

# Product Introduction

新製品紹介

## 油分濃度計OCMA-500シリーズ

Oil Content Analyzer OCMA-500 series

西尾 友志

Yuji NISHIO

高坂 亮太

Ryota KOSAKA

水環境保護の観点から環境中に放出される油分の濃度測定・管理は重要である。本稿では、従来よりもユーザビリティに優れ、溶媒使用量を2割削減した新しい油分濃度計OCMA-500シリーズの概要を紹介する。さらに、所定の油水をノルマルヘキサン抽出物質として測定した結果とOCMA-505で測定した結果の比較、およびOCMAの抽出用溶媒種を用いた実験結果の比較を報告する。これらの結果から、OCMA-500シリーズは揮発性の高い低分子の油分測定にも適用可能であることを示す。

Measuring and controlling the concentration of oils released into the environment is essential for aquatic conservation perspective. In this paper, our new oil content meter OCMA-500 series with 20% decrease in the usage of solvents and improved usability is introduced. A comparative measurement results between OCMA-505' NDIR method and n-hexane extract method are also reported, in addition to the measurement results of the comparison of OCMA's extract solvent. These results indicate that OCMA-500 series is applicable to the measurements of oils which are high volatile and low molecular weight.

### はじめに

世界の人口は70億人を超え、人類の活動による地球環境への負荷は増大しつつある。人口が増加し続ける一方で、地球上に人類が飲料水として利用できる水は地球上の水の割合は1%以下であり、水環境の保全は今後一層重

要となる<sup>[1]</sup>。その中で、河川や海洋に放出される油分は水環境汚染の原因となっており、水質汚濁防止法、下水道法においても排水中の油分濃度基準が定められている。**Table 1**に油分測定手法の一覧を示す<sup>[2]</sup>。主な油分測定法としては、日本工業規格(JIS)に重量法(ノルマルヘキサン抽出法)が記載されている。しかし、抽出、分離、溶媒

Table 1 Features of oil concentration measurement method<sup>[4]</sup>

		Gravimetric	Infrared ray			Fluorescence	Gas chromatograph	Turbidity	Quartz resonator	Orgastor
			Fourier transform Dispersive	Non-dispersive	Laser					
Solvent	dichloroethane	possible	possible	possible	unnecessary	unnecessary	possible	unnecessary	unnecessary	unnecessary
	trichloroethane	possible	possible	possible						
	S-316	impossible	possible	possible						
	H-997	possible	possible	possible						
	n-hexane	possible	impossible	impossible						
detection	volatile oil	impossible	possible	possible	possible	possible	possible	possible	possible	possible
	saturate oil	possible	possible	possible	possible	impossible	possible	possible	possible	possible
Standard measurement time		2 hour	3 min	3 min	real-time	continuous	30 min	15 min	real-time	real-time



Figure 1 Appearance of OCMA-500 series

乾固、重量測定といった煩雑な実験操作が必要となる。さらに、溶媒乾固の際に揮発性の高い油分が共沸してしまう。

一方、我々は油分抽出から測定までを自動で実行し、簡便に油分濃度を測定することができるOCMA-300シリーズを販売してきた。簡便な排水中の油分測定法としてはもちろんのこと、油を使用する部品生産工程(主に金属)の残留油分測定として使用されてきた。ここでは、OCMA-300シリーズの後継機種としてOCMA-500シリーズ(**Figure 1**)の特徴をまとめた。OCMA-500シリーズでは、用いる抽出溶媒種によりOCMA-505(H-997を使用)、OCMA-500(S-316を使用)をラインナップしている。

### 測定原理

OCMA-500シリーズでの油分濃度測定は、OCMA-300シリーズで用いられている非分散赤外吸収法(**Table 1**の non-dispersive)を踏襲している(**Figure 2**)。Table 1より他の手法と比較すると、非分散赤外吸収法は揮発性、飽和結合油脂の両者を検出でき、かつ測定時間が短いとい

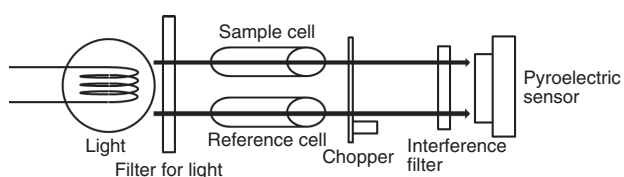


Figure 2 Diagram of light, cells and detector

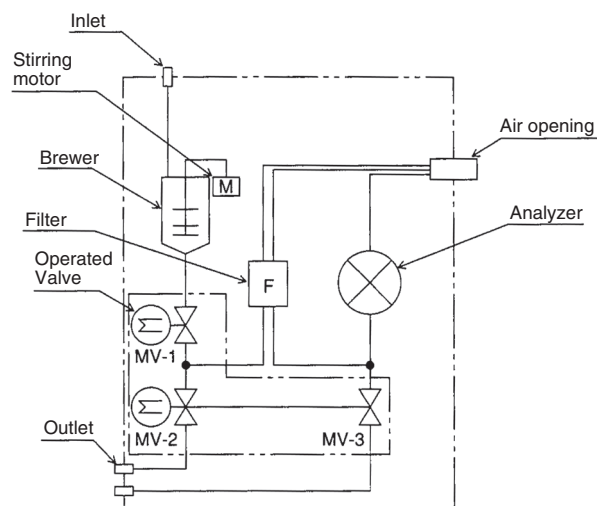


Figure 3 Flow diagram of OCMA-500 series

う特徴がある。光源からの光は油分を抽出した溶媒で満たされたセルに照射される。セルを透過した光は、チョッパーにより変調される。その後、干渉フィルタによって炭素-水素結合間(C-H)の伸縮振動に帰属する吸収波長域(3.4~3.5 μm)のみが検出器(パイロセンサ)に導入される。油分抽出溶媒中の油分濃度が高いほどセルを透過する光が減衰し、焦電効果で発生する電流値が低下する。この電流値を用いて油分濃度を算出することができる。なお、光源の光量変動は光をサンプルセル、リファレンスセルに通すダブルビーム方式によりリアルタイムで補正される。

### 基本構成

OCMA-500シリーズは油分抽出から排液までを全自動で行うことができる。測定フローを**Figure 3**に示す。抽出槽、試料液を送液する自動切替弁、水フィルタ、分析部から構成されている。装置に導入された試料水は抽出槽内で油分抽出溶媒と共に攪拌され、油分が抽出溶媒に抽出される。その後、自動切替弁が開き、抽出溶媒は水頭圧により送液され、水フィルタで水分が除去された抽出溶媒のみが分析部に送液される。

### 仕様と特長

OCMA-500シリーズは、サンプルから油分を抽出し、溶媒の送液、測定、排液までが全自動でできる装置である。OCMA-300シリーズからの改良点を以下に説明する。

油分抽出溶媒のH-997とS-316は、地球温暖化係数がそ

Table 2 Property of H-997

Chemical formula	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CHCl <sub>2</sub> CClF <sub>2</sub> CF <sub>2</sub> CHClF
Molecular weight	208
Boiling point	54°C
Melting point	-131°C
Density	1.55 g/mL (25°C)
Vapor pressure	0.0377 MPa (25°C)
Saturated solubility in water	0.033 g/100 g (25°C)
Acute oral toxicity (LD50)	5 g/kg or more

れぞれ370と5000(S-316の原料)であり、使用は最小限に留めるのが望ましい。環境保全に対する意識が高まる中、計測機自身の環境負荷低減は製品開発の際の必須課題である。そこで、OCMA-500シリーズでは抽出槽の形状をスリム化する等の構造を最適化することによって、油分抽出溶媒使用量を2割削減することに成功した。また、光源に用いられていた鉛パッキンをアルミに変更し、さらに基板上の電子部品をRoHS(Restriction of Hazardous Substances)指令対応とした。また、OCMA-300シリーズを使用しているユーザーからの要望を吸い上げ、より操作性を向上させた。抽出槽界面をLEDライトで照らすことで、抽出槽内での試料水と抽出溶媒の分離の確認を容易にした<sup>[3]</sup>。また、画面に3.5インチカラーLCDを採用した。さらに、USB端子も搭載し、本体の操作やパソコンでのデータ管理が容易となった。以上の結果、環境負荷を低減させつつ、ユーザビリティの向上を達成した。

## 抽出溶媒

OCMA-500シリーズでは油分抽出溶媒としてH-997、もしくはS-316を用いる。日本国内向けにはH-997を提供している。Table 2にH-997の物性表を、Figure 4にOCB標

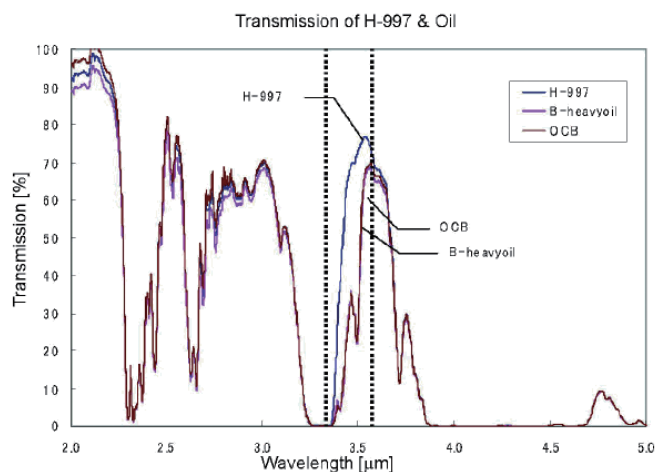


Figure 4 Infrared absorption spectrum of H-997, B-heavy oil and OCB standard solution.

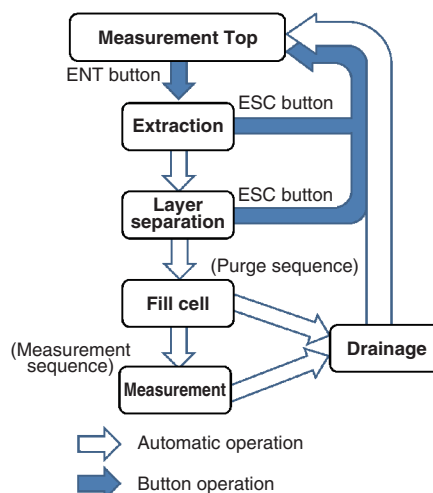


Figure 5 Operation flow of automatic measurement

準混合物質とH-997の赤外域吸収スペクトルを示す。H-997は分子構造内のC-H結合割合が小さいため、3.4~3.5 μmの赤外吸収が少ない。したがって、C-H結合を有する油分が抽出されてくると、C-H結合により赤外線が吸収される。OCMAにおいては、この吸収の差を用いて濃度を算出している。使用済み油分抽出溶媒の再生には、溶媒再生器SR-305を提供している。活性炭と活性アルミナの2重構造となっている。活性炭では油分を、活性アルミナで脱水と低分子極性物質の除去を行なう。この装置の利用により溶媒のリサイクルが可能となり、ランニングコストも低減できる。

## 測定手順

OCMA-500シリーズの測定フローをFigure 5に示す。OCMA-300シリーズに比べ、Figure 6の画面のように操作ガイド(次の手順の選択)表示があるため、取扱説明書を用いなくても操作を容易に行なうことができる。通常の測定をする際は、前回測定した試料水の影響を除くために、試料水を用いて共洗いを2回以上行う。

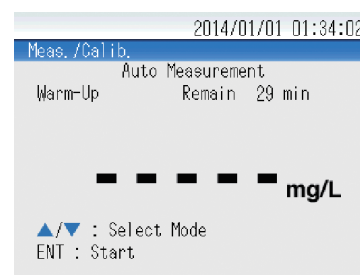


Figure 6 Start of automatic measurement mode

特に前回測定した液と濃度差が100 mg/L以上ある場合は、5回以上共洗いが必要である。代表的な操作手順は次の通りである。

MEASボタン、または上下ボタンにて測定モードを「自動」にする。次にメスシリンダー、または計量シリンジ(溶媒用)を用いて、注入口から溶媒8 mLを注入する。スポイトを用いて、注入口から塩酸1滴を添加する。メスシリンダー、または計量シリンジ(試料用)を用いて、注入口から試料水16 mLを注入する。この順に液を注入する理由は、塩酸が途中で壁面に残ることを防ぐためである。最後にシートキーのENTボタンを押すと、攪拌が開始される。共洗いの工程の場合は、Figure 5のフローのように自動的に抽出、層分離、液送、排液を行う。測定の工程の場合は、自動的に抽出、層分離、液送、測定、排液を行う。測定後に結果が表示され、USBメモリにて測定結果を取り出すことができる。

### 油分濃度計の特性

#### 各種油種の相対感度

排水中の油分濃度管理では、JIS法に規定されているノルマルヘキサン(n-ヘキサン)抽出物質を管理指標とすることが多い。n-ヘキサン抽出物質とは、ヘキサン抽出を行なった後、約80℃でヘキサンを蒸発させたときに残留する物質をいう<sup>4)</sup>。そのため、揮発性の高い油分はn-ヘキサンと共沸してしまい検出できない。Table 3は、各油種を所定量分取したものに1 mLのn-ヘキサンを添加し、80℃にて30分加熱したときの重量変化の結果である。機械油や白灯油のような共沸しやすい油種では残留率がそれぞれ38%と23%と小さく、n-ヘキサン抽出では、これらの定量が困難であることを示唆している。一方、OCMAシリーズでは溶媒の蒸発が不要なため、揮発性の高い油分を溶媒が含んだまま測定することができる。Figure 7は、20 mg/lの油水をOCMA-505(H-997を使用)およびn-ヘキサン法で測定した結果である。n-ヘキサン法での測定においては、油分濃度に対して約20%程度の測定値しか得ら

Table 3 Weight change after adding 1ml of n-hexane to each oil and heating at 80 degree for 30 min.

	B-heavy oil	machine oil	ARB crude oil	heating oil
initial weight (mg)	55.4	60.6	54.6	60.1
weight after heating at 80 degree for 30min (mg)	35.3	23.2	41.6	14.1
residual ratio (%)	64	38	76	23

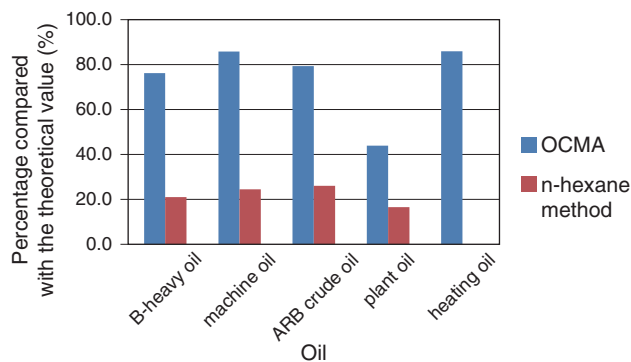


Figure 7 Measurement results of 20 mg/l oily water using OCMA-505 and n-hexane method

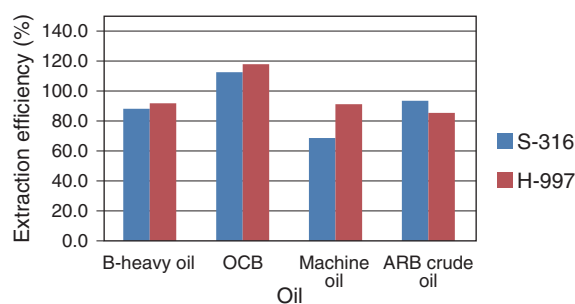


Figure 8 Extraction efficiency of each oil measured by using H-997 and S-316

れなかった。特に白灯油においては、1%以下の回収率であった。一方、OCMAにおいては、植物油を除く多くの油種において約80%の測定結果が得られた。なお、油分濃度に対して100%の測定結果が得られず、各油種での回収率が異なるのは、油分抽出率の違いのためである。

これらの結果は、OCMA-500シリーズが、揮発性の高い低分子の油分測定にも適用可能であることを示している。したがって、汚れによる機能低下や、加熱による匂いや煙発生を抑制する必要がある、金属加工部品の残留した油分(機械油等)の測定には特に有用であると予想される。

#### H-997とS-316各油種の抽出効率の比較

OCMA-500シリーズのH-997とS-316の溶媒を用いたときの各油種における濃度20 mg/L油水の抽出効率をFigure 8に示す。抽出効率 $\eta$ は、

$$\eta = \frac{B}{A} \times 100$$

ここで、A：分液漏斗を用いて溶媒とサンプルを3分間振盪させて抽出した液の測定値、B：OCMA-500シリーズに付属

の抽出槽にて抽出した液の測定値である。なお、OCMA-500シリーズはOCB標準液にて校正した。これらの溶媒における抽出効率の差は、どの油種においてもほぼ同様であった。ただし油種によって抽出効率が異なるため、測定対象油種が明らかな場合は、その油種自身を校正油に用いることが好ましい。

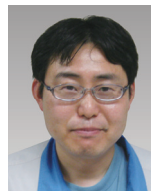
## おわりに

以上で述べたように、OCMA-500シリーズでは、従来よりも溶媒とサンプル量が、それぞれ2割少量で測定が可能であり、バックライト等のユーザビリティを向上した。また、ボタン1つで測定ができる「人と環境にやさしい油分濃度計」である。この非分散赤外吸収法を用いたOCMA-500シリーズは、低濃度の油水や揮発しやすい油分を含むサンプルでも短時間で測定ができる簡便で高性能な油分濃度計である。

近年では環境水のみならず部品の残留油分の指標、土壌中の油分分析など広く用いられるようになり、これらの測定のデファクトスタンダードとなりつつある。今後はさらに食品分野や、清浄度管理(油分)の指標としての活用も期待される。

## 参考文献

- [1] I.A. Shiklomanov, John C. Rodda, World Water Resources at the Beginning of the Twenty-First Century, Cambridge University Press, 13(, 2004)
- [2] 日本電気計測器工業会編, 環境計測器ガイドブック
- [3] バックライトに関する特許申請済
- [4] 日本工業規格, JIS K0102 工場排水試験方法



**西尾 友志**

Yuji NISHIO

株式会社 堀場製作所  
開発本部 アプリケーション開発センター  
液体計測開発部



**高坂 亮太**

Ryota KOSAKA

株式会社 堀場製作所  
開発本部 アプリケーション開発センター  
液体計測開発部