

があり現在十分な解決が与えられていない。

現在の澱粉製造工程ではスラッジの利用としてクエン酸酵素への利用など、限られた分野以外は実施が困難であり、脱汁方式など排出される糖、蛋白等が利用しやすい澱粉製造工程の開

発が先決問題である。

したがって、澱粉製造工程の開発とともに、澱粉企業そのものの近代化、多角化など近代企業としての発展が、公害防止技術上からも望ましいことである。

### 3. 2. 2 热分解ガスクロマトグラフィによる紬加工用糊料の分析についての一考察

田畠 一郎

#### 1 まえがき

鹿児島県の重要な特産品のひとつに大島紬がある。この紬の加工工程に種々の糊料が用いられており、これらの糊料が製品の品質に大きな影響をおよぼすことが考えられる。

これらの糊料は複雑な加工工程の各段階に応じてそれぞれ適当なものが選択的に使用されている。その使用上の適否を把握するために各糊料の特性を知る必要がある。これらの糊料の物性については色々な角度から検討されているのでここでは数種の糊料を  $N_2$  気流中で熱分解しその発生ガスをガスクロにかけ各々のクロマトグラムのパターンを比較し糊料を分類することを試みた。

まずははじめに糊料を熱分解しガスクロ測定のための最適条件をみいだすことからはじめ、次にその条件で数種の糊料について熱分解を行った。

なお、ふのりなどの糊料と比較の意味で糊料としては使用されないがアサクサノリ等も参考のために測定した。

#### 2 実験方法

試料 4~5 mg を白金製分解ボートに秤量し分解温度と分解時間とを変えて各々のクロマトグラムをとり最適な測定条件を選びこの測定条件で数種の糊料についてそれぞれのクロマトグラムを比較した。なお各時間および各温度における分解量を重量%で表わしその量がクロマトグラムにどのように影響するかを検討した。

測定条件は次のとおりである。

- 1) 使用機種：島津製作所製 GC—I C型  
自動昇温 热分解装置付
- 2) カラム：PEG—6,000, 25%, Shima  
lite 30~60mesh ステンレス  
製 3 mm, 2.625m
- 3) キャリアガス： $N_2$  40 ml/min
- 4) 検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)  
 $H_2$  40 ml/min

最適測定条件選定用試料にはCMCを用い試料として、5種類の Locust-bean 系糊料を用いた。

#### 3 実験結果および考察

表1 热分解ガスクロマトグラム測定条件

試料	分解条件		分解量 (%)	カラムの温度			図	実験番号
	温度 (°C)	時間 (秒)		50°C	3分保持	4°C/min		
CMC	300	30	56.5	50°C	3分保持	4°C/min	→160°C 8分保持	1
	"	45	54.0		"			② 2
	"	60	54.6		"			3
	450	10	28.3		"			② 4
	"	15	60.9		"			③ 5
	"	30	66.0		"			6
	"	30		90°C	4°C/min	→160°C 8分保持		7
	"	30		2°C/min →110°C	4°C/min →130°C	6°C/min →160°C	8分保持	④ 8
	"	30		3分保持	6°C/min →120°C	10°C/min →160°C	5分保持	9
	500	5	15.2	50°C	3分保持	4°C/min	→160°C 8分保持	10
	"	10	63.1		"			⑤ 11
A	450	15	62.5		"			⑥ 12
"	30	65.9			"			⑦ 13
B	30	72.0			"			⑧ 14
C	15	61.0			"			⑨ 15
D	15	50.0			"			⑩ 16
E	15	62.5			"			⑪ 17
F								18
G								19

表1の中の実験番号2のクロマトグラムを図1に、以下4を図2、5を図3、8を図4、11を図5に試料のそれを以下同様に12を図6、…17を図11に示した。

図1をみると保持時間が5分ぐらいまでに現われるピークの分離が悪くこれは分解温度が低いためと考えられる。またこの分解温度(300°C)では分解時間が30秒以上となっても分解量に大きな差はないことがわかった。

図2および図3より分解温度一定では分解時間の差がはっきりわかる。

つぎにカラムのスタート温度および昇温速度を変化させてクロマトグラムをかかせてみた。実験7、8、9がそれで図4にみられるようにスタート温度を90°Cと高くすると5分以内に現われるピークの分離が悪くこの温度(90°C)でスタートすることは不適当と考えられる。

実験7も8と同様であった。

実験9のように50°Cでスタートし途中の昇温速度を変化させても比較的おそらく現われるピークに大きな変化はみられなかった。

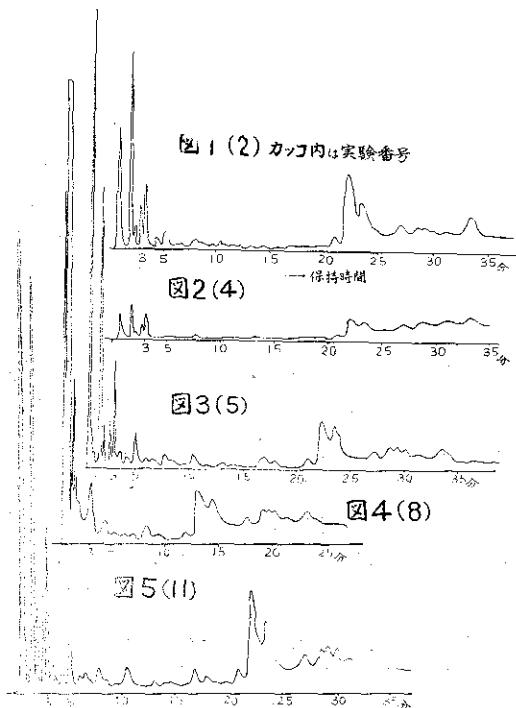
分解温度をさらに高くして500°Cとし分解を行ったのが実験10および11で図5(実験11)にその例を示した。この場合300°C、450°Cと比べて当然分解速度は大きくなると考えられるので分解時間を300°C、450°Cに比べて細かく検討する必要があると考えられる。実験10はその時間を5秒と短かく選びクロマトグラムを得たが5分以内に微小なピークがみられただけで不完全なクロマトグラムとなった。このことは分解量も少なく15%程度の分解しかなされていないことからも当然と考えられる。実験11では10秒としたがこれは実験5(図4)および6と同様な結果がえられた。

以上のことから分解温度、分解時間、分解量等を考慮し実験5または6の条件が最も適当で

はないかと考えられたので試料については実験5および6の条件で行うこととした。

実験に供した試料はA, B, C, D, Eの5種類であるが実験12および13では試料Aで分解時間だけを15, 30秒と変化させてピークの高さの変化をみたが同じようなクロマトグラム図6および7がえられた。

そこで5種類の試料のクロマトグラムを比較してみると保持時間( $R_t$ )10分以上(カラム温度 $78^{\circ}\text{C}$ 以上)のところのピークはどの試料についても大きな差はないがスタートから10分間( $50^{\circ}\text{C} \sim 78^{\circ}\text{C}$ )に現われるピークについてはA, Dは他と異なりB, C, Eは比較的似たピークを示していることがわかる。しかしこれらB, C, Eのピークも細かくみるとそれぞれ特徴があるので全く同じものとはいえない。



#### 4 あとがき

熱分解によって生ずるガスの組成は非常に複雑で分解温度、分解時間、ふん囲気等でもかなり異なったものになると考えられるので、分解によって生じたガスをガスクロマトグラフィによって完全に同定することはかなり困難な場合が多いと思われる。

しかし糊に起因すると思われる事故やクレーム等もあり判定に苦労する場合が多いが、このような場合熱分解ガスクロマトグラフがかなり有力な手段となる可能性が十分考えられるであろう。

天然糊料としてフノリなどが大島紬関係で広く使用されるが、その品質の鑑定にもこの手段が利用出来る可能性も考えられ今後このような方面についてさらに検討を行なう予定である。

図6(12)

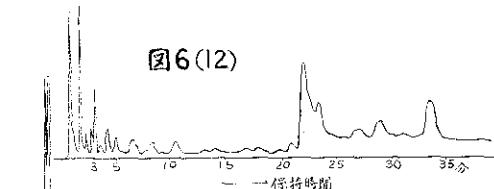


図7(13)

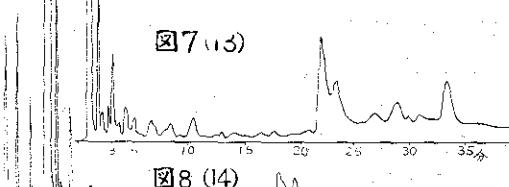


図8(14)

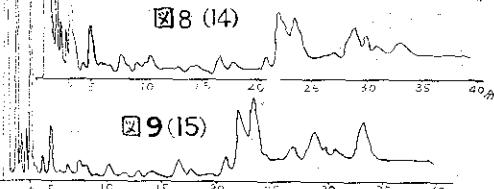
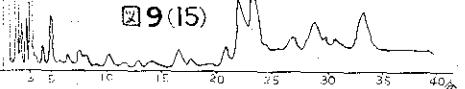
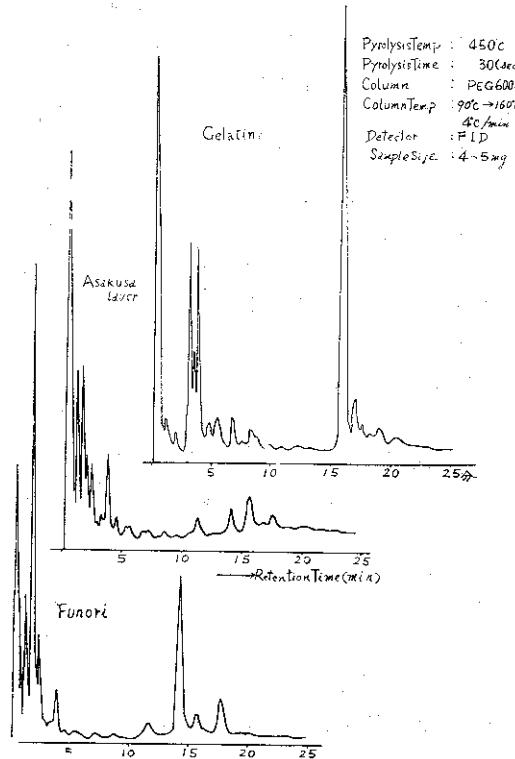
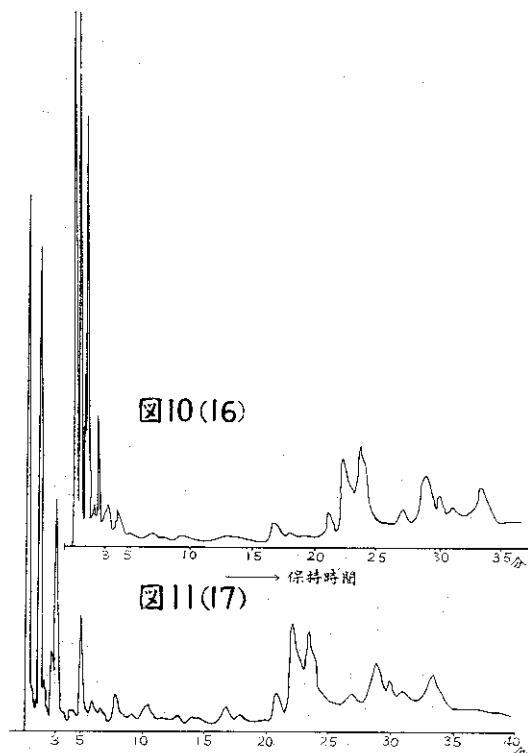


図9(15)





### 3. 2. 3 1KP工場の廃水の水質

蓑 輪 迪 夫

#### 1 まえがき

川内市において昭和29年にC社のパルプ工業川内工場が設立され操業を開始してより川内川へその工場廃水を排出し現在にいたっているがその間イグサ組合よりイグサが枯れる、また附近の漁協からは廃液のため川魚が減少し、また臭いため魚を市場に出しても売れないなど種々の苦情が出され、いわゆる公害として問題となって来ている。

昭和43年度には経済企画庁により川内川水系の概況調査がなされ、今後の調査などと相まって、水質保全法による水域指定も考慮されるべき段階に来ていると考えられる。

当試では以前より同工場の排出水の分析を行って来ており今後も継続する予定であるが一応現在までの分析結果をまとめて報告する。

#### 2 廃水排出の状況

同工場は蒸解液として苛性ソーダーと硫酸ソーダーを使用するいわゆるクラフトパルプ工場でサラシパルプおよび未サラシパルプおよびク

ラフト紙、印刷用紙などを製造している。また同じ敷地に廃セメントの回収利用を行なっているC化学がある。

用水は川内川より取水し水量は約12万4千m<sup>3</sup>/日で廃水もほぼ同量を排出している。

廃水の系統および処理施設の概略を図1に示す。廃水は大別して原質系（パルプ製造関係、

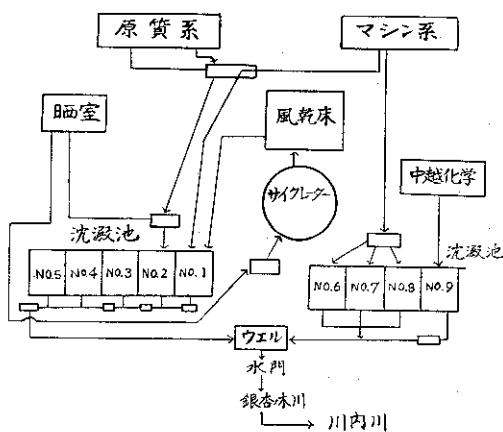


図1 Cパルプ川内工場廃水処理概略図