〔資　料〕

排水処理中間水におけるヘキサン抽出物質の測定精度について

石川県保健環境センター　環境科学部　井上　和幸・中山　哲彦

〔和文要旨〕

ヘキサン抽出物質における測定精度を検討するため排水処理工程の中間処理水を用いて，様々な条件下でヘキサン抽出物質の測定を実施した。その結果，抽出操作において妨害となるエマルジョンは，加熱還流法により取り除くことができた。また，乾燥時間を長くすれば測定値が低くなる結果となり，乾燥時間は測定結果に大きく影響を与える結果となった。なお，測定結果3.8～6.7mg/Lに対して，変動係数は18～27％であった。

キーワード：ヘキサン抽出物質，排水，精度

1　はじめに

工場及び事業場からの排出水には，水質汚濁防止法により，ノルマルヘキサン抽出物質含有量の許容限度及び検定方法が定められている。

石川県ではこれらの工場及び事業場に対し排水基準監視を行っているが，排水試料の分析は当センターが実施している。その一項目としてヘキサン抽出物質（油分）についても上記検定方法により実施しているが，分析を実施する上で以下の問題がある。

（1）ヘキサン抽出物質は，一般的に排水中均一に分散していないため，採水方法により分析値のバラツキが生じやすい傾向がある。

（2）抽出操作の際に，界面に強くエマルジョン層が生起され，明瞭な境界面ができないことがある。このエマルジョンを除去するための対策が必要となる。

このうち，（2）のエマルジョン除去対策としては，文献等から次のア）～カ）の対策が考えられる。

ア）塩化ナトリウム又は硫酸アンモニウムを加えて還流する方法（JIS K0102）

イ）加熱還流法（JIS K0102）

ウ）ソックスレー抽出法（JIS K0102）

エ）硫酸アンモニウム添加法[1)]

オ）エタノールによる分解[2)]

カ）濃硫酸による分解[2)]

しかし，上記いずれの方法も，一般的な対策となるものはなく，試料毎に個別対応しているのが実情である。

そこで，今回，ヘキサン抽出物質の測定精度及びばらつきの要因になると考えられる試験操作の影響に対する効果を把握するため，エマルジョンが生成されやすく，ヘキサン抽出物質が相当程度に含まれると考えられる排水処理工程の中間処理水を試料とし，エマルジョンの対策法，検体のバラツキ，塩酸（1＋1）を加えるまでの時間及びその量，抽出容器の種類及び浸とう時間による測定結果の影響，及び乾燥時間による測定結果の影響を調べ，ヘキサン抽出物質の測定結果に対する影響の度合いを調べた。

2　実験方法

2・1　試料

実験は，平成21年11月20日，試験操作の影響を把握するための試料として，県内のある事業場内の排水処理工程１及び２における中間処理水（汚泥を多量に含む。）を採水した（以下，それぞれ「処理水Ａ」，「処理水Ｂ」という。）。また，平成21年12月３日には，測定精度を把握するための試料として，同工程１及び２の中間処理水（汚泥を多量に含む。）（以下，それぞれ「処理水Ｃ」，「処理水Ｄ」という。）も採水し，これらＡ～Ｄの４検体を

An Accuracy of Measurement about Hexane Extracts in Some Wastewater. *by INOUE Kazuyuki and NAKAYAMA Tetsuhiko*（*Environmental Science Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science*）

Key words : Hexane extracts, Wastewater, Accuracy

表１　各処理水の水質

項目	処理水A	処理水B
ｐＨ	7.9	8.5
ＢＯＤ　（mg/L）	2300	51
ＳＳ　（mg/L）	450	210

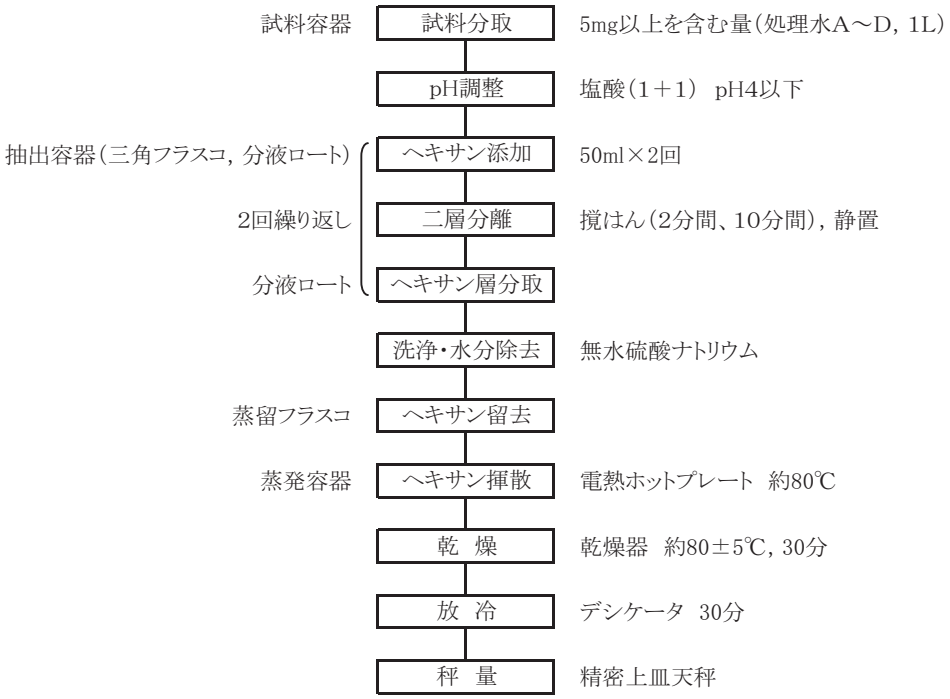

図１　ヘキサン抽出物質の操作フロー

試料とした。

なお，採水は，試料の均一性確保のため，処理水をいったんポリバケツに採取した後，柄杓でよく攪拌しながら試料容器に採取した。　処理水Ａ及びＢの水質を表１に示す。

２・２　分析方法

ヘキサン抽出物質の測定は，「排水基準を定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法」（昭和49年環境庁告示64号）付表４「ノルマルヘキサン抽出物質含有量の検定方法」により実施した。その操作フローを図１に示す。

表２　エマルジョンの対処法による
ヘキサン抽出物質測定結果の影響　　単位：mg/L

対処法	処理水A	処理水B
対処なし	8.8	1.3
加熱還流法	13.0	1.7
ソックスレー抽出法	13.5	0.6

３　結果と考察

３・１　エマルジョンの対処法

懸濁物質が多く，BODが高い排出水には安定なエマルジョンを生じさせるタンパク質類が多量に含まれることがあり，これから生成される安定なエマルジョンの対処法としては加熱還流法又はソックスレー抽出法が適当であると考えられる。そこで，処理水Ａ及びＢを用いてそれぞれの対処法によるヘキサン抽出物質の影響を検討した。その結果を表２に示す。

その結果，処理水Ａでは「対処なし」が，処理水Ｂでは「ソックスレー抽出法」の測定結果がその他の結果と比べて低い値となった。これらの原因として検体採取に起因するばらつきや操作上生じたロスが考えられる。

また，それぞれ操作の際に，二層を加熱した段階でエマルジョンが消失することが確認されたため，今回の試料では，エマルジョンの対処法として加熱還流法が最適であると考えられた。以下の検討の際には，加熱還流法によるエマルジョンの除去を実施した。

３・２　検体のばらつき

また，ヘキサン抽出物質の併行精度を検討するため，処理水Ｃ及びＤを用いてヘキサン抽出物質を測定した。その結果を表３に示す。

表３　ヘキサン抽出物質の併行精度

単位：mg/L

項目		処理水C	処理水D
測定結果（mg/L）	1	2.8	5.5
	2	2.9	5.7
	3	3.2	6.0
	4	3.8	7.1
	5	4.6	7.4
	6	5.3	8.7
平均（mg/L）		3.8	6.7
標準偏差（mg/L）		1.0	1.2
変動係数（%）		27	18

表４　採取から塩酸（1＋1）を加えるまでの時間及びその量による ヘキサン抽出物質測定結果の影響

単位：mg/L

処理水		処理水A		処理水B	
加えた塩酸（１＋１）の量		1.1mL	2.8mL	0.2mL	1.1mL
時間（場所）	採水直後（現地）	13.8	10.2	0.8	1.5
	２時間30分後（試験室）	13.0	8.9	1.7	1.8

処理水Ｃの測定値の平均は3.8mg/L及び処理水Ｄでは6.7mg/Lを示し，変動係数はそれぞれ27％，18％を得た。これは，処理水Ｃ，Ｄともに，若干の汚泥が含まれており，かつ，油分は均一試料を得ることが難しいため高い変動係数の値となったと推察される。

３・３　採取から塩酸（1＋1）を加えるまでの時間及びその量

処理水を採取してから塩酸（1＋1）を加えるまでの時間による影響を調べるため，処理水Ａ及びＢを用いて現地にて処理水を採取した直後に塩酸（1＋1）を加えた場合と，試料水を試験室に持ち帰って（採水して２時間30分後），塩酸（1＋1）を加えた場合による測定結果の差異を調べた。また，試料水には汚泥が含まれており，汚泥の緩衝能が試料水のpHに影響を及ぼすと考えられたため，pH４（メチルオレンジの変色域）にした時の塩酸（1＋1）の量と，その2.5～5.0倍量の塩酸（1＋1）を加えた場合による測定結果の差異を調べた。その結果を表４に示す。

これによると，塩酸（1＋1）を加えるまでの時間及びその量による差は見られたが，処理水Ａ及び処理水Ｂに共通する傾向はみられなかった。したがって，検体採取に起因するばらつきが強いと考えられ，それぞれの影響は確認できなかった。

３・４　抽出容器の種類及び浸とう時間による測定結果の影響

抽出容器として１Ｌ分液漏斗，２Ｌ分液漏斗及び３Ｌ三角フラスコを用いて，処理水Ａ及びＢを２分及び10分浸とうした場合における結果の影響を調べた。その結果を表５に示す。

これによると，抽出容器の種類，浸とう時間による差は見られたが，処理水Ａ及び処理水Ｂに共通する傾向はみられなかった。したがって，検体採取に起因するばらつきの影響が大きいと考えられ，それぞれの影響は確認できなかった。

３・５　乾燥時間による測定結果の影響

乾燥時間による測定結果の影響を調べた。その結果を表６に示した。

これによれば，一晩乾燥すると，乾燥時間を30分とした場合に比べて処理水Ａのヘキサン抽出物質は52％，処理水Ｂでは64％と低い値を示した。したがって，測定結果は乾燥時間に大きく影響されると考えられる。

４　まとめ

（1）今回の試料（処理水Ａ～Ｄ）では，エマルジョンの対処法については，加熱還流法が最適であると考えられた。

（2）今回使用した排水処理工程の中間処理水におけるヘキサン抽出物質の測定結果は，乾燥時間を長くすれば測定値が低くなる結果が得られた。

（3）処理水Ｃ，Ｄについてヘキサン抽出物質測定の併行精度を測定したところ，平均値3.8mg/L，6.7mg/Lに対して，変動係数は18％，27％であった。これは，処理水Ｃ，Ｄともに，若干の汚泥が含まれており，かつ，油分は均一試料を得ることが難しいためであったと推察される。

文　　献

1）五十嵐繁：除害施設排水中のヘキサン抽出物質測定におけるエマルジョン除去－硫酸アンモニウムによる塩折効果－，水処理技術，**23**（12），23-26（1982）

2）群馬県衛生公害研究所：ノルマルヘキサン抽出物質分析の精度管理実施結果，群馬県衛生公害研究所年報，**21**，144-147（1989）

表５　抽出容器の種類及び浸とう時間によるヘキサン抽出物質測定結果の影響

単位：mg/L

処理水		処理水A		処理水B	
浸とう時間		２分	10分	２分	10分
抽出容器	１Ｌ分液漏斗	8.4	13.0	1.9	1.7
	２Ｌ分液漏斗	14.6	17.1	1.4	1.7
	３Ｌ三角フラスコ	－	12.2	－	1.4

表６　乾燥時間によるヘキサン抽出物質測定結果の影響

単位：mg/L

乾燥時間	処理水A	処理水B
30分	12.0	1.4
一晩	6.3	0.9