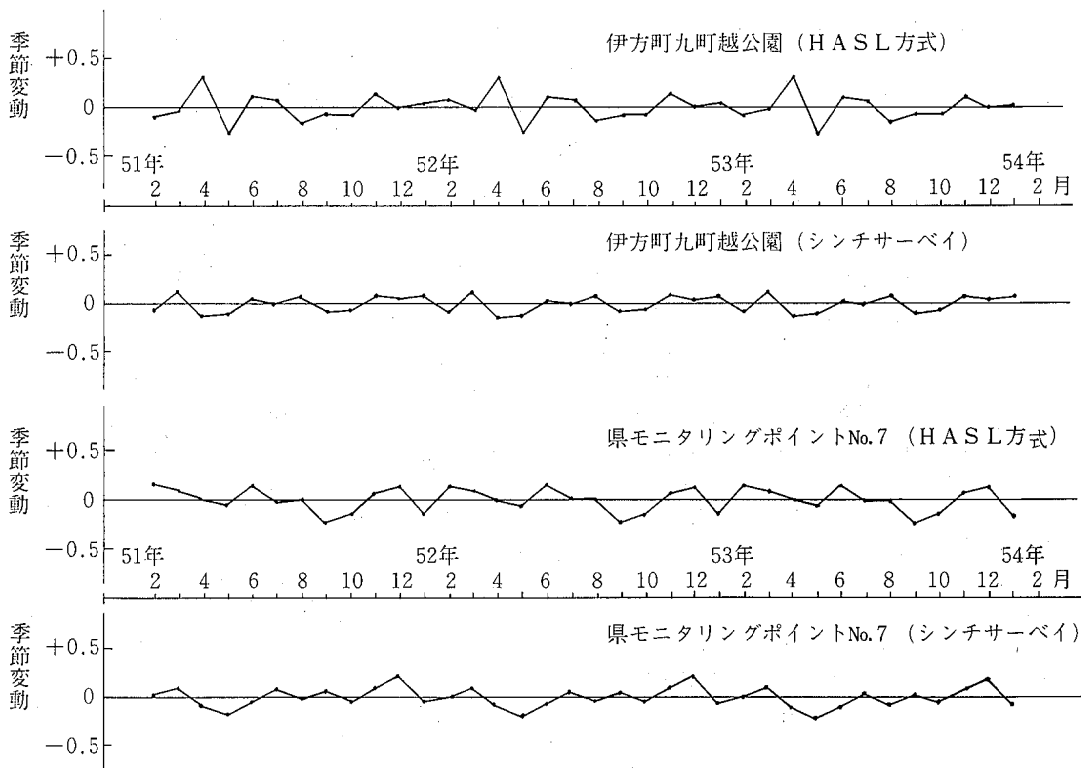


図3 比率法による季節変動

4. むすび

過去5年間の地表1mにおける線量率はまったく自然バックグラウンドのみである。今後も引き続き調査によるデータ蓄積を行い、より充実した線量率測定結果の評価を行っていきたい。

— 文 献 —

- 1) 愛媛県：伊方原子力発電所周辺環境放射線等調査結果，昭和50年度～昭和53年度
- 2) Harold L. Beck, Joseph De Campo & Cal Gogolak : HASL-258, 1972
- 3) 岡野真治, 森内 茂 : 原子力工業, Vol.23, No.8, 108-112, 1977
- 4) ADAMS, J.A.S., LOWDER, W.M.(ed.) : The Natural Radiation Environment, Univ. of Chicago press, 1964
- 5) 愛媛県：愛媛県地質説明書, 1967
- 6) 現代統計実務講座, テキストI, 62-64, (財)実務教育研究所

放射能分析確認調査(クロスチェック)結果報告

徳山 崇彦・余田 幸作・篠原 広充
西原 博明

1. はじめに

放射能分析確認調査事業(クロスチェック)は、環境試料について原子力施設設置府県と分析専門機関が同一試料についてそれぞれ行った放射能分析の結果を相互に比較することにより、試料の採取、前処理、測定手法等一連の放射能分析技術の向上をはかる目的で、昭和50年度より当該府県(昭和54年度は9府県参加)と(財)日本分析センターの間で行われている。

本県も初年度より参加し、放射能分析技術の向上に成果を上げたので報告する。

2. 調査の概要

環境試料中の放射能は極めて低レベルであり、その分析結果が十分な信頼性を保つためには、分析操作の各段階において、精度(再現性)と正確度をチェックすることが肝要である。そのためクロスチェックでは、当該府県で採取した試料

そのものや、その試料を分割したものを相互に分析する方法(試料分割法)および(財)日本分析センターが(社)日本アイソトープ協会を經由して一標準添加を行った試料を相互に分析する方法(標準試料法)で行われ、主として前者において試料の採取から測定データの解析までの総合性を、後者において前処理および測定手法をチェックしている。

2-1. 試料分割法

2-1-1. 方法

表1に試料分割法のうちGe(Li)検出器による機械分析のための試料内容を、また表2にトリチウム分析のための試料内容を示す。

トリチウム分析については昭和51年度より実施している。

2-1-2. 結果と考察

環境試料から検出されることの多いCs-137についてまとめたものを表3に示す。

表1 Ge(Li)検出器による機器分析のための試料内容(1年分)

試料名	試料数	形状	重量	区分(注)
雨水・ちり	2	乾固	1~3 g	
河川水	1	沈殿物	約30g	
土壌	1	乾土	100~200g	○
農作物	1	灰化物	20~50 g	
海水	1	沈殿物	30~50 g	
海底土	1	乾土	100~200 g	○
海産生物	5	灰化物	20~50 g	
合計	12	—	—	—

(注) ○印は前処理を含む試料, それ以外は測定のための試料

表2 トリチウム分析のための試料内容(1年分)

試料名	試料数	形状	容量	区分(注)
河川水	1	水	約500ml	○
海水	1	〃	〃	○
合計	2	—	—	—

(注) ○印は前処理を含む試料

表3 分割試料法によるCs-137の分析結果

	50年度	51年度	52年度	53年度	54年度	単位
雨水・ちり	36.0±1.8	20±1.9	100±2.2	45±1.6	59±1.8	pCi/m ²
	41±2	16±1	89±2.9	44±2.0	59±2.3	
	41.3±1.8	30±2.0	150±2.8	92±2.0	79±1.9	
	41±2	29±2	150±3.7	94±2.7	68±2.4	
河川水	*	*	*	*	*	pCi/l
	*	*	*	*	*	
土壌	1374±28	2600±40	1400±20	1800±30	840±17	pCi/kg 乾土
	1115±29	2200±42	1400±35	1700±39	910±28	
農作物	3.27±0.79	63±1.5	110±2	70±1.2	40±0.9	pCi/kg 生
	3±1	32±1	110±1.9	76±1.7	37±1.1	
海水	0.173±0.021	0.17±0.033	0.18±0.03	0.20±0.030	0.11±0.04	pCi/l
	*	0.18±0.025	0.21±0.035	0.16±0.033	0.15±0.047	
海底土	62.8±8.6	150±16	44±11	40±12	34±11	pCi/kg 乾土
	50±14	130±22	56±12	59±15	41±12	
海産生物	*	13±2.1	*	2.4±0.65	11±1.4	pCi/kg 生
	*	9±2	*	*	8.3±1.6	
	*	5.8±1.5	7.2±1.6	2.1±0.61	6.4±1.6	
	*	6±2	11±1.8	*	6.2±1.5	
	*	7.1±1.3	*	*	*	
	*	8±2	9.0±2.1	*	*	
物	*	*	8.1±1.0	16±0.94	*	pCi/kg 生
	*	*	7.5±1.4	16±1.1	*	
	*	*	11±1.1	8.8±1.3	*	
	*	17±3	12±1.5	8.3±1.2	*	

(注) 上段, 日本分析センター, 下段, 愛媛県, *検出限界以下

環境試料中には他にも自然放射性核種等が検出されるが、特にクロスチェックにおいて問題となるのは試料採取から測定までの経過時間の差によって減衰の割合が異なり、一方の分析結果が検出限界以下（未知試料の放射能 $N \pm \Delta N$ において $N < 3 \Delta N$ の場合）になり得る点で、核実験直後にみられる短寿命核種で特に顕著である。また試料中の核種の偏在による検出器に対するジオメトリー（幾何学的効率）の差によっても同様のことが考えられる。

試料によってその前処理方法も異なってくるが、分析の信頼性が前処理の方法によって異なっていないかどうかを年度と前処理方法の2元分散分析（くり返しなし）で検定したがいずれも差は認められなかった。

表4にトリチウムの分析結果を示す。

2-2. 標準試料法

2-2-1. 方法

この方法は昭和51年度より実施され、内容の詳細については各年度ごとに関係機関が打合せて決定され

表4 分割試料法によるトリチウムの分析結果

	51年度	52年度	53年度	54年度	単位
河川水	75±8 *	110±8 226±16	100±8 105±16	55±7.2 113±16	pCi/l
海水	21±6 *	31±8.3 *	37±8 *	* *	

(上段) 上段 日本分析センター、下段 愛媛県、*検出限界以下

ている。内容は表5のとおりであるが、放射化学分析によるSr-90およびNaI (Tl) 検出器を用いた機器分析によるI-131については昭和52年度より実施している。

2-2-2. 結果と考察

Ge (Li) 検出器を用いた機器分析に関して表6に海水の測定結果を示す。年度によって一部の核種に低い値がみられる。海水の前処理は従来AMP-チオアセトアミド法で行われてきた。この方法は再現性のうえからMn-54の捕集率が低下することが認められたため、昭和54年度よりAMP-二酸化マンガン法に改めた。

海産生物については魚肉のすり身に海水とほぼ同核

表5 標準試料法実施内容

項目	試料名	51年度	52年度	53年度	54年度	区分(注1)
Ge(Li)検出器を用いた機器分析	海水	1	2	1	3	○
	模擬土壌	4 (2件は海底土)	4 (2件は海底土)	1	1	
	海産生物		1	1	1	○
	校正用試料		4	5	5	
トリチウム分析	H-3 試料水Ⅰ	1	1	1	1	○
	H-3 試料水Ⅱ	1	1	(注2)	(注2)	○
I-131の分析	牛乳		1	1	1	
Sr-90の分析	Sr-90標準試料		1 (海底土)	1 (土壌)	1 (ドライミルク)	○
合計		7	15	12	14	

(注1) ○印は前処理を念む試料、それ以外は測定のみ試料

(注2) 昭和53、54年度は測定のみについて実施

表6 標準試料法による海水の測定結果

	Ce-144	Cs-137	Mn-54	Fe-59	Co-60
51年度	6260±3.0 % 5766±20	1636±2.0 % 1538±8.1	1080±3.6 % 1057±7.6	2020±4.4 % 2259±23	1034±1.5 % 924±8.2
	7450±3.3 % 6164±22	2220±2.0 % 2097±9.4	1120±4.4 % 909±7.3	2730±3.9 % 2670±24	1240±1.5 % 1164±9.4
52年度	5813±21	2020±9	962±7.4	2478±22	1110±9
	2360±2.5 % 2150±143	871±1.8 % 859±60.8	459±3.1 % 322±44.4	1240±3.1 % 1110±176	464±1.3 % 474±60.7
53年度	1992±4.5 % 1690±17	881.3±2.0 % 914±7.3	476.1±4.2 % 468±6.0	1134±4.7 % 1160±18	487.6±1.8 % 493±7.1
	1530±18	940±7.1	481±5.9	1050±19	516±6.9
54年度	1770±20	901±7.5	473±6.3	1150±25	483±7.0

(注) 上段 標準添加量(pCi±%), 下段 愛媛県の測定結果(pCi)

種を標準添加したもので行った。表7に示すように、おおむねよく一致している。

表7 標準試料法による海産生物の測定結果

	Ce-144	Cs-137	Mn-54	Co-60
52年度	766±3.3% 680±9	228±2.0% 207±3	115±4.4% 116±2.9	127±1.5% 130±4
53年度	355±2.6% 370±8.9	106±1.9% 100±2.8	54.9±3.2% 51±2.3	60.2±1.4% 57±3.1
54年度	190±4.5% 211±7.2	87.1±2.0% 91.5±2.4	47.1±4.2% 46.7±2.0	48.2±1.8% 48.9±2.5

(注)上段 標準添加量 (pCi±%) 下段 愛媛県の測定結果 (pCi)

模擬土壌および校正用試料は、Cd-109 (88Ke v)

からY-88 (1836kev) まで種々のエネルギー核種が添加されており、ことに校正用試料については寒天を用いて測定試料の厚さを変えて行った。模擬土壌(アルミナ粉末)は密度が高く、低エネルギー側に低い値が認められたため試料の自己吸収補正を導入することにより昭和54年度においてよく一致した。

図1は昭和54年度の校正用試料における試料厚さと添加量に対する相対比を核種(エネルギー)ごとに示したものである。図1において愛媛県および日本分析センターは同様の傾向を示している。これは試料厚さによる測定値の変動が試料の自己吸収にのみ起因しているのではないことを意味するが、その原因は解明されておらず今後の課題である。

トリチウム分析, I-131 の分析およびSr-90の

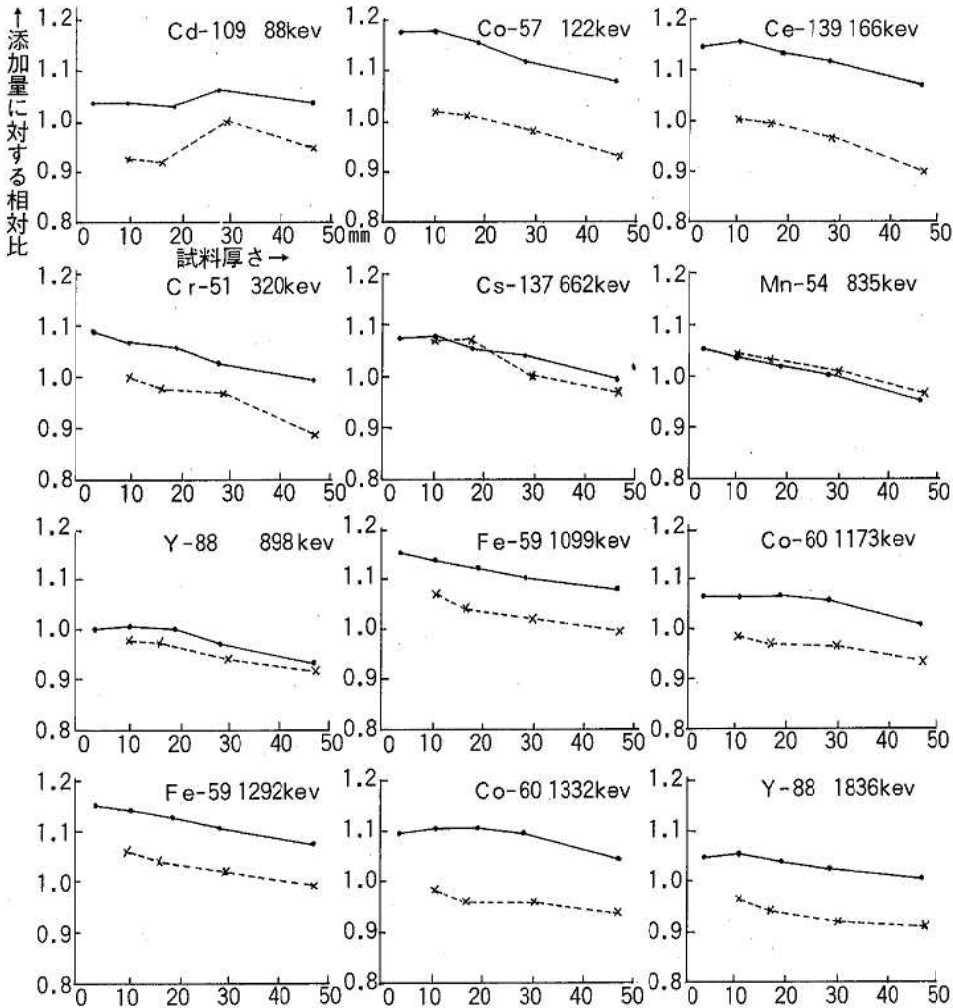


図1 標準線正試料による核種(エネルギー)ごとの試料厚さと、添加物に対する相対比

●—● 愛媛県

×—× 日本分析センター

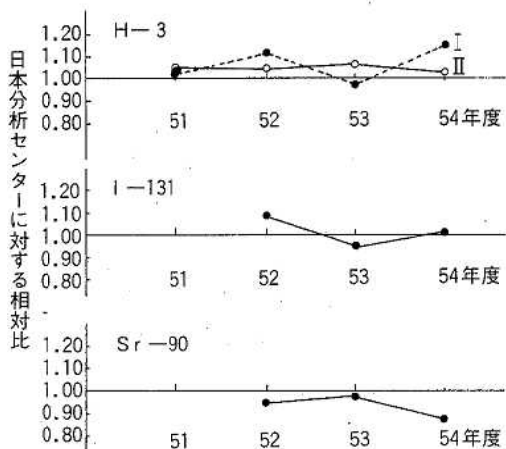


図2 標準試料法によるH-3, I-131およびSr-90の分析結果

分析結果を図2に示す。おおむねよく一致しているがことにI-131の分析は非常によく一致してきた。

3. むすび

環境中の微量放射能を分析することは非常に難しい問題である。それは分析方法そのものの技術的な難しさと、原子力施設周辺のモニタリング業務に対して社会的により高い精度と正確度が要求されているためである。今後機会あるごとに新しい技術情報を収集するとともに、技術者の各種研修への参加による質的向上を図ることはもちろん、分析確認調査事業(クロスチェック)に積極的に参加し、データの信頼性の向上に努めることとしている。

III. 抄 録 集

1. 研究報告・調査報告書

瀬戸内におけるクロム環境バックグラウンド地図の作成

—地質構造区分に伴う微量重金属の事例から—
岡田 啓・山本 徹・高田由紀・越智久尚
宮久三千年・曾我好郎

公害と対策 Vol. 14 No. 6 1978

Vol. 14 No. 7 1978

クロムはマグマからの結晶分化のさいに、塩基性岩から酸性岩にわたり、階層性をもって晶出され、なお堆積、風化作用後も岩石の性質が保持される。このような原理に基づいて、地質区分ごとに岩石を分析し、クロム含有量を地図におとしバックグラウンド地図を作成した。さらに風化土壌を分析し、検討を行うとともに、瀬戸内のクロム環境バックグラウンド地図の作成を試みたので報告した。

愛媛県における光化学スモッグを主とした大気汚染調査報告書

第5報 1978. 3

第6報 1979. 3

第7報 1980. 3

公害課大気係・公害技術センター大気科

公害技術センター東予支所

光化学スモッグの発生機構及び発生要因については、多方面で調査・研究がなされているが、本県においても、1974.3の第1報から毎年次、常時監視データ及び調査結果をもとに、高濃度オキシダントとの関係について解析し報告した。

第6報では、本県の解析で得た知見と、瀬戸内地域オキシダント広域解析で得た知見をもとに4因子を設定して予測率をもとめ、オキシダント予測の可能性について検討した。

第7報では、この4因子の水準設定について検討を加え予測率の上昇を試みた。

オキシダント予測因子及び水準

VI：換気指数(m^2/S) ≤ 2500

R₉：9時の日射量($\text{cal}/\text{cm}^2/\text{h}$) ≥ 21

SP：浮遊粉じん(mg/m^3) ≥ 0.06

P：大気汚染気象ポテンシャル > 0

(0, 1B, 1A, 2)

愛媛県における放射能調査

西原博明・余田幸作・篠原広充・徳山崇彦

第19回放射能調査研究成果論文抄録集

239~242 (1977)

第20回放射能調査研究成果論文抄録集

245~248 (1978)

第21回放射能調査研究成果論文抄録集

247~250 (1979)

昭和51~53年度に当所が環境放射能について調査を行い、これまでに実施された核実験によると思われる¹³⁷Csに代表されるフォールアウトの影響が認められたことを報告した。

2. 研究発表

○全国公害研協議会中四国支部第4回水質部会

1977. 11. 岡山市

活性汚泥法による産業廃水処理の技術指導について
御手洗 清

産業廃水処理に関する技術指導をおこなった結果を報告した。

○第4回環境保全・公害防止研究発表会

1977. 12 環境庁

瀬戸内海クロム環境バックグラウンド地図の作成

—愛媛県陸地部風化土壌のクロム分析を含めて—

岡田 啓・山本 徹・高田由紀・越智久尚

内容 公害と対策 掲載

○全国公害研協議会中四国支部第5回水質部会

1978. 10 鳥取市

底質の水質におよぼす影響について

御手洗 清

底質の水質におよぼす影響について、調査・分析した結果を報告した。

産業廃水処理技術指導について (No.2)

御手洗清・毛利作太郎・楠 憲一・亀岡貫太郎・

浅野淑子

汚泥の膨化対策についての試案を報告した。

○全国公害研協議会中四国支部第5回水質部会

1978. 10 鳥取市

水域におけるステロールの分析 (第I報)

—水質汚染の指標としての有効性—

岡田 啓・山本 徹・越智久尚・中村洋子

人畜汚染の指標物質として、コプロスタノール、

コレステロールが有効であるかどうか、一河川を対象に検討した結果を報告した。

○第5回環境保全・公害防止研究発表会

1978. 11 環境庁

活性汚泥法による産業廃水処理の技術指導

御手洗清・楠 憲一・毛利作太郎・亀岡貫太郎・
浅野淑子・安井正良

当所でおこなってきた産業廃水技術指導の事例について報告した。

○第5回環境保全・公害防止研究発表会

1978. 12 環境庁

Ni, Co等の環境バックグラウンド地図の可能性

岡田 啓・山本 徹・越智久尚・中村洋子

○全国公害研協議会中四国支部第6回水質部会

1979. 10 山口市

工場排水におけるリン分析法の検討及びリン濃度について

二宮順一郎・御手洗清・亀岡貫太郎・楠 憲一・
浅野淑子

内容 本誌掲載

MIBKを抽出溶媒としたアルキルベンゼンスルホン酸塩の吸光光度定量法

浅野淑子・御手洗清・楠 憲一・二宮順一郎・亀岡貫太郎

内容 本誌掲載

○第6回全国公害研協議会中国四国支部水質部会

1979. 10 山口市

水域におけるステロールの分析(第II報)

一し尿汚染の指標としての有効性一

越智久尚・岡田 啓・林 弘・篠崎由紀

人畜汚染の指標物質として、ステロールの有効性を第I報に続き追加検討した結果を報告した。

○第6回環境保全・公害防止研究発表会

1979. 12 環境庁

肱川水系におけるステロールの分析

林 弘・岡田 啓・越智久尚・篠崎由紀

肱川水系のコレステロール、コプロスタノールを分析することにより、この水系の汚染は、牛豚よりも人間の寄与するところの大きいことが、推定できた。

○第6回環境保全・公害防止研究発表会

1979. 12 環境庁

水中フェノール類の分析法の検討

楠 憲一・御手洗 清・浅野淑子・二宮順一郎・
亀岡貫太郎

内容 本誌掲載

人、

岡田啓氏は、公害技術センターの前身である公害研究所設立当時から当センター発展の為御尽力頂き、今春約34年間の公務員生活を退職されました。研究職約22年間の研究歴を語っていただきました。

『愛媛県に在勤の約65%は研究職であったところから、研究業績を整理してみると、1955年以降45編となる。そのうちで、自分乍らに最大の労作と思うのは「愛媛県のレプトスピラ症」である。本症はフィラリア、肺ジストマと共に愛媛の三大風土病といわれ最初に解明された調査研究である。研究は昭和28年から34年までの7年間に亘り、岡山大学医学部微生物学教室員として当時の医学部長村上学教授、東大農学部山本侑太郎教授の御指導を受けた。昭和34年4月にはこれを主論文として医学博士を拝受するに致った。

その他特異な発表としては、「Pan thera Leo Linnoensの甚だ稀有なる一奇型(胃内心臓)」であり、最近のものとしては、「瀬戸内における環境バックグラウンド地図の作成(地質構造区分に伴う微量重金属の事例から)」である。研究業績といっても行政機関の中であれば、私としては僅かにスポットライトをあてた程度であり、多くの先輩や同僚に名を連ねているのみで、その点退職にあたり改めて、これらの方々に深甚の感謝を心より捧げる次第である。

二 題

峯越ゆる雲のかげりを追う端居

秋日射高波ごとの子等の声

愛媛県公害技術センター所報

第 2 号

昭和55年 3 月発行

編集発行所 愛媛県公害技術センター
松山市三番町8丁目234番地 (〒790)
電 話 松山 (0899) 21-3900

印刷所 アマノ印刷有限会社
松山市東石井町172番地4
電 話 松山 (0899) 56-2442
