

新日本製鉄(株)基礎研究所 松本龍太郎, 工博田口 勇

○石黒 忠

## 1. 緒言

現在、排水中の油分定量法としては、日本工業規格(JIS K 0102-1971)のn-ヘキサン抽出物質法が用いられている。この方法はn-ヘキサンで検水中の油分を抽出分離し、n-ヘキサンを蒸発させて重量法により、油分量を求める方法であるが、操作が繁雑で長時間を要し、微量の定量は困難である。そこで、排水中の微量の油分を迅速かつ精度よく定量する方法を検討した。

## 2. 方法および装置

排水中の油分は、セリサイト粉に選択的に吸着されることを見出したので、吸着し、吸着した油分の炭素定量によって定量する方法を検討することにした。

装置としては超音波発生装置に日本電気製(40KC, 750W)、炭素定量装置に国際電気製クロマトミックC、ろ過装置にミリポアフィルター製(47 $\mu$ 用, 25 $\mu$ 用)を用いた。

セリサイト粉としては村上粘土鉱業製セリクロンを用い、油としてはタービン油、ダフニー油、パーム油、鯨油を検討した。

## 3. 結果

3.1 前処理 検水中のごみを除去するために、あらかじめ試料溶液を吸引ろ過し、ろ紙上のごみをエチルアルコールで洗浄することにした。

3.2 吸着 検水中の油分を少量のセリクロンに吸着させるために、機械的攪拌、磁気攪拌、超音波攪拌を比較検討し、もっとも迅速で再現性がある超音波攪拌法を採用した。吸着におよぼすpHの影響は検討範囲(pH1~13)で認められなかった。2の4種の油についてセリクロンの吸着率は、下記の操作1回で95%以上であることがわかった。

3.3 共存物質の影響 検水中に共存する可能性がある食塩、炭酸塩、フェノール、3.1から共存するエチルアルコールについて影響を検討したが、前3者についてはセリクロンには吸着せず影響はないことが、エチルアルコールは検水10mlに対して5mlまでは影響しないことがわかった。

3.4 燃焼温度 炭素定量装置の燃焼温度は温度をかえた検討結果から900°Cを選定した。

3.5 n-ヘキサン抽出物質法との比較 試験排水(油分約5ppm以下)についてn-ヘキサン抽出物質法と比較した。結果によれば一応の対応は得られた。

以上の検討結果から排水中の油分定量法の操作をつぎのように定めた。

定量操作 検水(10~100ml)を、あらかじめニューラルポアフィルター(5 $\mu$ )をしき、ろ液を受ける試験管を入れたミリポアフィルター用吸引ろ過器(47 $\mu$ 用)に注ぎ入れ、吸引ろ過する。エチルアルコール5mlで洗浄する。ろ液が入った試験管をとりだし、セリクロン10mgを加えたのち、超音波を約1分間照射し、油分を吸着させる。あらかじめニューラルポアフィルター(1 $\mu$ )を上、ゲルマンフィルター(1.2 $\mu$ )を下にしたミリポアフィルター用ろ過器(25 $\mu$ 用)に注ぎ入れ、吸引ろ過する。蒸留水など空試験値の小さい水で数回よく洗浄する。セリクロンをフィルターとともに恒温乾燥器(約50°C)に入れて乾燥する。乾燥後、セリクロンをフィルターからはく離し、炭素定量用ポートに入れ、石英板でふたをしたのち、炭素定量装置内に挿入し、燃焼温度900°Cで燃焼させ、カウント数から炭素量を求める。なお、空試験を全操作にわたって行ない、結果から定量値を補正する。