

n-ヘキサン重量法の油汚染土壌への適用性

東洋大学大学院      学生員    ○上羽   康友  
東洋大学工学部      正会員    加賀   宗彦  
東洋大学大学院      学生員    吉田   直人

1. はじめに

近年、環境問題への意識の高まりとともに、油で汚染された土壌・水質も規制の対象となってきた。油は用途に応じて様々な油製品として大量に生産され社会に供給されている。また、油は多数の事業所で使用されており、土壌・水質汚染発生の可能性は高いと考えられるが、油汚染の環境基準値はベンゼンに関してのみ設定されており、他の油で汚染された土壌や水については基準値が設けられていないのが現状である。また、検出方法、処理方法等も明確な規定はない。そこで本研究では容易におこなうことが可能な n-ヘキサンを用いた重量法で土壌に含有する油の検出が可能か否かを検討した。

2. 検出方法

2.1 水に含有する油の検出方法

本研究で用いた検出方法は JIS K 0102<sup>1),2)</sup>に準拠したものである。図-1 は検出操作のフローである。なお、①～⑩の番号は検出操作の流れであり、図-1 に対応している。

①試料容器から溶液試料を抽出容器に移す。②メチルオレンジ指示薬数滴を加え、③溶液が赤色になるまで塩酸を加える。④試料容器を n-ヘキサンで洗い、洗液を抽出容器に入れる。内容物を約 10 分間攪拌した後、水層と n-ヘキサン層を分離させる。この状態の模式図を図-2(W)に示す。⑤抽出容器から水層の大部分を試料容器に抜き出し、⑥残った n-ヘキサン層と少量の水を分液漏斗に移す。⑦試料容器の水層を抽出容器に戻し、⑧試料容器を n-ヘキサンで洗い、洗液を抽出容器に合わせる。再び 10 分間攪拌した後、上述の⑤、⑥と同様の操作をおこなう。⑨分液漏斗の n-ヘキサン層をろ過する。⑩80℃に保ったホットプレート上で n-ヘキサンを蒸発揮散させる。n-ヘキサンを完全に揮散させた後、放冷して油の重さを測定し、水に含有していた油の量とした。

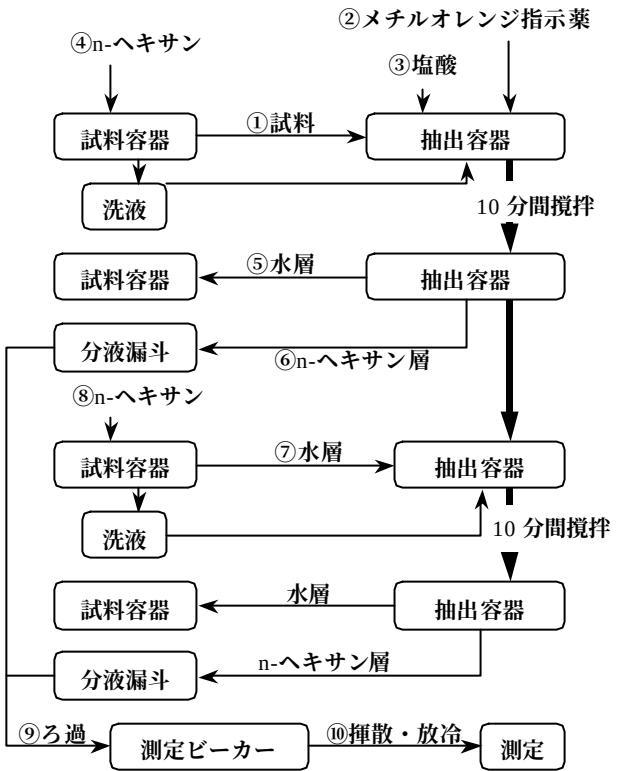


図-1 検出方法のフロー

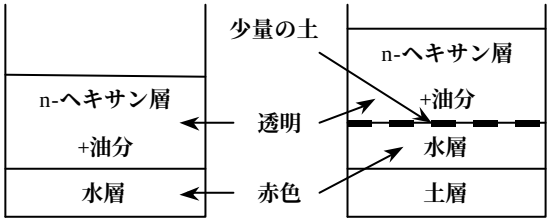


図-2 模式図(W)

図-3 模式図(S)

2.2 土に含有する油の検出

現在、土壌中の油の検出方法には規定がない。そこで当研究室では上述の JIS K 0102 を利用した検出方法を検討した。

水層と n-ヘキサン層および土層の分離図を図-3(S)に示す。土に含有する油の検出は JIS K 0102 に準じて操作をおこなうと水層と n-ヘキサン層の間に少量の土が混入し、境界線が不鮮明になるため分離が困難となり油の抽出精度が悪くなる。よって、検

出操作を以下のように変更し油の回収率を検討した。

番号①～④までの操作は上述と同様である。次に内容物を約 10 分間攪拌した後、抽出容器の内容物を 75  $\mu$ m のふるいに入れ、土と液層に分配する。分配した液層から水層の大部分を除去する。残った n-ヘキサン層と少量の水を分液漏斗に移す。後の操作手順は水に含有する油の番号⑨以下と同様な操作で油の検出をおこなう。

### 3. 検出結果

試験は水に混入した油の検出および土に混入した油の検出の 2 通りおこない、それぞれの精度を調査した。水に含有する油の検出結果および土に含有する油の検出結果をそれぞれ表-1、表-2 に示す。

表-1 より水に含有する油の場合、本研究で用いた検出方法では 94.9%の油の回収率であり、最低でも 86.6%であった。表-1 の中には回収率が 100%を超えているデータもあるが、この要因としては水の分離除去が不十分で少量の水が残留してしまったか、もしくは n-ヘキサンの揮散が不十分で n-ヘキサンが残留してしまったものと考えられる。表-1 より水に含有する油に対しては高い精度で油を回収することが可能と考えられる。また、水に含有する油の量と回収率の関係を図-4 に示す。図-4 より試料に含まれる油の量が回収率に影響を与えることがわかる。多少のばらつきはあるものも試料に含まれる油の量が多い程、回収率は高くなる。これは試料に含有する油が多いほうが人為的誤差、機械的誤差が結果に反映しにくいものと推測される。

次に土と油が混合した場合について述べる。表-2 より土に含有する油の場合、油の回収率は 41.9%であり、最高値 71.6%で、最低値では 24.0%であった。水に含有する油の回収率と土に含まれる油の回収率を比較すると約 50%もの差がある。この要因は油が土に吸着してしまい、分離が不十分であったものと考えられる。

### 4. おわりに

本研究で使用した n-ヘキサン重量法は水に含有する油の回収に対しては高い精度が確認された。しかし、土に含有する油の回収に関してはこの抽出方法をさらに改良する必要がある。そこで試料攪拌時に熱を加えることにより、土に吸着する油を分離し回収率を上げることができないかを検討している。

表-1 水に含有する油の検出結果

| No. | 試料 (g)  | 試料に含有する油 (g) | 回収した油 (g) | 回収率 (%) |
|-----|---------|--------------|-----------|---------|
| 1   | 158.023 | 0.925        | 0.801     | 86.6    |
| 2   | 145.455 | 5.987        | 5.327     | 89.0    |
| 3   | 100.214 | 1.258        | 1.136     | 90.3    |
| 4   | 164.325 | 10.241       | 9.256     | 90.4    |
| 5   | 120.098 | 5.356        | 4.988     | 93.1    |
| 6   | 150.658 | 10.275       | 9.632     | 93.7    |
| 7   | 138.642 | 6.954        | 6.546     | 94.1    |
| 8   | 146.973 | 10.636       | 10.221    | 96.1    |
| 9   | 188.764 | 13.747       | 13.463    | 97.9    |
| 10  | 195.663 | 15.329       | 15.021    | 98.0    |
| 11  | 178.491 | 17.562       | 17.457    | 99.4    |
| 12  | 190.464 | 18.325       | 18.656    | 101.8   |
|     |         |              | 平均        | 94.9    |

表-2 土に含有する油の検出結果

| No. | 試料 (g) | 試料に含有する油 (g) | 回収した油 (g) | 回収率 (%) |
|-----|--------|--------------|-----------|---------|
| 13  | 759.6  | 10.828       | 2.599     | 24.0    |
| 14  | 777.0  | 11.163       | 3.148     | 28.2    |
| 15  | 240.3  | 3.745        | 1.057     | 28.2    |
| 16  | 314.6  | 5.907        | 1.776     | 30.1    |
| 17  | 320.1  | 6.310        | 1.956     | 31.0    |
| 18  | 636.0  | 60.218       | 20.653    | 34.3    |
| 19  | 640.2  | 60.125       | 21.339    | 35.5    |
| 20  | 110.5  | 2.055        | 1.010     | 49.1    |
| 21  | 305.8  | 5.503        | 2.806     | 51.0    |
| 22  | 780.4  | 12.003       | 6.842     | 57.0    |
| 23  | 630.7  | 59.612       | 37.503    | 62.9    |
| 24  | 110.6  | 2.128        | 1.523     | 71.6    |
|     |        |              | 平均        | 41.9    |

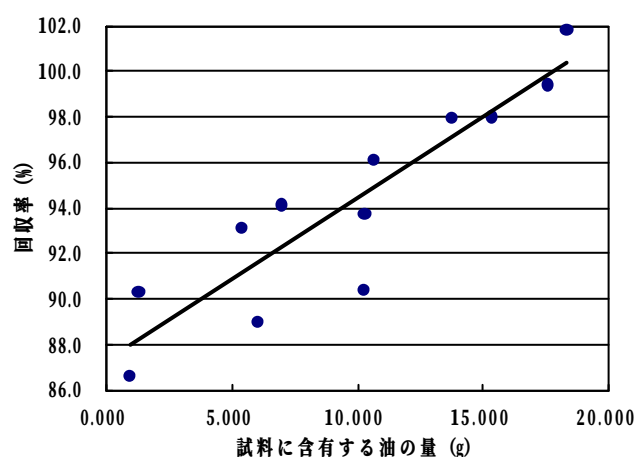


図-4 水に含有する油の量と回収率の関係

### 参考文献

- 1) 日本規格協会：JIS K 0120 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法, p.60～p.64, 1995
- 2) 社団法人日本下水道協会：下水試験方法-1974 年版-, p.160～p.164, 1974