

クロロホルムによるVOC測定用超純水の汚染事例

橋本 和久 石村 勝之 末田 義博

はじめに

地下水中の揮発性有機化合物(Volatile Organic Compounds)を測定する際に使用する水は、測定時のブランクとして、また、標準溶液調製用水、希釈水として重要な役割を持っている。このため、VOCの測定に当たっては、測定対象のVOCを極力含んでいないことが条件となる。当所では従来よりナチュラルミネラルウォーター「Volvic」という鉱泉水を使用していたが、現在は、日本ミリポア社の超純水製造装置の導入により、この装置で生成される超純水(ミリQ水)を使用している。

ミリQ水は、無機物、有機物、微粒子や微生物といった不純物をほとんど含んでいないため、逆に周囲の環境の影響を受けやすい傾向にある。

今回、クロロホルムによりミリQ水が汚染された事例を経験し、汚染源の調査を実施したので、これを報告する。

方法

1 調査対象

次の6種類の水について調査を実施した。図1に超純水製造装置及び調査対象とした場所を示す。

- ① 蒸留水 (アドバンテック GSH-200)
- ② ミリQ水 (日本ミリポア社 Milli Q)¹⁾
- ③ ミリQ水(EDS-Pak²⁾をはずして採水した)
- ④ EDS-Pak 経由ミリQ水(VOC測定時、ブランクとして使用)
- ⑤ ナチュラルミネラルウォーター(Volvic(ミリQ水導入以前にブランクとして使用))
- ⑥ EDS-Pak 経由ミリQ水(EDS-Pakをメタノール(残農用5000)200mlで洗浄)

2 分析装置及び条件

ガスクロマトグラフ質量分析計:

Shimadzu GC/MS QP2010plus

ヘッドスペース装置:

Perkin Elmer Turbomatrix HS 40

測定は、上水試験方法の揮発性有機化合物の分析方法³⁾によった。分析条件を表1に示す。

結果と考察

6種類の水の測定結果を表2に示す。①の蒸留

表1 分析条件

カラム	Supelco VOCOL 60m x 0.32mmID 1.8μm
昇温条件	40°C(1min) 5°C/min 90°C 12°C/min 220°C
イオン源	200°C
イターフェース	230°C
検出器	EI
検出方法	SIM

水では、室内環境由来の影響のために、クロロホルム、ベンゼン及びトルエンの値が高かったが、それに比較して、④の試料ではベンゼン、トルエンといった環境由来の化合物は検出されていなかったが、クロロホルムが①蒸留水の70倍近くの濃度で検出された。これは⑤のナチュラルミネラルウォーターの約1100倍であった。又、②、③、⑥のミリQ水では検出されなかった。EDS-Pakを



図1 超純水製造装置

- ② ミリQ水 (日本ミリポア社 Milli Q)
- ③ ミリQ水(EDS-Pakをはずして採水した)
- ④ EDS-Pak 経由ミリQ水(VOC測定時、ブランクとして使用)
- ⑥ EDS-Pak 経由ミリQ水(EDS-Pakをメタノール(残農用5000)200mlで洗浄)

表2 6種の水の測定結果

(面積)

化合物名	①	②	③	④	⑤	⑥
CH ₂ Cl ₂	-	4850	142	308	-	-
CHCl ₃	3472	-	-	235375	207	-
Benzene	2634	-	216	203	168	-
Toluene	2268	479	711	597	447	480
m,p-xylene	382	233	199	167	352	158

- ① 蒸留水 (アドバンテック GSH-200)
- ② ミリ Q 水 (日本ミリポア社 Milli Q)
- ③ ミリ Q 水(EDS-Pak をはずして採水した)
- ④ EDS-Pak 経由ミリ Q 水(VOC 測定時、ブランクとして使用)
- ⑤ ナチュラルミネラルウォーター(Volvic(ミリ Q 水導入以前にブランクとして使用))
- ⑥ EDS-Pak 経由ミリ Q 水(EDS-Pak をメタノール(残農用 5000)200ml で洗浄)

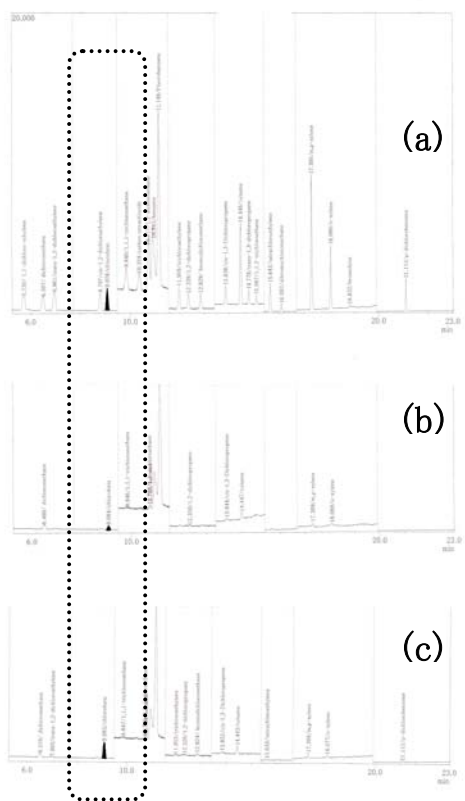


図2 TIC

- (a) std 0.2ppb
- (b) blank
- (c) クロロホルムで汚染された blank

経由したものからだけクロロホルムが検出された。このことから、EDS-Pak がなんらかの原因でクロロホルムによる汚染を受けたと考えられた。そこで、汚染されたと考えられた EDS-Pak をメタノールを使用してメーカー指定の方法で洗浄し、測定したところ、クロロホルムは検出されなかった。EDS-Pak の採水口には環境からの揮発性物質の侵入を防ぐためにキャップをするようになっているが、採水時にキャップがはずれており、又、試験前日に隣室及び上階の試験室でクロロホルムを大量に使用していたことから、室内環境が汚染され EDS-Pak が汚染されたと考えられた。

汚染の削減対策として、室内に VOC を置かず、発生させず、持ち込まないことが重要と考えられた。さらに超純水の EDS-Pak 採水口の栓を確実に締めることも重要と考えられた。

文 献

- 1) 日本ミリポア Milli Q 説明書
- 2) 日本ミリポア EDS-Pak 説明書
- 3) 上水試験方法 2001 日本水道協会 2001