

# 技術資料

## 物品表面に残存・付着した油分の検出

エタノール溶出 ポリニッパム混濁法による  
Turbidimetry with PNIPAAm Extraction after Ethanol Elution

検出範囲 油の絶対量として0.5～5 mg(≒μL)程度  
(得られる値はA重油換算値です)

主要試薬 エタノール、ポリ(N-イソプロピルアクリルアミド)

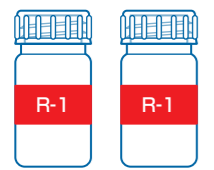


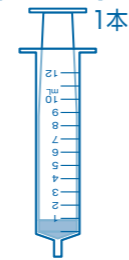
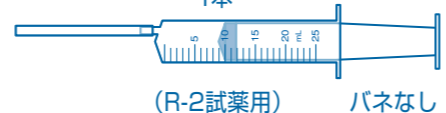

所要時間 約10分




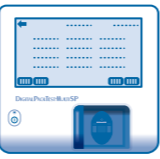
### はじめに

金属部品や繊維等の工業製品に油分が付着すると、表面の撥水性、潤滑性、耐蝕性、べたつき具合等に影響を及ぼします。このため、塗装や染色などの後工程に不具合が生じたり、手触り感が左右されたりする場合があります。油分量の一般的な測定法として、必要に応じて非極性溶媒で溶出させた後に、赤外分光法やガスクロマトグラフ法が利用されていますが、いずれも煩雑な操作や専門の測定設備を必要とするために日常的な利用には限界があります。この資料では、エタノール溶出と水溶性高分子抽出法による、油分量概略値の簡易測定方法を紹介します。物品表面に付着した油分のスクリーニングや、洗浄後の残存量チェック等にご利用ください。本法は、比濁法により土壤中油分を簡便・迅速に測定する技術<sup>1)</sup>を応用したもので、「土壌油分検出セット」(型式:SOA-OIL2)の補充品・別売品を使用します。

1)村居,石井,奥村,岡内 分析化学,60,939(2011)

### 準備するもの 測定に先立ち、以下をそれぞれご用意ください。

<b>R-1試薬</b> 【材質:PP(容器)】 2本 ※中に試薬(白色固体)が入っています。右記に従い、溶液を調製してください。  (検体表面からの油分溶出)	<b>R-2試薬</b> 【材質:PP(容器)】 1本  (凝固剤)	<b>R-3試薬</b> 【材質:PP(容器)】 1本  (溶解液・セロ調整用)	<b>10mLシリンジ</b> 【材質:PP,PE】 1本  (R-1試薬用)	<b>20mLシリンジ</b> 【材質:PP,PE(本体)】 1本  (R-2試薬用) バネなし  <b>20mLシリンジ</b> 【材質:PP,PE(本体)】 1本  (R-3試薬用) バネ付き
---	--	--	---	---

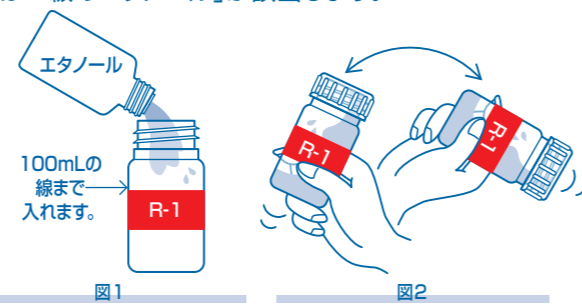
<b>土壌油分用ビン</b> (型式:SOA-OIL-BT) 【材質:PP】 15個 (検液の調製用) 再使用可能 	<b>ピンセット等</b> … 検体の出し入れに必要 1本  (検体用)	<b>測定機 … いずれか1台で測定可能</b> <b>土壌油分検出計</b> (型式:DPM2-S-OIL)  <b>デジタルパーティクルカウンター</b> (型式:DPM-MTSP)  測定項目「土壌油分」
--	---	--

### エタノール(エチルアルコール) (99.5%以上のもの) … 15回測定分で200mL必要

- 薬局で入手できる「無水エタノール」が該当します。「消毒エタノール」は使用できません。
- 試薬メーカーの代理店から入手の場合、「99.5%以上の特級または一級のエタノール」が該当します。
- 「燃料用アルコール」は使用できません。

#### [R-1試薬溶液の調製]

1. R-1試薬(白色固体)が入っているビン(2本)の100mLの線まで、別途用意したエタノールをそれぞれ加えます。(図1)
  2. キャップをして10回程度上下に転倒させて振り混ぜ、ビンの中の試薬を完全に溶かします。(図2)
- 裏面の検出操作 ② では、このR-1試薬溶液を使用します。



### 検体の形状について

対象とする検体として、規定の「土壌油分用ビン」(容量100mL、口内径 3.1cm)に入り、ピンセット等で回収できる数cm程度の物品を想定しています。

- ・検体が大きい場合は、あらかじめ破碎してください。
- ・検体が粉体状の場合は、さらに土壌油分用カラム(15本入)(型式:CLM-OIL15)と土壌油分カラム用コネクタ(型式:SOA-OIL-C)をご用意いただくことで対応可能です。裏面の「検体が粉体の場合」をご参照ください。



### 測定機の表示値について

測定機に表示される数値は、**R-1試薬溶液に溶け込んだ油分の絶対量(単位:μg)**に相当します。必要に応じて、検体の個数・重量・表面積等を記録しておき、個数あたり・重量当たり・表面積あたり等の値を求めてください。

[例] 表面積5cm<sup>2</sup>の検体を測定に供し、測定機で「2500」の数値が得られた場合  
油分検出量は 2500μg = 2.5mg、表面積あたりでは 2.5mg/5cm<sup>2</sup> = 0.5mg/cm<sup>2</sup>

※ 測定機は「土壌油分検出セット」用の機器をそのまま使用しますので、機器仕様上の単位表示が「mg/kg」となっています。上記のように表示される数値を付着油分検出値のμg数と読み替えてください。

### 対象油種について

測定機で表示される値はA重油換算値です。油の種類によって検量線が異なるため、**得られる値は付着油分量の相対尺度**とご理解ください。また、エタノールで溶出できない油種には適用できません。右記の油種については、表示値に係数を乗じて補正ができます。

エンジンオイル… 表示値 × 0.9	切削油剤(JIS K 2241 区分)
A重油… 表示値 × 1.0	N3種… 表示値 × 1.2
軽油… 表示値 × 1.0	A1種… 表示値 × 1.2
灯油… 表示値 × 1.5	A2種・A3種… 検出できません
ガンリン… 検出できません	

### 器具の取扱い上の注意

- ・測定に用いる土壌油分用ビンは繰り返し使用できます。使用後にブラシ等を用いて水道水でよく洗ってください。多量の油分が検出された場合は、ビンにエタノールや洗剤等で洗浄した後、よくすすいでください。
- ・測定機の保守・取扱い上の注意は、各測定機に付属の使用法をご参照ください。

### 使用前、使用後の取扱い注意

**応急措置** 試薬・検液が **目に入ってしまったら** → すぐに多量の水で洗い流してください。  
 試薬・検液が **皮膚や衣服にふれたら** → すぐに水で洗い流してください。  
 試薬・検液が **口に入ってしまったら** → すぐに水で口の中を洗い流してください。  
 試薬・検液を飲み込んだり、上記の措置後に異常がある場合には、すぐに医師の診断を受けてください。特に試薬を飲み込んだ場合には、水または牛乳を多量に飲み、すぐに医師の診断を受けてください。

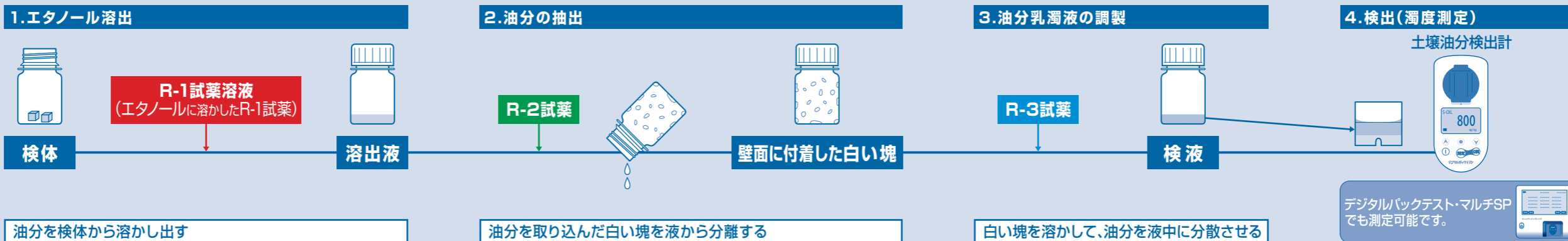
- 保管** 試薬類は、なるべく早くご使用ください。いずれの試薬も直射日光が当たらないようご注意ください。
- 廃棄** 各関係法令に従って適切に廃棄してください。

#### 試薬に関するお知らせ

補充用土壌油分試薬(型式:SOA-OIL-RR)は、取扱い者へのSDSの提供を義務づけた「PRTR法」、「労働安全衛生法」および「毒物及び劇物取締法」には該当しません。  
 R-2試薬および廃液には、フェノール類の一種であるチモールが2.5mg/回含まれます。  
 R-1試薬の溶解のために別途用意するエタノール(99.5%以上)は、「消防法 危険物第四類 アルコール類」「労働安全衛生法施行令 名称等」を表示し、または通知すべき危険物及び有害物等に該当します。取扱い、運搬、廃棄等の際はご注意ください。詳細はエタノールに付属のSDSをご参照ください。

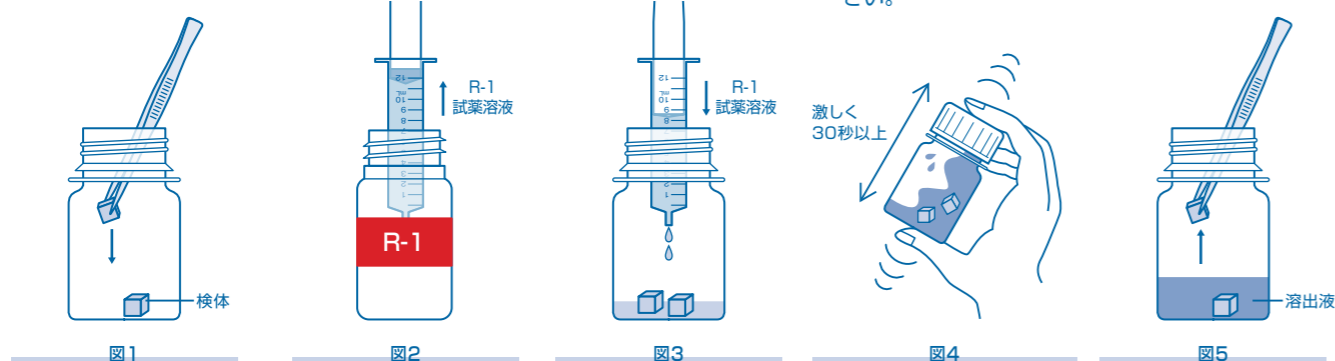
# 検出操作

## フローチャート



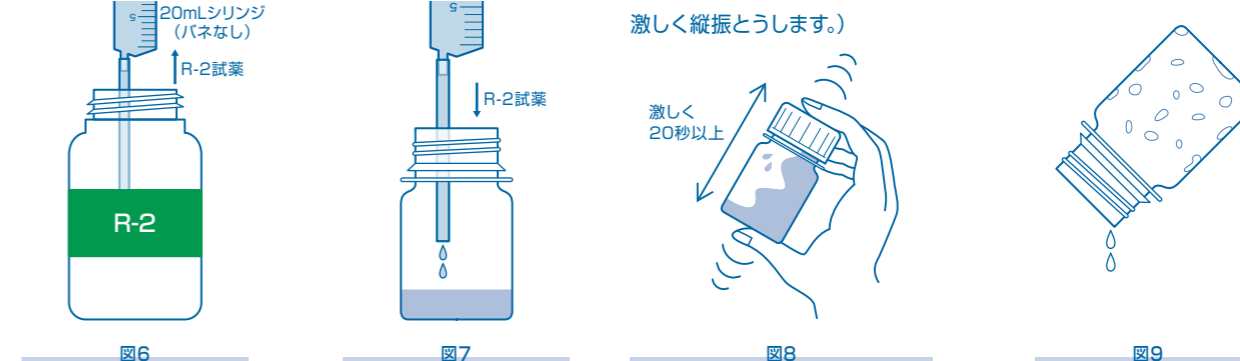
### 1. エタノール溶出

- ① 土壌油分用ピン(以下、ポリピン)にピンセットで検体を入れます。(図1)  
必要に応じて、検体の重量や個数、表面積等を記録してください。
- ② 10mLシリンジをR-1試薬溶液(準備については表面参照)の入ったピンに差し込み、押し棒を最上部まで引いて、約12mLを吸い込みます。(図2)
- ③ 全量をポリピンに加えます。(図3)
- ④ キャップをして、激しく30秒以上縦振とうし、表面の油分を溶出させます。(図4)  
※検体の形状に応じて、溶出時間を適宜調整してください。
- ⑤ 検体をピンセットで取り出し、残った液を溶出液とします。(図5)



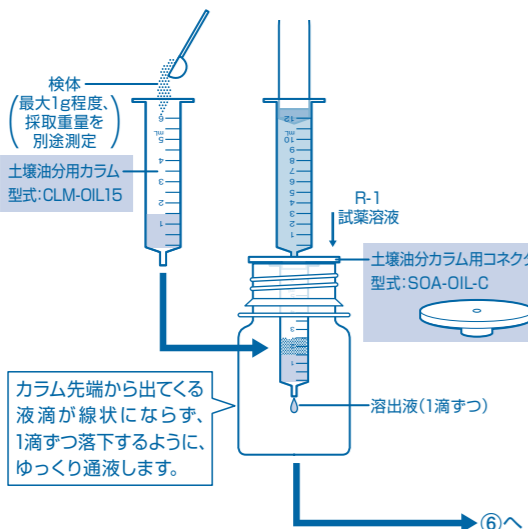
### 2. 油分の抽出

- ⑥ 20mLシリンジ(パネなし)をR-2試薬が入ったピンに差し込み、押し棒を最上部まで引いて、約25mL吸い込みます。(図6)(ノズル付きの為、シリンジ内の液面は23~24mLになります。)
- ⑦ ⑥の全量をポリピンに加えます。(図7)(入れた時点より、液は白濁します。)
- ⑧ キャップをして、激しく20秒以上縦振とうし、ポリピンの内壁に白濁を全て付着させます。(図8)(縦振とう後20秒ほど待つと、気泡が消えて透明になります。液が透明にならない場合は再度激しく縦振とうします。)
- ⑨ キャップを開けたときに液面に大きな白い塊が浮いている場合は、再度、5秒ほど軽く縦振とうし、壁面に付着させます。キャップを外し、透明になった液を捨て、液をよく切ります。(図9)



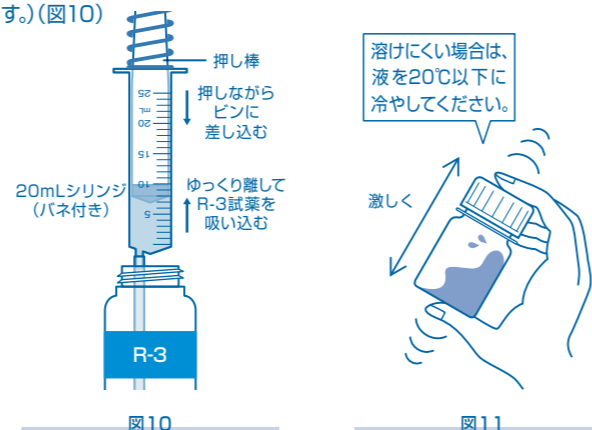
### 検体が粉体の場合

専用の溶出用カラムに検体を取り、R-1試薬溶液を通過して油分を溶出します。



### 3. 油分乳濁液の調製

- ⑩ 20mLシリンジ(パネ付き)の押し棒を押し込める位置まで押し、R-3試薬が入ったピンに差し込み、押し棒をゆっくり離します。(ノズル付きの為、シリンジ内の液面は約8mLになりますが採取量は10mLです。)(図10)
- ⑪ ⑩の全量をポリピンに加えます。キャップをして激しく振とうし、壁面に付着した白い塊をすべて溶かします。気泡が消えるのを待ち、検液とします。(図11)



### 4. 検出(濁度測定) : 土壌油分検出計(または デジタルバックテスト・マルチSP [測定項目 OIL-S])を用います。

- ⑫ 対照液(R-3試薬または純水)を専用カップの標線(1.5mL)まで入れます。(図12)
- ⑬ 長押しで電源を入れ、専用カップのガイドが手前になるようにセルボックスにセットします。(図13)
- ⑭ 0調ボタンを押します。ゼロ調整終了後、専用カップを取り出します。(図14)
- ⑮ 対照液を捨て、よく水を切ります。⑩の検液を専用カップの標線まで入れ、セルボックスにセットします。(図15)
- ⑯ 測定ボタンを押します。(図16)
- ⑰ 検体に付着した油分の絶対量( $\mu\text{g}$ )が表示されます。(図17)  
詳細は各測定機に付属の使用法をご参照ください。結果の求め方は表面の「測定機の表示値について」をご参照ください。  
※機器の仕様上、単位表示が「mg/kg」になっていますが、数値部分のみを油分の $\mu\text{g}$ 数と読み替えてください。

