

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 量から質へ 環境分析

March 1995 ■ No.10

油分濃度計OCMA-300

Oil Content Analyzer OCMA-300

藤井 洋・川本隆司

Hiroshi FUJII, Ryuji KAWAMOTO

(Pages53-57)

株式会社 堀場製作所

油分濃度計 OCMA-300

Oil Content Analyzer OCMA-300

藤井 洋, 川本 隆司
Hiroshi FUJII, Ryuji KAWAMOTO

【要旨】

工場排水や河川水中の油分濃度を手軽に、しかも高精度に測ることができる油分濃度計を開発した。本器は、試料水中の油分を、安全性の高い有機溶媒(CFC-316)で抽出する工程から、非分散形赤外線分析計で油分濃度を測定する工程まですべてが自動処理なので、誰でも簡単に操作でき、しかも環境適合型の油分濃度計である。

本稿では、OCMA-300の測定原理や特長を述べ、さらに、最近急増している、精密部品の洗浄効果の確認の用途についても紹介する。

Abstract

HORIBA has developed an oil content analyzer capable of measuring the content of oil in industrial waste water and rivers to high precision. The OCMA-300 automatically analyzes all the processes from sampling of the oil content in water by the highly safe organic solvent CFC-316 through to measurement by non-dispersive infra-red analysis. The OCMA-300 can be operated by anyone, and is environmentally compatible. This paper describes the principle of operation and features of the OCMA-300, and introduces applications for checking the cleanliness of precision components.

1. はじめに

工場や下水処理場からの排水中の油分、また河川や海水中の油分の測定・管理はますます重要となっている。環境保護のためには、連続的な測定を行うとともに、どこでも測定可能な小型でポータブルな油分濃度測定機器が必要となる。

従来、油分濃度の測定方法としては、n-ヘキサン抽出法、ソックスレー抽出法、浸漬法、乳化濁度法、蛍光光度法、赤外吸収法などがあるが、中でも、取り扱いが容易で信頼性の高い非分散形赤外線吸収法は、ポータブルタイプとして優れている。

当社では、永年にわたる赤外線分析技術をベースとして、このたびスイッチ一つで油分の抽出から測定・排出までを自動で実行できる油分濃度計OCMA-300(図1)を開発、製品化した。

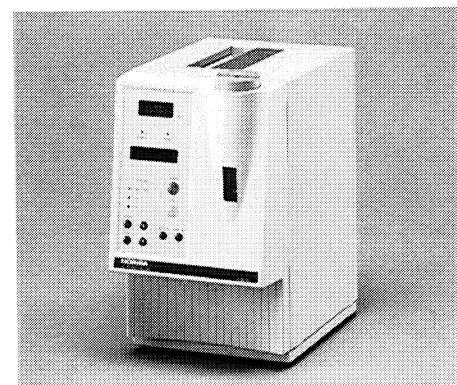


図1 油分濃度計 OCMA-300
Oil content analyzer OCMA-300

2. 測定原理

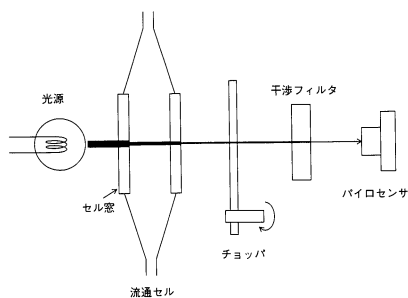


図2 光学系の原理
Principle of optical system

OCMA-300による油分の測定は、試料水中から油分を溶媒中に抽出する工程と、抽出した油分の濃度を赤外線吸収法で測定する二つの工程からなる。

まず抽出工程では、油分が水には溶解せずクロロ・フルオロカーボン(CFC-316)などの有機溶媒にはよく溶解する現象を利用して、試料水中に含まれている油分が溶媒中に抽出される。

次に抽出した溶媒は、水と分離した後、非分散形赤外線分析部に送られる。非分散形赤外線分析部では、図2に示すように、光源からでた赤外線が測定セルを透過する際にセル内の溶媒に含まれる油分により吸収され、チョップで光を断続させて変調した後に油分の固有吸収波長領域(3.4~3.5 μ m)だけを透過させる干渉フィルタを介して検出器に導き、その減衰量から油分濃度を測定する。

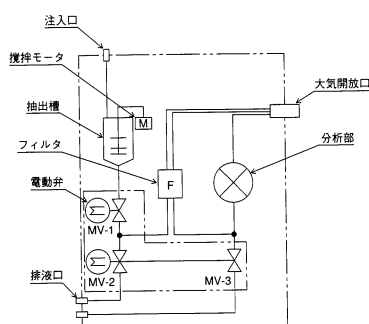


図3 OCMA-300のフロー
OCMA-300 flow chart

3. 基本構成

OCMA-300は図3に示すように、分析部は、試料水から油分を溶媒へ抽出する抽出槽、水と溶媒を分離する水分離フィルタ、油分を検出する非分散赤外線検出器、サンプリングフローを制御する自動切替弁、および配管によって構成される。表示部は、濃度を表示するバックライト付き液晶、動作状況や、エラー内容を表示するキャラクタ表示液晶、および8つのタッチキーより構成される。

4. 仕様と特長

本器の特長として以下の事項があげられる。

- ① サンプルラインに自動切替弁を採用し、試料水と抽出溶媒を定量入れてスタートキーを押すだけで、後は抽出、測定セルへの液送、測定、測定後の排出まですべての操作は自動で行われる。
- ② 測定レンジの切り換えは0~200mg/lの広い測定範囲で不要。
- ③ 最大50件までデータメモリが可能。
- ④ RS-232C、セントロニクスインターフェースを標準装備しており、外部のコンピュータで測定、データ処理が可能。
- ⑤ 50/60Hz電源周波数を共通化し、全国どこでも使用できる。
- ⑥ 測定値の自動安定判別機能を装備。常に安定したデータが得られる。
- ⑦ 測定異常や装置異常を表示する自己診断機能を装備。

表1にOCMA-300の主な仕様を示す。

形式名	OCMA-300
測定方式	溶媒抽出-非分散赤外線吸収分析法
測定対象	試料水から溶媒に抽出され波長3.4μm~3.5μm付近に赤外線吸収を示す物質
測定レンジ	0~200mg/ℓ
分解能	0.99.9mg/ℓ:0.1mg/ℓ 100-200:1mg/ℓ
再現性	0~9.9mg/ℓ:±0.2mg/ℓ±1dig. 10.0~99.9mg/ℓ:±2.0mg/ℓ±1dig. 100~200mg/ℓ:±4mg/ℓ±1dig.
表示方式	バックライト付3桁LCD(測定値表示用) バックライト付キャラクタ表示LCD(16×2文字)(メッセージ表示用)
校正方法	ゼロ、スパン校正:液注入後自動校正
試料水採取量	2:1(試料:溶媒)
抽出溶媒	S-316
抽出溶媒所要量	0~200mg/ℓ:10mℓ
抽出方法	分析部に付属の抽出機能による
周囲温度	0~40℃
電源	AC100V~240V±10% 50/60Hz
消費電力	約80VA
外形寸法	342×200×315(H×W×D)
重量	約7kg
外部出力	RS-232C出力 プリンタ出力(セントロニクス)
測定フロー	液注入後、自動測定(自動切換シーケンス) および、手動測定
その他	50件のデータメモリ機能自己判別機能 測定安定値表示機能 対話形表示形式 時計機能

表1 OCMA-300の主な仕様
OCMA-300 specifications

5. 抽出溶媒

5.1 CFC-316の特長

従来、油分抽出溶媒としては、国内では四塩化炭素(JIS)が、海外ではCFC-113(EPA)が使用されているが、これらの物質はオゾン層保護のため特定フロン、ハロンに指定されており生産及び使用が制限されている。掘場では、次のような特長を持つクロロフルオロカーボン(CFC-316)を採用している。

- ・人体に対する毒性が少なく、安全性が高い。
- ・炭化水素基の吸収波長である3000cm⁻¹にほとんど赤外吸収がない。
- ・蒸気圧が小さく揮発しにくいいため正確な測定ができる。
- ・不燃性のため爆発の危険性がない。
- ・特定フロンではない。

表2にCFC-316の物性表を、図4に各種油分とCFC-316の赤外吸収スペクトルを示す。

5.2 使用済み溶媒の再生

CFC-316は、再生して使用し、ランニングコストを低くすることができる。このため当社では使用済みCFC-316の再生器(SR-300)を開発した(図5)。SR-300は、活性炭と活性アルミナの油分吸着の性質を利用し、溶媒から油分を除去して再度測定溶媒として使用する。また、操作方法はCFC-316のボトル1本分を水分離槽に注ぐと、自動的に再生、回収される。

6. 測定手順

OCMA-300の試料水中の油分測定手順を図6に示す。

通常、測定を行う場合、前回測定した液の影響を取り除くため、試料水を用い

物性	S-316	
化学式	Cl(CF ₂ -CFCl) ₂ Cl	
分子量	304	
沸点(℃)	+134	
凝固点(℃)	-143	
比重(g/mℓ, at 25℃)	1.75	
表面張力(dynes/cm, at 25℃)	27	
粘度(cst, at 25℃)	0.96	
蒸気圧(mmHg)	at 25℃	11.5
	at 50℃	38
屈折率(n _D)	1.380	
水の飽和溶解度(ppm)	5℃	45
	25℃	48
	50℃	55
水への溶解度(ppm)	25℃	4.5
	50℃	7.5
急性経口毒性(LD ₅₀)	52.5g/kg以上	

表2 CFC-316の物性
CFC-316 Physical properties

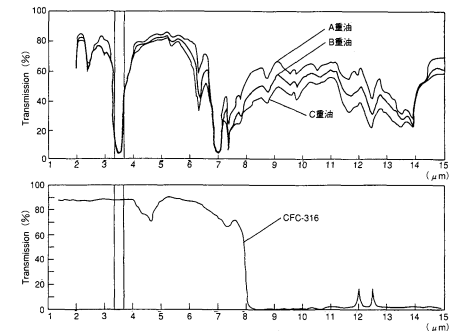


図4 各種油分とCFC-316の赤外吸収スペクトル
Various oil contents and infra-red spectra of CFC-316

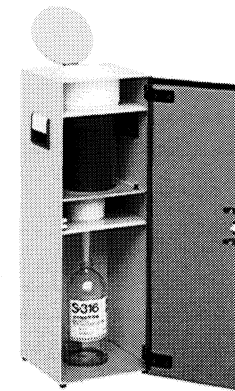


図5 溶媒再生器 SR-300
Solvent reclaimer SR-300

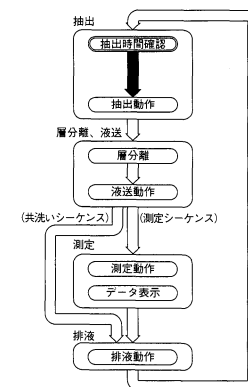


図6 OCMA-300測定手順
OCMA-300 Measurement procedure

て2回ほど共洗いをした後、測定を行う。

- ①抽出溶媒10ml，試料水20mlを付属のシリンジで抽出槽に入れ，塩酸1滴を加え，スタートキーを押す。
- ②共洗い工程の場合は自動的に，抽出，層分離，液送り，排液を行う。
- ③測定工程の場合は自動的に，抽出，層分離，液送り，測定，排液を行う。
- ④測定結果を表示し，データをセントロニクス，あるいはRS-232Cを通して，プリンタあるいはコンピュータへ自動的に出力を行う。

7. 試料中の油分測定における留意点

試料水中の油分測定を高い精度で行うには次のような点に留意する必要がある。

- ①試料水中に洗剤，乳化剤のような界面活性剤を含まないこと。

乳化剤が混入すると，溶媒と試料水とが分離せず，測定値に誤差を生じ分析計の故障にもつながる。

- ②試料水中に砂粒や有機物などの懸濁物を含まないこと。

懸濁物により，水分離フィルタが目詰まりを起こし測定液を送らなくなる。上記の様な試料水の測定時には，装置で直接抽出せず，あらかじめ外部の振とう器などの抽出器で前処理をすることを推奨する。

8. 部品の付着残留油分の測定

OCMA-300は，水溶液中の油分を測定するために開発されたものであるが，最近，部品の洗浄効果を確認する方法として油分測定器を利用する場合が増えてきている。この場合は，部品の残留油分をCFC-316で抽出した後，OCMA-300で測定する方法がとられている。

部品の溶媒による抽出方法は，①部品を抽出溶媒(CFC-316)に漬けて放置する
②超音波洗浄器を用いて油分抽出を行うような2通りの方法がある

油分量は，次の計算式より算出される。

$$a = b (\text{mg}/\ell) c (\text{ml}) \times 2 \div 1000 (\text{mg})$$

a : 部品に残留していた油分量 (mg)

b : OCMA-300の指示値 (mg/ℓ)

c : 抽出に要した溶媒の体積 (ml)

なお，指示値を2倍しているのは，OCMA-300では抽出比率2:1(試料水:溶媒)としているため，これを補正するために必要となる。

9. おわりに

以上述べたように，OCMA-300は高性能で使いやすいポータブル油分計としてさまざまな特長を有しており，発表以来幅広い分野でご利用いただいている。本稿の中でもその一部を紹介したが，最近，精密部品の洗浄管理や，土壌の油汚染の分野でも手軽に使える油分濃度計として用途が広がりつつある。そこで当社では抽出部を取り除き，外部で抽出操作をした後，サンプル液中の油分濃度を簡単

に測定することができる油分濃度計を現在開発中である。本稿で紹介したOCMA-300と合わせて適当な機種を選択することにより、より幅広い分野で使っていただけるものと期待している。

参考文献

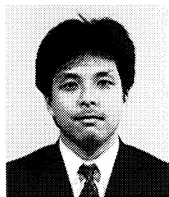
- 1) 日本工業規格, JIS K0102 “工場排水試験方法”。
- 2) 福嶋良助, “油分濃度計(OCMAシリーズ)”, READOUT, No.7, p39-44 (1993)。



藤井 洋

Hiroshi FUJII

環境・工業計測開発部 主任
1987年入社
水質分析装置の設計開発



川本 隆司

Ryuji KAWAMOTO

環境・工業計測開発部
1985年入社
水質分析装置の設計開発

