

水に混入した油の分析 (第2報)

Analysis of Oils (Petroleum Products) in Water (Part 2)

理化学課 和田 光正 太谷 倫子
立野 英嗣 水木 徹生
富所 謙吉

I はじめに

第1報¹⁾で水中の灯・軽油の分析法を検討したので、実際の試料について分析をおこなうとともに定量下限の向上ができるかどうか、臭気濃度(TO)によって油の混入量が推定できるかどうかさらに高沸点油の識別について若干の検討を行なったのでその結果を報告する。

II 実験及び結果

分析にさきだって第1報とは使用ガスクロマトグラフに変更があったのでその操作条件を設定した。

1) ガスクロマトグラフ操作条件

使用機種：島津GC-4BM型

水素炎イオン化型検出器(FID)

昇温速度：100～310°C 75°C/min

試料注入部・検出部温度：320°C

感 度：SENSITIVITY 10³

RANGE max.8

チャート速度：5mm/min

カラム：ステンレスまたはガラス

φ3mm 1m

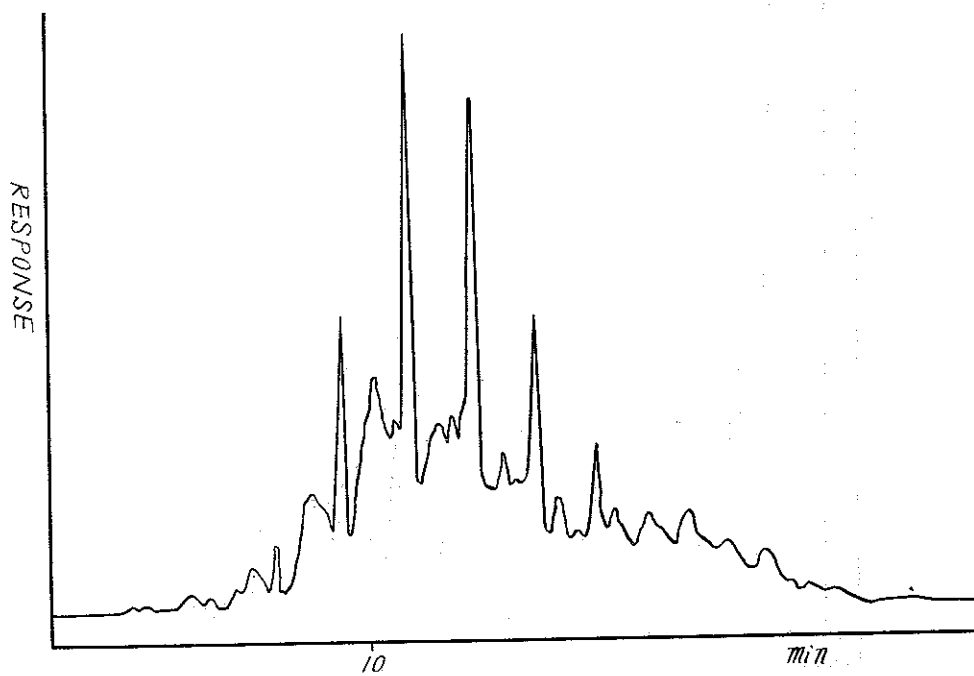
充填剤：UniPak 1A 80/100 mesh

キャリアーガス：N₂ 20ml/min

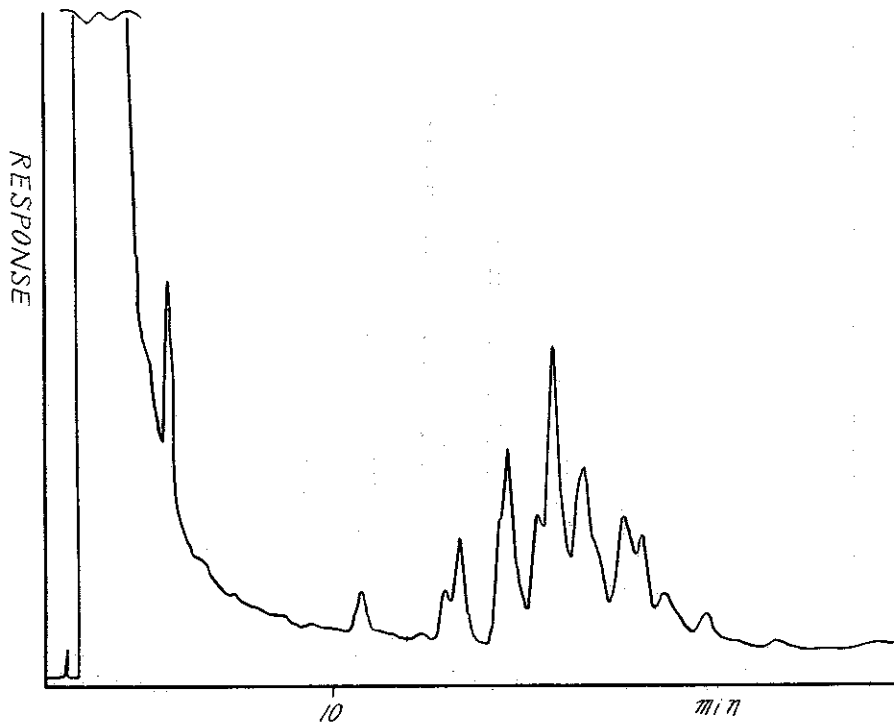
試料注入量：～5μl

2) 実際の試料水の分析結果

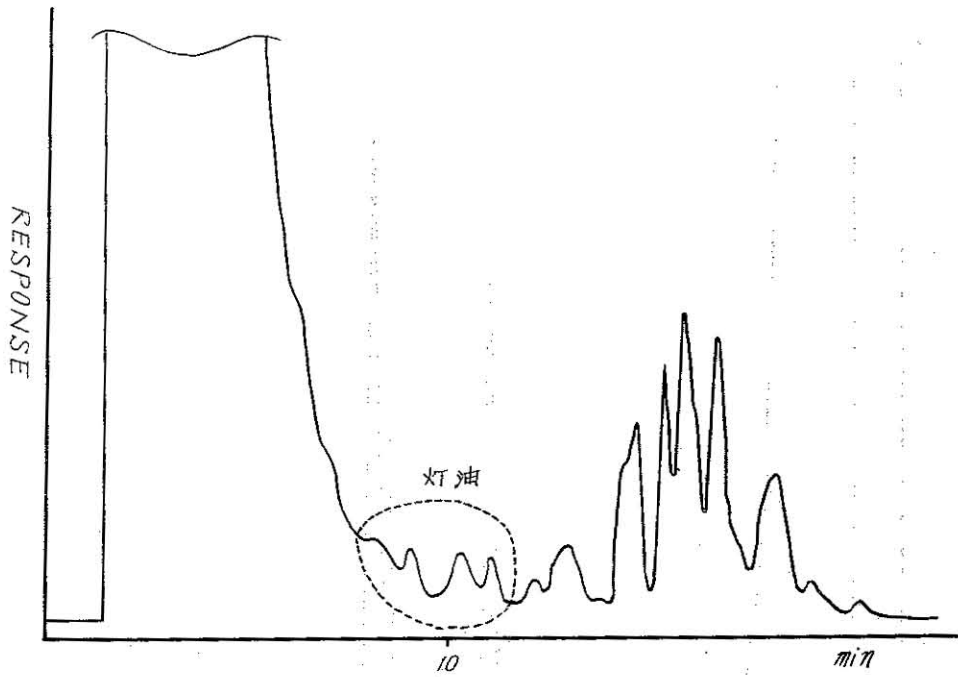
油汚染の疑いで当所にもち込まれた試料水は20数件におよぶが、その大部分は定量下限以下の低濃度汚染であった。そのなかで実際分析をおこなった5例について報告する。



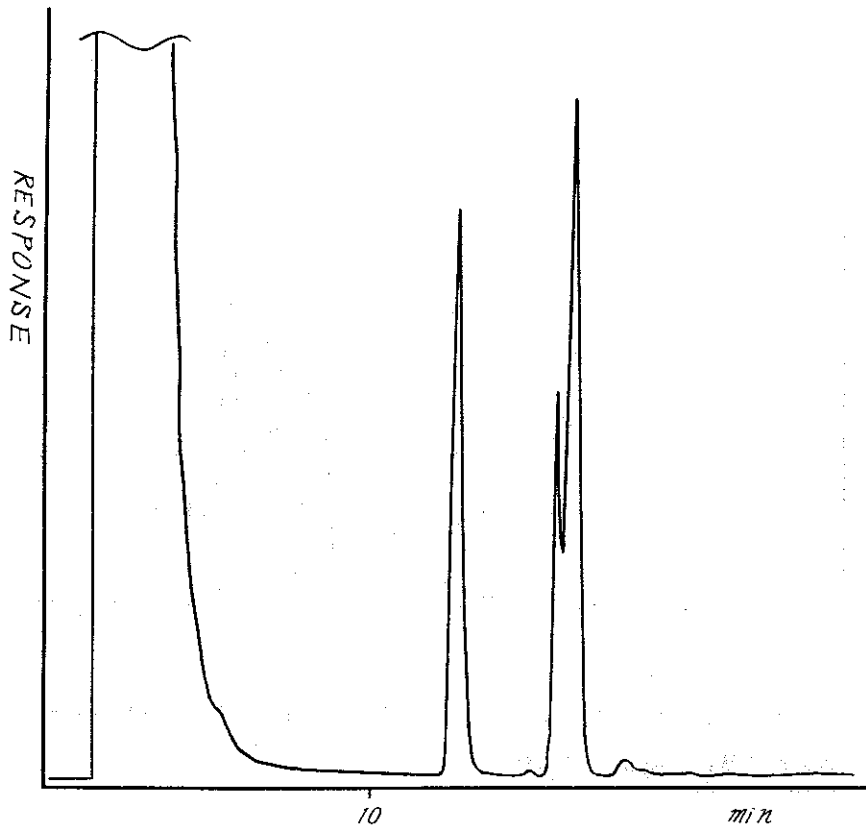
- 例1 井戸水に多量の油(約5 $\frac{v}{v}$ %)が混入した例
その油層を1 μ l GCに供したガスクロマトグラムより灯油であることが明らかになった。



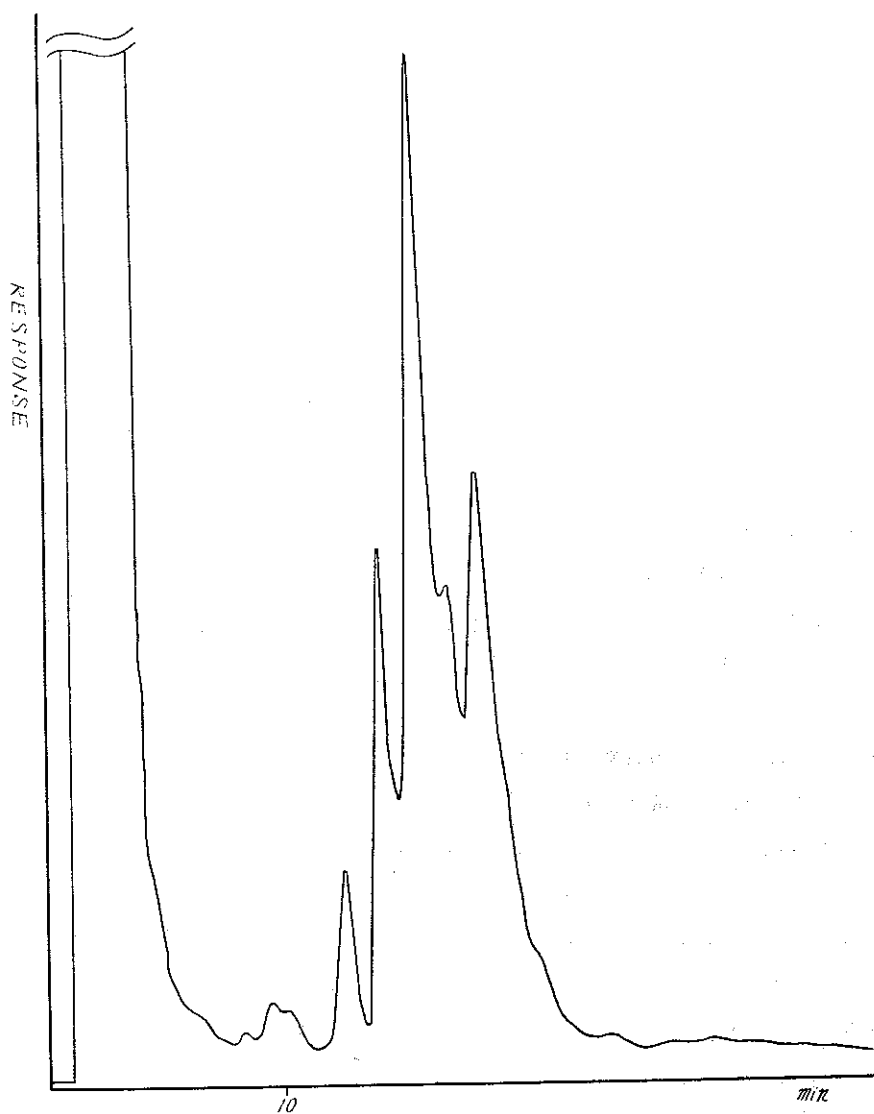
例2 井戸水が着臭(油様臭)したので近接している灯油タンクからの油ではないかとのことで分析をおこなったが灯油を確認することができなかった。



例3 使用している水道水に灯油が混じたので、どの程度混入しているかとの依頼で分析をおこなった結果0.3 ppmであった。



例4 井戸水に油が混入したとのことで分析した結果、ガソリンではないかと推定した。(臭気は灯油とは異なっていると思われた)



例 5 井戸水に油が混入したとのことで分析した結果、灯油を確認することはできなかった。
(臭気は灯油に類似していると思われた。)

3) 灯油の回収率

市販のA社製の灯油1 μ l をイオン交換水1 l に加え(1 ppm 濃度), 第1報で検討した抽出方法の全操作をおこなった場合の回収率を求めた。

	回 収 率
1 回目	98%
2	94
3	104
-----	-----
平均	99

4) 臭気濃度(TO)測定

灯油が1,2 ppm 濃度になるよう調製した水溶液のTOを測定した。

試験法: 日本水道協会編: 「上水試験方法」(1970), P128

1 ppm 溶液のTO=10~20

2 ppm 溶液のTO=10~20

5) 高沸点油の熱分解装置を用いたパイログラム

市販のA重油をn-ヘキサンで100倍希釈した溶液を3 μ l とり, 次の操作条件でパイログラムを得た。(図6)

(操作条件)

使用機種: 島津GC-4BM型(FID)

熱分解装置~島津PYR-2A型

カラム: Unipak 1A 80/100 mesh

ステンレス ϕ 3mm 1m

試料注入部・検出部温度: 250°C

カラム温度: 100°C

電気炉温度: 600°C

キャリアーガス: N₂ 20ml/min

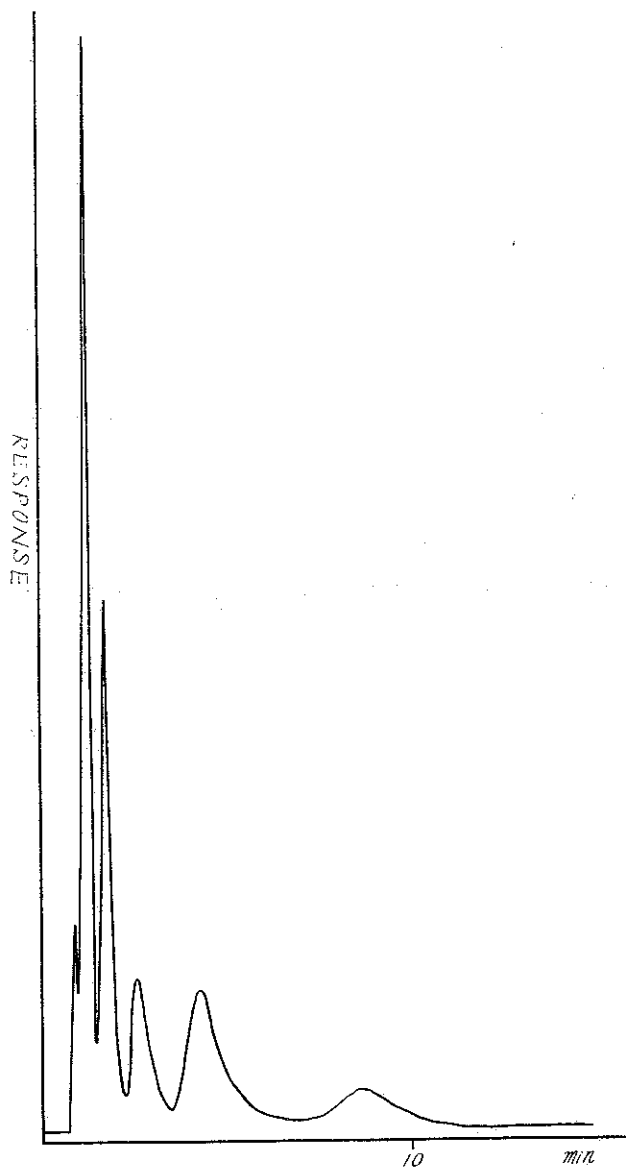
チャート速度: 10mm/min

感 度: SENSITIVITY 10²

RANGE ~16

(試料注入に際しての注意)

試料ボードに試料を一定量入れたのち室温でn-ヘキサン分を風乾してから分解装置に挿入し測定をおこなう。



☒ 6

Ⅲ 結 語

- 1) 実際に当所に持ち込まれた試料から得られたクロマトグラムの中で大きな不明ピークが見られるのがあるが、これらの物質は明らかではなく、また除去方法は今後の課題である。
- 2) n-ヘキサンによる抽出回数は10 ml×3回が適当である。
(10 ml×1回では約40%の回収率である。)
- 3) 第1報で検討した試験法の定量下限の向上は、主にバックグラウンドの増大により単に電気的感度を上げたり、検水量を増すことでは容易にはかることができなかった。
- 4) 臭気濃度(TO)による濃度推定では、灯油の数ppmの差を感知することができなかった。しかしながら灯油の嗅覚閾値が0.05~0.1 ppm程度であることがわかった。その結果、TOによる濃度推定は、こまかい濃度差を推定するには適当でないが、閾値前後の低濃度汚染の量的把握には使用できると考えられる。
- 5) 熱分解装置を用いた高沸点油の分析を試みたが、上記の操作条件・充てん剤では分離がまだ不十分で他の油との識別が非常に困難であり引き続き検討したい。
(本研究は昭和49年度及び50年度当研究所調査研究課題として実施したものである。)

文 献

- 1) 和田 光正, 大谷 倫子, 水木 徹生, 富所 謙吉, 清水 良夫, 札幌市公衆衛生研究業績集
(衛生研究所編) 258, 1974