

# 硫黄系悪臭物質のGC-MSによる分析法の検討

鎌形香子 中西基晴

## 1 目的

千葉県では春から秋にかけて海風時に東京湾沿岸地域に原因不明の異臭が発生し、問題となっている。県ではこれを東京湾沿岸広域異臭とし、昭和 59 年から沿岸市の協力を得て異臭発生時の情報収集や情報提供及び発生原因の究明等につとめてきた。

この発生原因究明のためには、異臭成分の分析が不可欠である。悪臭原因物質の種類は多岐にわたるが、当センターでは、ガス臭の主要な原因物質である硫黄系悪臭物質の分析がこれまで不可能であった。このため、今回新たに硫黄系悪臭物質を対象とし、GC-MS で分析可能な試料導入法及び分析条件の検討を行った。

## 2 方法

### 2・1 対象物質

硫化水素

メチルメルカプタン

エチルメルカプタン

硫化ジメチル(DMS)

二硫化ジメチル(DMDS)

実験には上記物質のボンベ詰め標準ガス

(各 5 ppm) を用いた

### 2・2 使用装置

試料導入装置として TCT を、分析機器として GC-MS を用いた。表 1 に TCT の試料導入条件を、表 2 に GC-MS 分析条件を示す。

表 1 TCT試料導入条件

ロッド温度	: 240 °C
トラップ管	: Pora PLOTQ 0.53 mm i.d. df = 20 µl
トラップ管冷却温度	: -160 °C
予冷時間	: 3 min
酸素パージ	: 15 ml/min He 2min
濃縮時流量	: 25 ml/min
注入時間	: 1 min
注入温度	: 230 °C

表 2 GC-MS分析条件

分析装置	: GC HP6890 MS HP5973
カラム	: SPB-1 60 m × 0.32 mm df = 5.00 µm
カラムヘッド圧	: 72 kpa
キャリアーガス	: He
オープン温度	: 40 °C (2 min) 40 °C → 240 °C (at 10 °C/min) 240 °C (10 min)
イオン源温度	: 250 °C
イオン化電圧	: 70 eV
モニターイオン	: Scan (30 · 270)

### 2・3 検討内容

今回対象にしている硫黄系悪臭物質は低沸点であるため、常温吸着では捕捉不可能と考えられる。現在当センターで使用している低温濃縮装置であるATDを用いて予備実験を行ったところ、メチルメルカプタンが濃縮管内のカーボン系捕集剤で分解されて分析不可能であることが確認された。従って、カーボン系以外の捕集剤を使って濃縮することが必要と考えられたため、TCTの濃縮管への試料の直接導入法を検討し、図1に示した分析装置の開発を行った。

大気試料の分析装置への濃縮導入の手順は以下の通りである

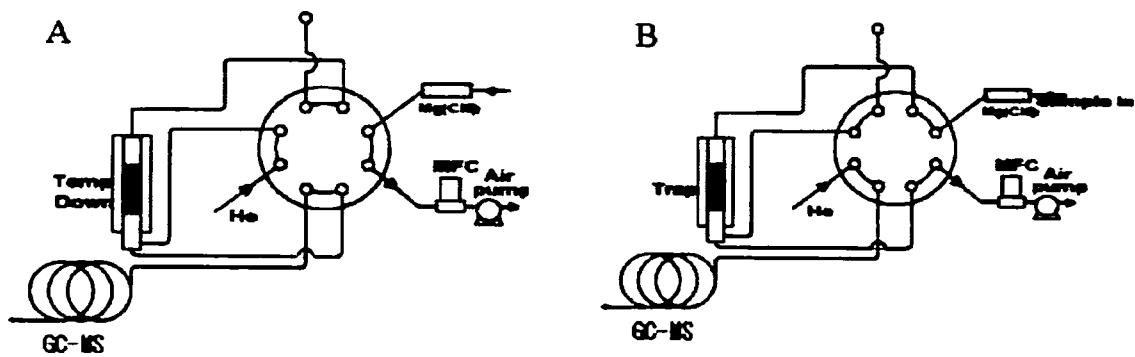
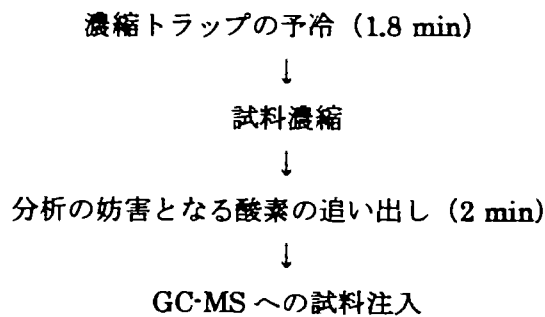


図1 分析装置の概略図 (A: 予冷時 B: 試料濃縮時)

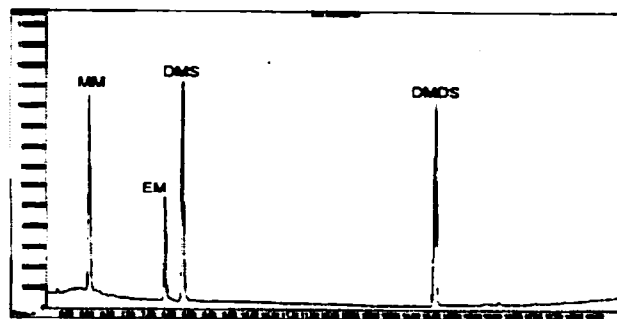


図2 クロマトグラム

### 3 結果

図2にクロマトグラムの一例を示す。メチルメルカプタン、エチルメルカプタン、DMS、DMDSについてはピークが確認できたが、硫化水素については微弱なピークが確認されたのみであり、濃縮管での分解もしくは破過の可能性はある。

### 4 今後の課題

今後は検量線の作成など、実試料分析に向けた準備に取り組みたい。更に、硫化水素の分析が可能な条件の検討も引き続き行っていく予定である。