

ノルマルヘキサン抽出物質の採取容器と分析方法の検討

横山智子

1 はじめに

ノルマルヘキサン抽出物質（以下、n-Hex）の採水においては、昭和49年9月30日環境庁告示第64号の付表4（以下、告示）によって、採水容器として容量1～5 Lの共栓付き広口ガラス瓶又はガラス製共栓付き広口三角フラスコが規定されている。しかしながら、容量が大きく重量のあるガラス瓶を使用することは、現場での採水・運搬等の取扱いに注意を要するだけでなく、分析においても分析操作誤差の要因になりやすい等の課題があった。そこで、他の分析項目の採水にも使用されているポリビンを使用することについて検討した。

また、n-Hexの分析において、しばしば分析者を悩ませるのがエマルションの形成である。JIS K0102の24.3（ヘキサン抽出物質）の注記19によれば、塩化ナトリウム（以下、NaCl）及び硫酸ナトリウム（以下、芒硝）を添加すると多少改善されるとある。そこで今回、界面活性剤の混入している試料について塩がエマルションの改善に与える効果を検討した。

2 調査方法

2・1 採水容器の違いによる影響

n-Hexの分析において、容器による有意差があるかどうかを調べるため繰り返し分析を行った。採水容器として2 Lの共栓付き広口ガラス瓶と2 Lの広口ポリビンを用いた。油脂分として植物油と機械油を用い、純水1.5 Lに油脂分が10 mg/Lとなるようにそれぞれ添加し、告示にしたがってメチルオレンジを指示薬として塩酸で微酸性としたものを試料として用いた（図1）。分析は各試料7回¹⁾ずつ、計28検体について、告示にしたがってn-Hexの分析を行い、回収率を求めた。



図1 分析試料

2・2 塩のエマルション改善効果

容器として2 Lの広口ポリビンを用いた。純水1.5 Lに油脂分が5,000 mg/Lとなるように植物油を添加し、さらに洗剤が2,000 mg/L（原液5倍希釈）となるように添加したもの（コンビニエンスストアの排水を想定²⁾）を試料とした。作成した試料は、①塩の添加なし、②試料+NaCl 50 g、③試料+芒硝 50 g、④試料+NaCl 50 g+芒硝 50 gとし、告示にしたがってメチルオレンジを指示薬として塩酸で微酸性とした。それぞれの試料について告示にしたがってn-Hexの分析を行い、回収率を求めた。

3 結果と考察

3・1 採水容器の違いによる影響

植物油を用いてn-Hexの繰り返し分析を行い、回収率を求めた。その結果を表1に示す。同様に機械油を用いた場合の回収率の結果を表2に示す。

表1と表2の結果を基に採水容器による回収率の差が統計的に有意であるかを確かめる³⁾ため、一対の標本による平均のt検定として、有意水準5%で両側検定を行った。その結果、表3に示すように植物油の場合は $|t| = 0.917 < t(6,0.05) = 2.447$ であり、表4に示すように機械油の場合は $|t| = 0.678 < t(6,0.05) = 2.447$ でいずれにおいても有意差は認められなかった。

表1 植物油の回収率

植物油	ポリビン	ガラス瓶
1	98.6%	93.5%
2	97.4%	97.9%
3	83.8%	89.1%
4	87.8%	96.1%
5	91.0%	87.8%
6	98.0%	88.4%
7	99.2%	90.4%
平均	93.7%	91.9%

表2 機械油の回収率

機械油	ポリビン	ガラス瓶
1	90.9%	86.4%
2	90.2%	94.7%
3	89.4%	89.4%
4	90.7%	91.3%
5	93.1%	93.1%
6	91.9%	93.7%
7	87.5%	90.0%
平均	90.5%	91.2%

表3 植物油のt検定結果

植物油	ポリビン	ガラス瓶
平均	0.936985	0.918855
分散	0.003766	0.001592
観測数	7	7
ピアソン相関	0.534914	
仮説平均との差異	0	
自由度	6	
t	0.916659	
P(T<=t) 両側	0.394672	
t 境界値 両側	2.446912	

表4 機械油のt検定結果

機械油	ポリビン	ガラス瓶
平均	0.905341	0.912442
分散	0.000315	0.000826
観測数	7	7
ピアソン相関	0.365664	
仮説平均との差異	0	
自由度	6	
t	-0.67794	
P(T<=t) 両側	0.523079	
t 境界値 両側	2.446912	

3・2 塩のエマルジョン改善効果

塩の添加による回収率の結果を表5に示す。表5より、塩を添加しないときに比べていずれも塩を添加したときの方が回収率が上がっていることがわかった。また、図2に振とう後1日静置したときの様子を示す。塩の添加がなかった場合には振とう後にエマルジョンが解消せず(図2の左端①)、分離が困難であったが、塩を添加した場合にはエマルジョンが解消され(図2の②~④)、界面がはっきりしていた。

表5 塩の添加による回収率結果

塩の添加	回収率
①添加なし	83.2%
②NaCl 50g	90.4%
③芒硝 50g	90.6%
④NaCl 50g+芒硝 50g	91.2%



図2 振とう後、1日静置した様子

4 おわりに

n-Hexの繰り返し分析を行い、t検定を行った結果、植物油と機械油のいずれを用いた場合も採水容器による有意差は見られなかった。このことから、n-Hexの採水には現場での安全性と取扱いの観点からポリビンを使うことは有用である。また、分析する際にも取扱いの観点からポリビンは有用である。

n-Hexの分析において、塩を添加することにより、エマルジョンの改善が見られた。塩の種類はNaClと芒硝のいずれにおいても効果が見られた。今回、塩がエマルジョンの改善に与える効果については、1回ずつの分析結果であり、今後繰り返し分析を行うことによって改善効果の程度及び適切な添加量等を調べる必要がある。

引用文献

- 1) 環境省：化学物質環境実態調査実施の手引き(平成20年版)
- 2) 横山智子, 藤村葉子, 竹本直, 大石壮一郎, 吉田俊洋, 小島博義：小規模事業場排水におけるシンク設置型阻集器の油脂分除去性能。用水と廃水, 56(3), 197~205(2014)。
- 3) Gory D.Christion(原口紘丞 監訳)：クリスチャン分析化学I.基礎編。原書6版, 丸善株式会社, 478pp.(2005)。