

ノルマルヘキサン抽出物質の分析におけるエマルジョン改善効果・方法の検討

横山智子

1 はじめに

ノルマルヘキサン抽出物質（以下「n-Hex」）の分析は、昭和 49 年 9 月 30 日環境庁告示第 64 号の付表 4（以下、告示）により分析している。しかしながら、n-Hex の分析において、しばしば分析者を悩ませるのがエマルジョンの形成である。特に、食品油においては振とう時にエマルジョンが発生し、水相とヘキサン相との分離界面がはっきりしないために分析を困難にすることが少なくない。

以前、JIS K0102 の 24.3（ヘキサン抽出物質）の注記 19 により、塩がエマルジョンの改善に与える効果を検討したところ、界面活性剤を含む試料に対して一定のエマルジョン改善効果があった¹⁾。しかしながら、食品油の中でも粘性の高いものやタンパク質成分を含むものに対しては改善効果が低い。JIS K0102 の 24.2（ヘキサン抽出物質）の注記 9 では、エマルジョンの改善について、加熱還流による方法と遠心分離による方法が記載されている。今回、n-Hex の分析において、可能なかぎり簡易的にエマルジョンを改善する方法を検討した。

2 調査方法

試料には魚脂を含む水産加工業の排水を用いた。試料は採取後ただちに告示にしたがってメチルオレンジを指示薬として塩酸で微酸性とした。

2・1 湯煎によるエマルジョン改善効果の検討

図 1 に示すように、抽出法において分液漏斗に移す前に採水容器を 50℃に湯煎した後、告示にしたがって n-Hex の分析を行った。

2・2 超音波によるエマルジョン改善効果の検討

図 2 に示すように、抽出法において分液漏斗に移す前に採水容器に 10 分間超音波処理した後、告示にしたがって n-Hex の分析を行った。

2・3 遠心分離によるエマルジョン改善効果

抽出法において分液漏斗でエマルジョンが形成し、ヘキサン相と水相の分離が困難になった段階で遠沈分離管に移し、遠心分離（5000 rpm, 5 分）を行った。



図 1 50℃の湯煎



図 2 超音波処理

3 結果

3・1 湯煎によるエマルション改善効果の検討

50℃に湯煎した後の試料とヘキサンの洗液を分液漏斗に移し、激しく振とうした後に静置したが、図3に示すようにエマルションの形成が起こり、ヘキサン相と水相の分離は困難であった。

3・2 超音波によるエマルション改善効果の検討

10分間超音波処理した後の試料とヘキサンの洗液を分液漏斗に移し、激しく振とうした後に静置したが、図3に示すようにエマルションの形成が起こり、ヘキサン相と水相の分離は困難であった。

3・3 遠心分離によるエマルション改善効果

図4に遠心分離前と遠心分離後の様子を示す。図4の左に示すように、遠心分離前はヘキサンのみが上層に分離し、水相が透明でないことがわかる。このことは、エマルションが形成され、採取試料からヘキサン相に目的物質が抽出されていないことを意味する。一方、図4の右に示すように、遠心分離後は下層の水相が透明になり、分離されていることがわかる。また、JIS K0102の24.2の注記9では、8,000 rpm以上で約5分間遠心分離することになっているが、今回5000 rpmで約5分間遠心分離を行っても一定の効果があることがわかった。



図3 エマルション形成による分離困難な状況

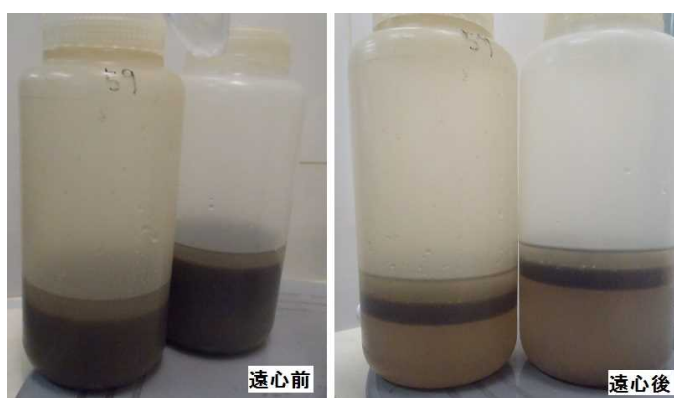


図4 遠心分離前後の様子

4 おわりに

n-Hexの分析において、塩の添加によるエマルション改善効果の低い試料について、いくつかの改善方法を検討した。その結果、湯煎と超音波処理によるエマルション改善効果は見られなかった。一方、遠心分離によるエマルション改善には一定の効果が見られた。

引用文献

- 1) 横山智子：ノルマルヘキサン抽出物質の採取容器と分析方法の検討. 千葉県環境研究センター年報, 第15号 (2015).