



油分分析の基礎

蟹江 庸久

1. はじめに

油は動物、植物、鉱物から採取される水と相分離する疎水性の物質であり、食用、燃料用、工業用などの幅広い分野で使用されている。空気、水、土壌、金属部品等が含む油分を定性又は定量する分析は、環境分析や品質管理等として実際に行われている。例えば、圧縮空気中に含まれるオイル蒸気やオイルミストの試験方法及び工場排水のノルマルヘキサン抽出物質検定方法、油含有土壌のTPH（全石油炭化水素）試験、金属部品の脱脂効果の検査などが油分分析の方法として挙げられる（表1）。

こうした公定法などのほか電子天秤を用いた重量法と赤外分光光度計を用いた吸光度法、GC-FIDやGC/MSを用いたガスクロマトグラフ分析などの方法もある。油分が含まれる試料の状態や測定したい油分の種類または定量下限により分析方法を選択する（表2）。

今回は赤外分光光度計を用いた吸光度法による油分定量分析を紹介する。

2. 赤外分光光度計を用いた油分の定量分析の原理

赤外分光光度計を用いた油分の定量分析は、吸光度を利用し Lambert-Beer 則に基づく。Lambert-Beer 則は吸光度 A 、モル吸光係数 ϵ 、試料中の油分の濃度 c 、試料の厚さを l とすると次の式で表される。

$$A = \epsilon cl$$

即ち、試料中の油分の濃度は、吸光度と比例関係にあり吸光度から求められる。吸光度は、ほとんどの有機化合物と同じ C-H 基の 3000cm^{-1} から 2700cm^{-1} （赤外分光法は波長の逆数である波数を使用、単位は cm^{-1} ）の吸収帯を利用する。そのため試料が油分以外の有機化合物を含む場合、定量結果への影響を考慮しなければならない。

表1 主な油分の定量分析例

分析対象	油分の状態	油分が含まれる試料の状態	主な分析方法	規格/検定方法/ガイドライン等
圧縮空気中に含まれるオイル蒸気	気体 (蒸気)	気体 (空气中)	活性炭捕集→溶媒抽出→GC/MS ^{※1}	JIS B 8392-5:2005 圧縮空気-第5部：オイル蒸気及び有機溶剤含有量の試験方法
圧縮空気中に含まれるオイルミスト及び液状オイル	液体 (ミスト)	気体 (空气中)	ろ紙捕集→溶媒抽出→吸光度法	JIS B 8392-2:2011 圧縮空気-第2部：オイルミストの試験方法
工場排水のノルマルヘキサン抽出物質	液体	液体 (排水中)	溶媒抽出→重量法	排水基準に定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法 公布日 昭和49年9月30日 環境庁告示64号 付表4 排水中のノルマルヘキサン抽出物質含有量の検定方法
油含有土壌のTPH試験	液体	液体 (井戸水) 固体 (土壌中)	溶媒抽出→重量法 溶媒抽出→吸光度法 溶媒抽出→GC-FID ^{※2} 法	中央環境審議会土壌農薬部会土壌汚染技術基準等専門委員会報告書「油汚染対策ガイドライン - 鉱油類を含む土壌に起因する油臭・油膜問題への土地所有者等による対応の考え方 -」
金属部品の脱脂効果の検査	液体	固体 (金属部品)	溶媒抽出→吸光度法	—

※1 GC/MS : ガスクロマトグラフ質量分析装置

※2 GC-FID : 水素炎イオン化型検出器付きガスクロマトグラフ装置

表2 油分定量の分析例

分析方法	分析方法の概要	油分が含まれる試料の状態	測定対象となる油分の状態	備考	弊社の定量下限値(絶対量)
重量法	溶媒抽出→溶媒の留去→残渣の重量測定	・液体 ・固体	液体 ^{※3} (オイル蒸気を含まない)	—	0.5mg
吸光度法	溶媒抽出→定容→吸光度測定	・気体 ^{※4} ・液体 ・固体	液体 (オイル蒸気を含む)	測定対象となる標準油の検量線が必要。無い場合 OCB 混合標準物質 ^{※5} の検量線を使用	0.01mg ^{※6}

※3 重量法は抽出溶媒の留去の際、一緒に油分が揮発する恐れがあるため、揮発する油分を測定対象から除く

※4 気体試料はろ紙捕集した液状オイルを溶媒抽出した後吸光度測定

※5 2,2,4-トリメチルペンタン(イソオクタン)、ヘキサデカン(セタン)、ベンゼンをそれぞれ 37.5、37.5、25.0 の体積比で混合した標準物質

※6 定量下限は油の種類により変わる (OCB 混合標準物質を用いたときの定量下限値は 0.01mg)

3. 赤外分光光度計を用いた油分定量分析の手順

手順は①抽出溶媒の選択、②標準油の検量線作成、③抽出方法の選択、④溶媒の濃縮及び定容、⑤赤外分光光度計による吸光度の測定、⑥測定した吸光度から油分量を算出の大きく 6 つにわけられる。以下、各手順での注意点を紹介する。

①抽出溶媒の選択

はじめに、有機溶媒を使用して試料から油分を抽出する。2 項から C-H 基の吸収帯の吸光度を読み取るため、それを妨害する同じ吸収が抽出溶媒にあってはいけない。一般に油を溶解するノルマルヘキサンやクロロホルムは、分子構造に C-H 基があるため、油分の測定を妨害する。そこで抽出溶媒は、分子構造に C-H 基のない四塩化炭素を用いる。また、四塩化炭素の代わりにトリクロロトリフルオロエタン等のフロンを使う場合もある。

②標準油の検量線作成

吸光度からの油分量を求める場合、標準油を用いて濃度の吸光度をプロットした検量線が必要である。標準油は測定対象とした油を使う。測定対象とする油が準備できない場合、OCB 混合標準物質を標準油として OCB 混合標準物質換算の油分量を求める。

③抽出方法の選択

抽出方法は試料の形状によって異なる。洗浄抽出、拭取り抽出、超音波抽出、ソックスレ抽出の 3 つから選択する。試料の形状に合わせた抽出法を選択するのが望ましい (表 3)。

④溶媒の濃縮及び定容

濃縮は減圧濃縮、または加熱濃縮を用いる。ただし、揮発性油分は溶媒と一緒に揮散するためこの濃縮操作を行えない。

表3 抽出方法の例

抽出の方法 試料の例	洗浄	拭取り	超音波	ソックスレ
大型の試料	○	○	×	×
表面が平滑な試料	○	○	○	○
表面が粗い試料	×	×	○	○
形状が複雑な試料	△	×	○	×
多孔質な試料	×	×	△	○

○：適切、△：場合による、×：不適切

⑤赤外分光光度計による吸光度の測定

定容した油分を含む四塩化炭素溶液を石英セルに入れて吸光度を測定する。その測定された赤外吸光スペクトルの例を図1に示す。

⑥測定した吸光度から油分量の算出

⑤で求めた吸光度より、検量線を用いて油分量を算出する。以上が赤外分光光度計を用いた油分定量分析の手順である。

4. 赤外分光光度計を用いた油分定量分析の注意事項

微量の付着油分量を測定し金属部品の脱脂効果を評価する場合、試料の保管方法を誤ると思わぬ有機化合物が表面に付着し結果が異なってくる恐れがある。例えば、ポリエチレン製の袋に入れた金属部品から袋の添加剤が微量の付着成分として検出される場合がある。多くの場合、ポリエチレン製の袋は、添加剤に脂肪酸アミドを使用している。

ポリエチレン製の袋に金属部品を入れ、その油分を定量分析した後、定性分析を試みた。その結果は、油分の主成分が脂肪酸アミドとなった(図2、図3参照)。このように微量の有機化合物の付着を防ぐため、試料は有機化合物を含まないアルミホイルなどで包むのが望ましい。

5. おわりに

油分の分析方法は、油や試料の状態により異なる。油分量を正確に測定するため、サンプリング及び分析の方法の適切な選択が必要である。当社はお客様のニーズに合った最適な分析方法を提供している。お気軽にお問い合わせ頂きたい。

参考文献

1. JIS B 8392-5 : 2005 圧縮空気—第5部：オイル蒸気及び有機溶剤含有量の試験方法
2. JIS B 8392-2 : 2011 圧縮空気—第2部：オイルミストの試験方法
3. 昭和49年9月30日環境庁告示64号：排水基準に定める省令の規定に基づく環境大臣が定める排水基準に係る検定方法
4. 中央環境審議会土壌農薬部会土壌汚染技術基準等専門委員会報告書「油汚染対策ガイドライン - 鉱油類を含む土壌に起因する油臭・油膜問題への土地所有者等による対応の考え方 -」
5. 田隅三生：「赤外分光測定法 基礎と最新手法」(2012) (株)エス・ティ・ジャパン

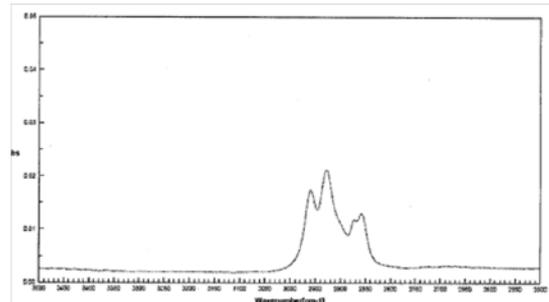


図1 測定された赤外吸収スペクトル

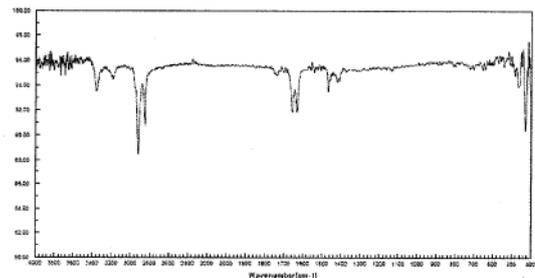


図2 ポリエチレン製の袋に入れた金属部品表面付着物の赤外吸収スペクトル

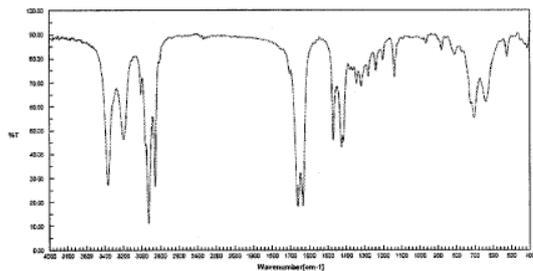


図3 脂肪酸アミドの赤外吸収スペクトル



技術部 試験一課
蟹江 庸久



吹きガラスやろまいか※

永瀬 淳二

※やろまいか：「やりませんか」の美濃弁

私の住む岐阜県美濃地方東部は、良質な粘土とケイ石に恵まれて、志野、織部に代表される美濃焼が発展しました。1819年（文政2年）に、石塚硝子の創業者 石塚岩三郎は長崎の出島でオランダ人からガラス製造法を学び、故郷の下総国（千葉県）への帰途にガラスの原料でもある良質なケイ石を現在の岐阜県可児市土田で発見しました。これを機にガラス製造が始まり、東海地方におけるガラス製造発祥の地となりました。後に石塚硝子は土田から名古屋に移転します。しかし土田は現在もガラス工房が点在しています。このようにガラス製造にゆかりのある地元の広報誌で、ガラス工芸の吹きガラス入門講座生徒募集の記事を見つけました。私は試験・分析業務で毎日のようにガラス器具を扱っています。このような仕事に携わる中で思い掛けずこの記事が気に入り、思い切って申し込むことにしました。

この講座は岐阜県可児市にあるゴミ処理施設「ささゆりクリーンパーク」内にあるわくわく体験館で開催されています。ここは、季節感や話題性を持ったガラスの展覧会や、リサイクルガラスを使ったガラス工芸講座などのイベントが開催されており、吹きガラス講座だけでなくスタンドグラスやトンボ玉の講座もあって、大人から子供まで気軽に本格的なガラス工芸が体験できます。吹きガラス入門講座は、まず講師から基礎技術や制作手順のお手本を見せてもらい、その後に同様の作業を講師のサポートを受けながら進めていきます。各ステップ1回90分で計4回の講座です。



写真1 吹きガラス制作風景

第1ステップ： ガラスの特性を掴むため、高温で溶けているガラス熔解炉から吹き竿を回しながら先端にガラスを巻き取り、球状の透明ペーパーウエイトを制作する。

第2ステップ： 第1ステップの工程にガラスの色付け原料を混ぜて、色付きペーパーウエイトを制作する。

第3ステップ： 息を吹き込み膨らませてコップを制作する。

第4ステップ： 第3ステップの工程にガラスの色付け原料を混ぜて、色付きコップを制作する。

入門講座の第4ステップが修了すると入門講座修業証書を授与され、吹きガラスフリークラスに参加できるようになります。私は、入門講座を修了する頃になると吹きガラス制作に魅了されてしまい、フリークラスで自分の腕を試してみたいと思うようになっていました。

このような心境の中、ある休日の旅行中に偶然ガラスの展覧会でアサガオの花形コップを見つけ、私はこれを次の制作目標としました。早速講師に相談すると、アサガオの花形コップは次の4工程で完成すると助言をもらいました。

①ロートのようにコップの口を広げ下端を細くさせて台座を取り付ける。

②広げた口を花びらのように波打たせる。

③花びらの側面に波状の模様をつける。

④実際に色を付けて完成！

何度もアサガオのコップを作り、ようやく自分の納得する作品が出来上がりました。旅先の展覧会で見かけたコップには遠く及びませんが、自分の目標を達成できた事と、自分の腕が上達している事に満足していました。すると講師から次の吹きガラスの展覧会にアサガオのコップを出品してみないかと思い掛けず誘われたのです。



写真2

作品「あさがお」

この展覧会は、私よりベテランの方々制作した多くの素晴らしい作品が並びます。その中で私の不恰好なコップを出品することは心苦しいです。そこで、誰も作っていない作品を作れば下手、上手の評価はないのではないか。あれこれ考えていたら、電車の中でいくつかの揚げ物の写真が掲載された広告をふと目にしました。その中にエビフライを見つけ、エビフライをガラスで作ったら面白いのではないかと考えました。早速、講師に相談すると、今まで誰も作っていない、と言われ私の狙い通りの制作目標が見つかりました。すぐにエビフライの制作に取り掛かりましたが、シッポと衣の質感をどのように表現する

のか、衣の色は何色で作るのか、などの数々の問題にぶつかりながら、試行錯誤を繰り返してようやく展覧会に出品できるエビフライ3匹を制作できました。手前味噌で恐縮ですが、私の作品を実際に展覧会で見たときは、まるでロウで出来た食品サンプルのような出来栄で、他の作品と比べて異彩を放っているように感じました。

自分のアイデア、作ってみたい作品をガラスで具体化するのは難しいですが、不格好でも完成したときの達成感には言葉では表現できない充実感を与えてくれます。皆さんもぜひ吹きガラスを体験されてはいかがでしょうか。

参考文献

1. 長谷川保和：“魅惑のガラスノート—解説とその具体例—”
(1993) (株)内田老鶴圃
2. 「趣味工房シリーズ チャレンジホビー 夢が実現 わたしだけのガラスの器」(2011.2.1) NHK 出版
3. 可茂衛生施設利用組合 ささゆりクリーンパーク
「わくわく体験館」：<http://www.ctk.ne.jp/~wakuwaku/index.html>

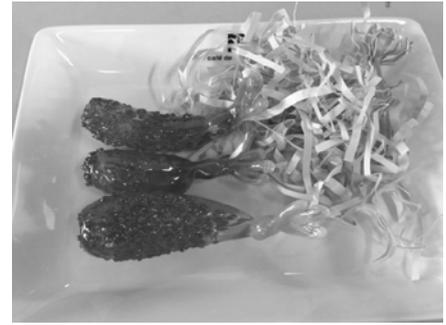
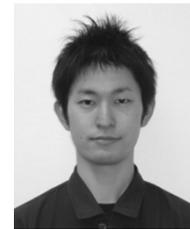


写真3

展覧会に出品した「エビフライ」



技術部 試験一課
永瀬 淳二

お悩み ユニケミー事例簿

当社は社名の由来である「ユニーク&ユニバーサルなケミストリー」をモットーとする分析会社として、お客様から日々寄せられる種々様々な悩みに対して、独自の発想と技術により問題解決の提案に取り組み続けています。本コーナーでは実際にあったご相談や調査事例を紹介いたします。今後、弊社をご利用いただく際の参考として気楽にお読み下されば幸いです。

お悩み No. 12 **原因は思わぬ所から飛んできた**

新設したばかりの家庭用空調機の室外機に付着する茶褐色の汚れについて、原因調査をご依頼頂きました。材質がステンレスのため一般的には簡単に錆びません。しかし EPMA で元素分析を行った結果、鉄の腐食物が認められました。場所のごく普通の住宅地で、近隣に腐食要因となる施設も見当たりません。地図を見ながら現地の様子を詳しく調べると、その住宅の傍に鉄道が通ると分かりました。列車が線路を通過する際、摩擦で微量の鉄粉が飛散します。これが室外機に付着し、もらい錆となってステンレスにまで進行したようです。

線路は動かせませんし、住宅も移動できません。そこで対策として、室外機の表面に樹脂コーティングを施工しました。誰も思っていなかった所が原因となる場合があります。

品質保証のご依頼であっても周辺環境まで考慮して考察する必要があります。

“お悩みごと” お気軽に弊社営業部まで、ご相談ください。

株式会社ユニケミー 営業部

TEL : 052-682-5619

FAX : 052-679-6281

E-mail : eigyobu@unichemy.co.jp