

界面活性剤を含む水試料の n-ヘキサン抽出 物質試験方法に関する共同実験

村井幸男¹⁾・鈴木俊策²⁾・小泉四郎³⁾
鈴木雅子⁴⁾・根岸順治⁵⁾・瀬田洋一郎⁶⁾

Report on Inter-Laboratory Testing for the Determination of n-Hexane
Extracts in Water Samples containing Surfactants

Yukio MURAI, Syunsaku SUZUKI, Shirou KOIZUMI
Masako SUZUKI, Junji NEGISHI, Youichirou SETA

1. はじめに

河川の水質事故で最も多いのは、油類の流出である。平成13年度に全国の一級河川だけで657件が報告され、全水質事故の中で82.7%を占めている¹⁾。水質事故の発生に対しては迅速な分析が先ず望まれるであろうが、併せて平常な場合にも精度のよい分析方法によりバックデータを充実させること、或いは確かな方法による事業所排水の管理分析を行うことが重要となる。水試料中の油類の分析方法として、COD, BOD, TOC等は油膜を生じる試料に役立たなく、四塩化炭素等の溶媒抽出-赤外線吸収法はその溶媒の使用が環境上の問題となっている。即ち、古くから使われてきた方法ではあるが n-ヘキサン抽出物質試験方法を検討することは意義が大きい。

n-ヘキサン抽出物質試験方法は、環境庁告示第64号(昭和49年)付表1、或いは JIS K 0102 に規定されているが、実際の操作には高度な技能が要求される。特に分析所間精度が悪いことが知られるので、埼玉県環境計量協議会は平成10及び11年度共同実験を行い、試料容器の内壁にへばりつく油分の洗い出し、溶媒のヘキサンだけを揮散させ油分を確実に容器底に残すこと等の基本的事項について、問題解決並びに精度把握を行ってきた²⁻⁴⁾。しかし、現実の試料では、更に界面活性剤等を含むために“泡立ち”、“エマルジョン形成”に悩まされるケースが少なくない。一分析機関だけで界面活性剤等を含む水試料中の油分分析方法を検討した報告例は散見されたが⁵⁻⁷⁾共同

実験として取り組んだとの報告は見当たらなかった。

埼玉県環境計量協議会技術委員会では、測定値の精度を向上させ、信頼性を高めることを目的として、分析共同実験を行い会員の技術向上を図ってきている。平成14年度第1回共同実験は、上述の観点から“界面活性剤を含む水試料の n-ヘキサン抽出物質試験方法”に取り組んだ。

2. 共同実験の実施経過

(1) 平成14年5月16日、埼玉県環境計量協議会技術委員会を開催

平成14年度第1回共同実験として“界面活性剤を含む水試料の n-ヘキサン抽出物質試験方法”を取り上げることにした。

(2) 平成14年7月11日、共同実験の案内文書を発送

(3) 平成14年7月31日、共同実験試料を実験参加事業所に発送

(4) 平成14年8月27日、埼玉県環境計量協議会技術委員会を開催

共同実験用試料の調製内容、各分析室における泡立ち・エマルジョン形成の具合等を確認。

(5) 平成14年8月31日、共同実験結果報告の締切

(6) 平成14年9月18日、埼玉県環境計量協議会技術委員会を開催

共同実験の速報としての集計結果を審議した。HLB値の取扱いが話題となる。

1) (株)ジャパンエナジー 2) エヌエス環境(株) 3) 猪俣工業(株)
4) オルガノ(株) 5) 山根技研(株) 6) 内藤環境管理(株)

表1 共同実験参加事業所一覧 順：アイウエオ順

アルファー・ラボラトリー (株) 分析センター
猪俣工業 (株)
エヌエス環境 (株) 東京支社 技術センター
オルガノ (株) 分析センター
(財) 化学物質評価研究機構
(株) 環境管理センター 北関東支社
(株) 環境総合研究所
(株) 環境テクノ
関東化学 (株) 草加工場
協和化工 (株)
(株) 熊谷環境分析センター
(株) 建設環境研究所 環境科学技術センター
(社) 埼玉県環境検査研究協会
(株) 産業分析センター
サンワ保全 (株)
ジャパンアースプロテクト (株)
(株) ジャパンエナジー 精製技術センター
(株) 高見沢分析化学研究所
寺木産業 (株)
東邦化研 (株) 環境分析センター
内藤環境管理 (株)
(株) ハイメック 関東事業所
北炭化成工業 (株)
松田産業 (株) 開発センター
三菱マテリアル資源開発 (株) 環境技術センター
(株) メデカジャパン
山根技研 (株)

(7) 平成14年11月6日、埼玉県環境計量協議会技術委員会を開催

共同実験結果の棄却結果、Zスコアの算出、要因解析結果等を審議した。共同実験参加証を発行する方向を確認した。

3. 共同実験の実施内容

3.1 参加状況

今回の共同実験には、埼玉県内から27事業所の参加があった。機関名は表1のとおりである。

3.2 試薬及び調製試料

(1) 油分標準溶液

JOMO製潤滑油用ベースオイルD-3の25.0gを秤取り、ヘキサンに溶解し500mL定容とした。この溶液1mLは油分50mgを含む。D-3の蒸留性状は表2の通りである。

(2) 界面活性剤A

商品名：ツィーン80。化学名：モノオレイン酸ポリオ

キシエチレンソルビタン。乳化剤として広く用いられている。非イオン界面活性剤。HLB値は15.0。

この界面活性剤10gを100mLメスフラスコに採り、泡立たないようにして水で100mL定容とした。よく振り混ぜ、泡立ちが収まってから(1夜間放置等)、後述の分取操作をした。この溶液1mLは界面活性剤100mgを含む。

(3) 界面活性剤B

海上などで油流出事故が発生した場合に使われる典型的油処理剤の主成分。アニオン系界面活性剤。

この界面活性剤10gを100mLメスフラスコに採り、泡立たないようにして水で100mL定容とした。よく振り混ぜ、泡立ちが収まってから(1夜間放置等)、後述の分取操作をした。この溶液1mLは界面活性剤100mgを含む。

(4) A試料の調製と調製目標値

500mL容量の透明細口規格瓶に水道水400mLを採り、油分標準溶液(50mg/mL)の2.5mLずつ全量ピペットを用いて加えた。蓋を開けたまま数日放置し、ヘキサン臭がなくなったことを確認した。次に、界面活性剤A溶液(100mg/mL)の500μLずつマイクロピペットを用いて加えた。

油分だけが定量されるとすると、調製目標値は次のとおり。

$$50\text{mg/mL} \times 2.5\text{mL} \div 400\text{mL} \times 1000 = 312.5\text{mg/L}$$

(5) B試料の調製と調製目標値

500mL容量の透明細口規格瓶に水道水400mLを採り、油分標準溶液(50mg/mL)の3mLずつ全量ピペットを用いて加えた。蓋を開けたまま数日放置し、ヘキサン臭がなくなったことを確認した。次に、界面活性剤B溶液(100mg/mL)の500μLずつマイクロピペットを用いて加えた。

油分だけが定量されるとすると、調製目標値は次のとおり。

$$50\text{mg/mL} \times 3\text{mL} \div 400\text{mL} \times 1000 = 375\text{mg/L}$$

4. 実験結果

4.1 外れ値の処理等

4.1.1 回答内容

2試料の測定結果及びアンケート方式で訊ねた各事業所で採用の分析条件一覧は、表3のとおりであった。

表2 潤滑油用ベースオイルD-3の蒸留性状

初留 0.5% : 317.0°C	30% 蒸留 : 466.0°C	60% 蒸留 : 501.0°C	90% 蒸留 : 546.5°C
10% 蒸留 : 432.0°C	40% 蒸留 : 478.0°C	70% 蒸留 : 513.0°C	終留 99.5% : 600.0°C
20% 蒸留 : 452.0°C	50% 蒸留 : 489.5°C	80% 蒸留 : 527.5°C	

表3 回答結果一覧

ラボ	定量値(mg/L)		試料量(mL)		分析方法	泡立ち・エマルジョン対策					
	A試料	B試料	A試料	B試料		無機塩添加 ²⁾	加熱還流	エタノール添加	検水ろ紙 ³⁾	遠心分離	長時間放置
1	274	367	380	380	JIS K 0102の24.2	Na ₂ SO ₄					
2	294	338	400	405	JIS K 0102の24.2	Na ₂ SO ₄					
3	312	367			JIS K 0102の24.2		○	○			
4	275	461**	380	250	JIS K 0102の24.2			○			
5	320	360	400	400	環告64号(昭49)付表4の備考	Na ₂ SO ₄	○				
6	298	342	400	400	JIS K 0102の24.2	NaCl					
7	317	370	397	397	JIS K 0102の24.2	(NH ₄) ₂ SO ₄					○
8	290	338	393	392	環告64号(昭49)付表4の本文	Na ₂ SO ₄					
9	294	318	400	399	JIS K 0102の24.2	NaCl					
10	295	354	397	397	JIS K 0102の24.3						
11	310	357	398.5	396.5	環告64号(昭49)付表4の備考	NaCl					
12	270	318	410	410	JIS K 0102の24.2	Na ₂ SO ₄				○	○
13	251	302	400	400	環告64号(昭49)付表4の備考		○				
14	356	374	400	400	JIS K 0102の24.2	(NH ₄) ₂ SO ₄	○				
15	295	360	398	399	JIS K 0102の24.2	(NH ₄) ₂ SO ₄				○	
16	321	369	400	400	環告64号(昭49)付表4の備考	NaCl	○				
17	322	365	400	400	環告64号(昭49)付表4の本文	NaCl					
18	290	360	425	425	JIS K 0102の24.3					○	○
19	283	344	410	400	JIS K 0102の24.2	NaCl	○				
20	304	315	400	400	環告64号(昭49)付表4の備考	NaCl水, NaCl	○				
21	204*	347	200	200	環告64号(昭49)付表4の備考	(NH ₄) ₂ SO ₄					
22	325	383	412	414	JIS K 0102の24.3	Na ₂ SO ₄ , NaCl					
23	307	360	396	396	環告64号(昭49)付表4の備考	NaCl					
24	291	362	395	395	環告64号(昭49)付表4の備考					○	
25	295	352	400	400	環告64号(昭49)付表4の本文					○	
26	313	348	410	410	環告64号(昭49)付表4の本文	NaCl	○				
27	259	328	400	400	JIS K 0102の24.2	(NH ₄) ₂ SO ₄					

注1) 定量値欄の*印は、グループの検定による外れ値を示す。1ケは5%外れ値、2ケは1%外れ値。
 2) Na₂SO₄ : 脱水剤としての硫酸ナトリウム(無水)を通常よりも多く添加してエマルジョンを解消する。JIS K 0102の24注11に準ずる方法。
 (NH₄)₂SO₄ : 水層をできるだけ分離した後、硫酸アンモニウムを加えて軽く振り混ぜる。この後、加熱還流又は遠心分離する場合もある。JIS K 0102の24注9に準ずる方法。
 NaCl : 水層をできるだけ分離した後、塩化ナトリウムを加えて軽く振り混ぜる。この後、加熱還流又は遠心分離する場合もある。JIS K 0102の24注9に準ずる方法。
 NaCl水 : 水層をできるだけ分離した後、塩化ナトリウム飽和水溶液を加えて軽く振り混ぜる。
 3) 濁りの残るヘキサソランに硫酸ナトリウム(無水)を添加し、ADVANTEC 2S又はWhatman 1PSを用いてろ過する。

4.1.2 外れ値の棄却

各分析所による試料A及びBの報告値を JIS Z 8402-2 : 1999に従い Grubbsの方法で検定した。

(1) 試料Aについて

最小値204が外れ値か否かを調べた。

$$G1 = (\bar{X} - X_{min}) / s$$

$$= (294.1 - 204) / 28.68$$

$$= 3.141$$

外れ値が1つの場合の基準(27; 0.05) = 2.859を越え、(27; 0.01) = 3.178を越えないので、5%外れ値であった。

次いで、最大値356が外れ値か否かを調べた。

$$G1 = (X_{max} - \bar{X}) / s$$

$$= (356 - 294.1) / 22.62$$

$$= 2.736$$

外れ値が1つの場合の基準(26; 0.05) = 2.841を越えていないので外れ値ではなかった。

2番目に小さいデータ251については、ヒストグラムを観察して外れ値とは明らかに見えないので検定の必要はないと判断した。

(2) 試料Bについて

最大値461が外れ値か否かを調べた。

$$G1 = (X_{max} - \bar{X}) / s$$

$$= (461 - 354.2) / 29.21$$

$$= 3.656$$

外れ値が1つの場合の基準(27; 0.05) = 2.859及び(27; 0.01) = 3.178を越えているので、1%外れ値であった。

次いで、最小値302が外れ値か否かを調べた。

$$G1 = (\bar{X} - X_{min}) / s$$

$$= (354.2 - 302) / 20.30$$

$$= 2.571$$

外れ値が1つの場合の基準(26; 0.05) = 2.841を越えていないので外れ値ではなかった。

2番目に大きいデータ383については、ヒストグラムを観察して明らかに外れ値とは見えないので検定の必要はないと判断した。

4.1.3 ヒストグラム

試料Aの外れ値を含む場合のヒストグラムを図1に、外れ値を除いた場合を図2に示す。図3には、試料Bの外れ値を含む場合を、図4には外れ値を除いた場合を示した。

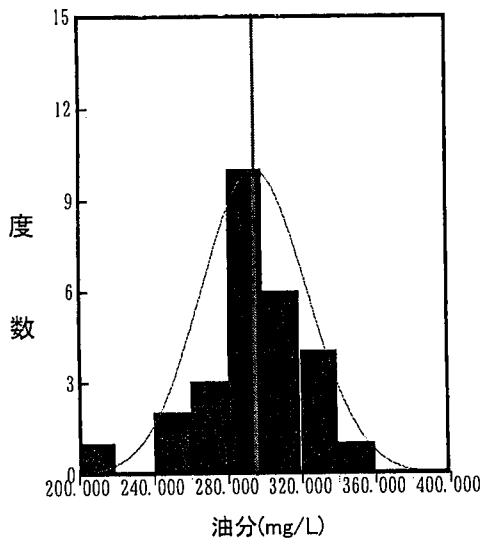


図1 A試料のヒストグラム(全データ)

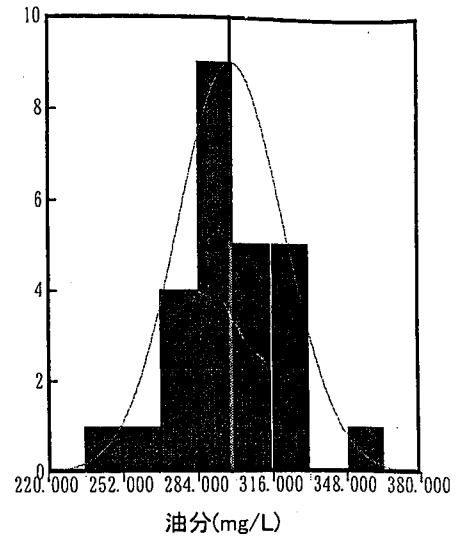


図2 A試料のヒストグラム(外れ値除き)

L21のデータ(204mg/L)を棄却計算の結果、外れ値とした。

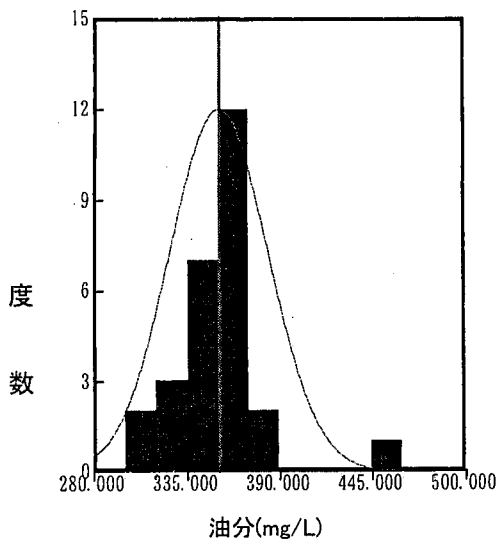


図3 B試料のヒストグラム(全データ)

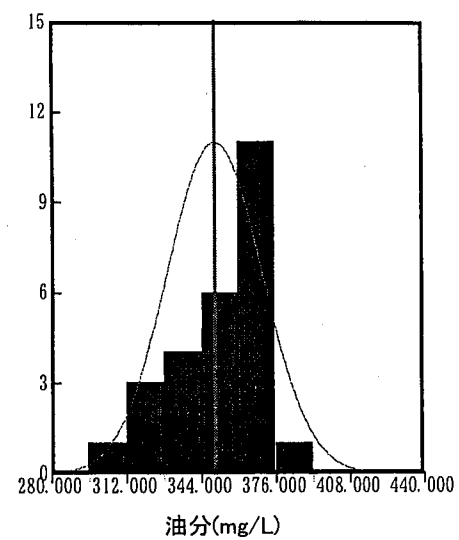


図4 B試料のヒストグラム(外れ値除き)

L4のデータ(461mg/L)を棄却計算の結果、外れ値とした。

4.1.4 精度計算のまとめ

全てのデータ及び外れ値を除いたデータについて、精度計算を行い結果を表4に示した。A試料、B試料共に、平均値は調製目標値に対して93~96%であった。この値は潤滑油基油のみを含む試料の油分回収率と同じである^{3,4)}。即ち、界面活性剤が有機相と水相の両方に分配して油分定量値を高くすることが懸念されていたが⁵⁻⁷⁾今回のこの共同実験において界面活性剤は殆ど有機相に抽出されなかった。

室間精度として捉えることができる標準偏差は20~30mg/Lの範囲にあり、平均値の300~350mg/Lに対して十分低かった。泡立ち及びエマルジョン形成による精度劣化は殆どないと思われる。また、埼玉県環境計量協議会としてn-ヘキサン抽出物質について平成10及び11年度共同実験を行い、基本となる問題を解決してき

ている成果とも考えることができる。

4.1.5 ユーデンプロット

試料Aの結果を横軸に試料Bの結果を縦軸に、各分析室のデータを記入し、ユーデンプロットを作成した。図5に示す。

わずかに系統誤差が見取れるが、偶然誤差が比較的大きい分析法と考えられる。外れ値を報告した2箇所のラボは、もう一方の試料については極めて平均値に近い結果を得ていることが分かる。1試料についてのみ、何らかの分析操作上の偶然的ミスが起こったと考えられる。n-ヘキサン抽出物質試験方法は、注意深く長い操作を必要とするので、このようなユーデンプロットの模様は本質を表している。

4.2 Zスコアによる各分析所データの評価

試験所認定制度が知られると共に、各分析所の能力評

表4 精度計算のまとめ

		A試料	B試料
全データ	ラボ数	27	27
	平均値 (mg/L)	295.00	354.03
	平均値/調製値 (%)	94.4	94.4
	標準偏差 (mg/L)	28.68	29.21
	最大値 (mg/L)	356	461
	最小値 (mg/L)	204	302
	ひずみ	-1.031	1.579
	とがり	3.153	6.312
外れ値を除く	ラボ数	26	26
	平均値 (mg/L)	298.50	349.92
	平均値/調製値 (%)	95.5	93.3
	標準偏差 (mg/L)	22.62	20.30
	最大値 (mg/L)	356	383
	最小値 (mg/L)	251	302
	ひずみ	0.119	-0.764
	とがり	0.745	-0.034
調製値*		312.5	375

*)界面活性剤は抽出(定量)されず、油分のみが定量されるとした場合の調製目標値。

値を共同実験方式で行うことも多くなっている。今回の共同実験は個々の分析所の評価が主目的ではなかったが、昨年度から一部参加分析所の強い要望がありZスコアによる評価を行っている。各分析所から報告された測定値の平均値について、「試料Aの(所間変動)Zスコア」、「試料Bの(所間変動)Zスコア」、「試料(A+B)所間変動のZスコア」及び「試料(B-A)所内変動のZスコア」を算出した。各分析所個々のZスコアを表5に示した。

4.3 非イオン界面活性剤のHLB値とヘキサン相への抽出され易さについて

非イオン界面活性剤は、ヘキサン相に抽出され易いとの報告がある⁵⁻⁷⁾。非イオン界面活性剤の分子構造には親水性部分と親油性部分があり、この親水性と親油性のバランスを hydrophile-lipophile balance (hydro: 水、

phile: 親和力を持つもの、lipo: 脂肪、略称 HLB) と云い、親水性 0% (親油性 100%) を 0 とし、親水性 100% (親油性 0%) の 20 までの数値で表す。今回の共同実験 A 試料には、HLB 値が 15.0 のツィーン 80 を用いた。

本田は非イオン界面活性剤と n-ヘキサン抽出率との関係を調べて報告しているが⁵⁾、HLB 値が高い(親水性が大きい)場合でも 50% 以上の抽出率を示すと報告している。4.1.4 で述べたように今回の結果は鉱物油(潤滑油基油)のみが抽出され、A 試料の非イオン界面活性剤も殆ど抽出されなかったと推察される。本田の報告と整合しない面があるが、非イオン界面活性剤の構造(種類)の違い、界面活性剤単独の抽出と鉱物油が共存する場合の抽出の差、“水相/有機相”が異なる、等から特に検証実験の類は行わなかった。

4.4 泡立ち・エマルション対策の検証

今回の共同実験試料には界面活性剤を含むので各ラボそれぞれに、泡立ち、或いはエマルション形成に対して何らかの対策をとった。JIS 等に規定されている方法もあるが、一般にはあまり知られていない方法も報告された。個々の対策に問題があるとすれば、その対策をとった場合のデータが偏りを生じ、ばらつきが大きくなると考えられる。

泡立ち・エマルション対策の個々の方法を採用した場合と採用しない場合とについて、分散比(F検定)及び統計量 t 値(t検定)を算出した。統計的に結論を出すより、参考として数値を得て考察を加える目的である。結果を表6に示す。次に、個々の対策法毎に考察を述べる。

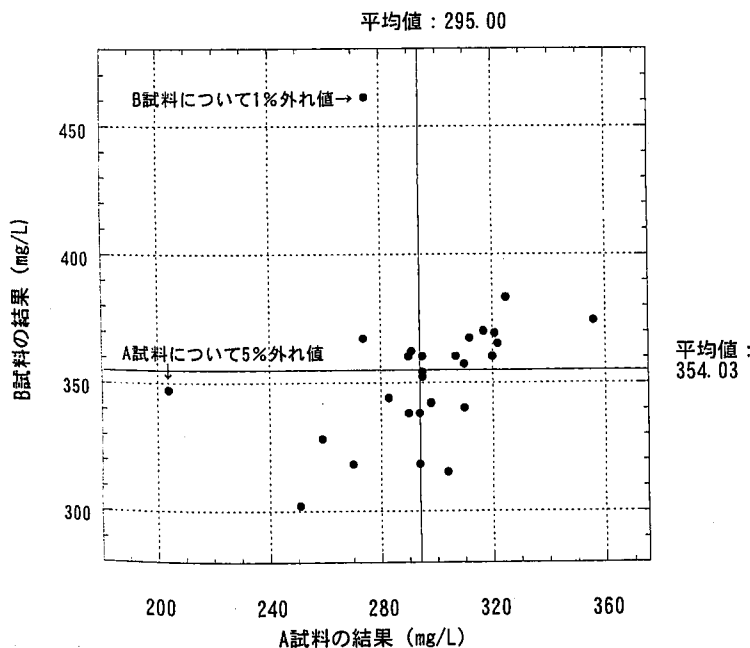


図5 ユーデンプロット

表5 各分析所の報告値とZスコア

ラボ	A試料			B試料			試料(A+B)所間変動			試料(B-A)所内変動		
	報告値	昇順順位	Zスコア	報告値	昇順順位	Zスコア	報告値	昇順順位	Zスコア	報告値	昇順順位	Zスコア
1	274	5	-0.946	367	21	0.465	641	11	-0.229	93	25	2.564
2	294	11	-0.045	338	6	-0.884	632	9	-0.458	44	7	-0.577
3	312	20	0.766	367	22	0.465	679	20	0.738	55	16	0.128
4	275	6	-0.901	461	27	4.837	736	27	2.188	186	27	8.526
5	320	23	1.126	360	15	0.140	680	21	0.763	40	5	-0.833
6	298	16	0.135	342	8	-0.698	640	10	-0.254	44	8	-0.577
7	317	22	0.991	370	24	0.605	687	22	0.941	53	14	0.000
8	290	8	-0.225	338	7	-0.884	628	8	-0.560	48	10	-0.321
9	294	12	-0.045	318	3	-1.814	612	5	-0.967	24	3	-1.859
10	295	13	0.000	354	13	-0.140	649	13	-0.025	59	19	0.385
11	310	19	0.676	357	14	0.000	667	18	0.433	47	9	-0.385
12	270	4	-1.126	318	4	-1.814	588	4	-1.578	48	11	-0.321
13	251	2	-1.982	302	1	-2.558	553	2	-2.468	51	13	-0.128
14	356	27	2.748	374	25	0.791	730	26	2.036	18	2	-2.244
15	295	14	0.000	360	16	0.140	655	16	0.127	65	21	0.769
16	321	24	1.171	369	23	0.558	690	24	1.018	48	12	-0.321
17	322	25	1.216	365	20	0.372	687	23	0.941	43	6	-0.641
18	290	9	-0.225	360	17	0.140	650	14	0.000	70	23	1.090
19	283	7	-0.541	344	9	-0.605	627	7	-0.585	61	20	0.513
20	304	17	0.405	315	2	-1.953	619	6	-0.789	11	1	-2.692
21	204	1	-4.099	347	10	-0.465	551	1	-2.519	143	26	5.769
22	325	26	1.351	383	26	1.209	708	25	1.476	58	18	0.321
23	307	18	0.541	360	18	0.140	667	19	0.433	53	15	0.000
24	291	10	-0.180	362	19	0.233	653	15	0.076	71	24	1.154
25	295	15	0.000	352	12	-0.233	647	12	-0.076	57	17	0.256
26	313	21	0.811	348	11	-0.419	661	17	0.280	35	4	-1.154
27	259	3	-1.622	328	5	-1.349	587	3	-1.603	69	22	1.026
第1四分位数	283			338			627			44		
中央値	295			357			650			53		
第3四分位数	313			367			680			65		
四分位数範囲	30			29			53			21		
正規四分位数範囲	22.2			21.5			39.3			15.6		

(1) 無機塩の添加

最も多く(62%, 27ラボ中の20ラボ), 採用されている。具体的には, ①通常よりも多くの硫酸ナトリウム(ほう硝), ②硫酸アンモニウム, ③塩化ナトリウム, 及び④飽和食塩水が使われた。これら無機塩を添加する目的がそれぞれに異なるとの捉え方もある。①殆ど有機相だけに分層した後に脱水剤(硫酸ナトリウム)を多く添加する, ②ある程度分層した後に塩析剤(硫酸アンモニウム又は塩化ナトリウム)を加える, ③有機相の乳化に対して飽和食塩水等を加えて振り混ぜ乳化を破壊する, 等である。結果を踏まえて推察すると, 実際には大差がないのかもしれない。なお, JISには飽和食塩水を添加する方法のみ記載がないが, 界面活性剤とn-ヘキサン抽出率との関係を研究する際に本田が採用する等⁵⁾ 有効且つ一般的な方法と考えられる。

(2) 加熱還流

9ラボ(33%)が採用した。加熱還流のみの対策とするラボ(3箇所)と無機塩の添加と併用するラボ(6箇所)とがある。JISにも規定があり広く使われている。

(3) エタノール添加

2ラボが採用し, その内の1ラボは試料Bについて高

めの外れ値を出した。表6において, 統計量t値及びFo値が格別大きくなっている。エタノール添加が原因であるとは断定できないが, 結果論として推奨できない。

(4) 撥水ろ紙

3ラボが採用し, いずれのデータも平均値に近い。採用した3ラボのばらつきが小さいので, Fo値が小さいことの有意差が推察できる(撥水ろ紙を使う方法は分析所間精度が特に小さい)。JIS等には規定がなく, 今後取り入れを検討することが望まれる。

(5) 遠心分離

2ラボのみが採用した。データ上は何ら問題が見られないが, 実際の操作は移しかえの煩雑さや遠心分離器の待ち時間からあまり使われないようである。JISには8000rpm以上の遠心分離する方法が規定されている。

(6) 長い放置

3ラボが採用した。試料の種類によっては有効な場合もある。JISには規定がない。

5. まとめ

27社の参加を得て, 界面活性剤を含むn-ヘキサン抽出物質試験方法の共同実験を行い, 有益な情報を得ることができた。

表6 泡立ち・エマルジョン対策の要因解析

(1) A試料

ラボ	A試料	ほう硝	ほう硝	泡立ち・エマルジョン対策	EtOH	EtOH	長い放置
1	274						
2	284						
3	312			加熱還流			
4	275			加熱還流			
5	320	ほう硝					長い放置
6	298			食塩			
7	317			硫酸			
8	290	ほう硝					
9	294			食塩			
10	295			食塩			
11	310			食塩			
12	270	ほう硝					遠心分離 長い放置
13	251			加熱還流			
14	356			加熱還流			
15	295			硫酸			
16	321			硫酸			
17	322			食塩			
18	290			食塩			
19	283			食塩			
20	304			食塩			
21	204			食塩			
22	325	ほう硝					
23	307			食塩			
24	291			食塩			
25	295			食塩			
26	310			食塩			
27	259			食塩			
28	259			硫酸			
当該対策 ありの場 合	n 平均値 σ _{n-1}	6 295.5 22.9	5 286.2 57.9	9 305.3 29.1	2 293.5 26.2	2 280.5 14.8	3 292.3 23.6
当該対策 なしの場 合	n 平均値 σ _{n-1}	21 284.7 30.6	22 287.5 18.8	18 289.7 27.7	25 295.0 29.3	24 296.0 30.4	24 295.2 29.6
Fo値 = σ ₁ ² / σ ₂ ²		0.560	9.451	1.097	0.797	0.009	0.257
Q値*		21296	20835	19826	21295	21290	20851
共通標準偏差**		13.2	14.0	11.3	21.0	17.5	20.8
統計量t値***		0.059	0.760	1.390	0.071	0.100	0.747
統計量t値***							0.164

注*) Q = (n₁-1)σ₁² + (n₂-1)σ₂²
 **) v = n₁ + n₂ - 2 = 26
 σ_D = √{(n₁+n₂) * Q ÷ (n₁ ÷ n₂ - v)}
 ***) t = |平均値1 - 平均値2| ÷ σ_D

(2) B試料

ラボ	B試料	ほう硝	ほう硝	泡立ち・エマルジョン対策	EtOH	EtOH	長い放置
1	367						
2	338						
3	367			加熱還流			
4	461			加熱還流			
5	360	ほう硝					
6	342			食塩			長い放置
7	370			硫酸			
8	338	ほう硝					
9	318			食塩			
10	354			食塩			
11	357			食塩			
12	318	ほう硝					遠心分離 長い放置
13	302						
14	374			硫酸			
15	360			硫酸			
16	369			食塩			
17	365			食塩			
18	360			食塩			
19	344			食塩			
20	315			食塩			
21	347			硫酸			
22	383	ほう硝					
23	360			食塩			
24	362			食塩			
25	352			食塩			
26	340			食塩			
27	328			食塩			
28	328			硫酸			
当該対策 ありの場 合	n 平均値 σ _{n-1}	6 350.7 23.6	5 355.8 18.7	9 348.1 25.3	10 349.3 21.8	2 340.0 4.6	3 349.3 21.6
当該対策 なしの場 合	n 平均値 σ _{n-1}	21 354.6 31.2	22 353.3 31.6	18 356.6 31.4	25 358.9 20.5	24 353.3 31.1	24 354.3 30.0
Fo値 = σ ₁ ² / σ ₂ ²		0.572	0.352	0.645	0.427	0.022	1.108
Q値*		22270	22317	21915	22030	22300	21935
共通標準偏差**		13.5	14.5	11.9	11.6	17.9	21.3
統計量t値***		0.292	0.174	0.712	0.608	0.225	0.895
統計量t値***							0.277

- (1) 水試料中に非イオン界面活性剤又はアニオン系界面活性剤を共存させた潤滑油基油の回収率は93~96%であり、潤滑油基油のみを含む場合と同じであった。
- (2) 室間精度としての標準偏差は、平均値 300~350mg/Lに対して20~30mg/Lであり十分小さかった。泡立ち及びエマルジョン形成による精度劣化はなかった。
- (3) 非イオン界面活性剤は、ヘキサン相に抽出され易いとの報告があるが、今回の共同実験の条件下では非イオン界面活性剤(ツィーン80)は殆ど抽出されなかった。
- (4) 各ラボそれぞれに、泡立ち、或いはエマルジョン形成の対策をとり、定量データと共に集計し考察を加えた。無機塩の添加及び加熱還流が一般的であった。撥水ろ紙を使用する方法の公定法化の検討が示唆された。

“文献”

- 1) 国土交通省ホームページ, <http://www.mlit.go.jp/kisha/kisha02/05/050726.html>.
- 2) 埼環協技術委員会：水試料中のn-ヘキサン抽出物

質試験方法高精度化の検討, 第17回埼環協研究発表会資料, 37(1999).

- 3) 埼環協技術委員会：水試料中のn-ヘキサン抽出物質試験方法高精度化の検討(その2), 第18回埼環協研究発表会資料(2000).
- 4) 埼環協技術委員会：水試料中のn-ヘキサン抽出物質定量方法に関する共同実験, 環境と測定技術, 27, 11, 67(2000).
- 5) 本田繁：油分測定時における界面活性剤の影響, 水処理技術, 15, 8, 35(1974).
- 6) 松井和夫他：油分測定方法の研究—染色加工事業所からの排水中の油分について—, 愛知県公害調査センター所報, 3, 58(1975).
- 7) 萩原一芳：微量油分の測定について, 水処理技術, 13, 8, 27(1972).

キーワード：n-ヘキサン抽出物質, 油分, 界面活性剤, 精度, 共同実験, 泡立ち, エマルジョン

環境計量必携

(社)日本環境測定分析協会

● A5判 456頁 定価5,040円(本体4,800円)

新ミレニアムを迎えて、わが国は、資源循環型社会の推進、有害化学物質対策、CO₂削減対策などの環境問題を最重点プロジェクトとして取り組むことになりました。これは環境問題に対応するわが国の姿勢を内外に示す絶好の機会です。その一方で、環境測定分析に必要な技術は、測定方法の国際整合化と共にますます広く、精密になりつつあります。そこで環境測定分析に携わっている方々が実際の作業現場で活用していただくために本書を企画いたしました。

内容は、「環境計量証明事業」「濃度の計量」「騒音の計量」「振動の計量」「精度管理」の技術的事項と「資料」で構成し、それぞれ必要な項目を収録してあります。

●主要目次

1. 環境計量の目的 2. 環境計量証明事業概要 3. 濃度計量の技術 4. 騒音の計量技術 5. 振動レベルの計量技術 6. 低周波音圧レベルの計量技術 7. 精度管理概要

【資料編】 1. 用語集 2. 大気・水質等に係る基準・規制等 3. 騒音・振動に係る基準・規制・規格等 4. 計量証明対象物質名等及び計量の方法と機器又は装置 5. ISO 14000s/9000s 6. 環境計量の個別業務管理事項 7. 環境濃度関係データ集 8. (社)日本環境測定分析協会発行図書及びインターネット

●発売 丸善

●発行 (社)日本環境測定分析協会 〒134-0084 東京都江戸川区東葛西2-3-4
TEL 03-3878-2811 FAX 03-3878-2639

環境計量必携

社団法人 日本環境測定分析協会