

ASTM D7575 に準拠した水中油分およびグリースの無溶媒測定

Agilent Cary 635 FTIR および OSS 社 ClearShot 抽出技術の活用



著者

Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.
Mulgrave, Victoria, Australia

Graham Roeber
Orono Spectral Solutions
(OSS) Inc.
Maine, United States

概要

環境、産業、および公衆衛生要件を満たすためには、水中の炭化水素を正確に測定することが不可欠です。油分およびグリース（O および G）は、1974 年制定の水質浄化法で規制された 5 種類の一般汚染物質に含まれています。また、国家汚染物質排出除去システム（NPDES）許可制度、前処理プログラム、および産業排水ガイドラインの対象にもなっています。O および G は、pH に次いで 2 番目に規制対象となることが多い汚染物質でもあります。

最新の規制要件に準拠し、溶媒を使用した従来の手法に伴う課題を解消するため、アジレントは Orono Spectral Solutions (OSS) 社とのパートナーシップを通して、ASTM D7575 に基づく、溶媒を使用しない検証済みの O および G 測定ワークフローを実現しました。このワークフローでは、OSS 社独自のメンブレン抽出技術と、堅牢で使いやすい Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計および Agilent MicroLab ソフトウェアを組み合わせで使用します。

はじめに

環境、産業、および公衆衛生要件を満たすためには、水中の炭化水素を正確に測定することが不可欠です。油分およびグリース（O および G）は、1974 年制定の水質浄化法で規制された 5 種類の一般汚染物質に含まれています。また、国家汚染物質排出除去システム（NPDES）許可制度、前処理プログラム、および産業排水ガイドラインの対象にもなっており、pH に次いで 2 番目に規制対象となることが多い汚染物質でもあります。

オゾン層破壊物質の使用を規制するモントリオール議定書が採択されるまでは、炭化水素の分析に、フレオン抽出を用いた赤外線分光分析（IR）が広く使用されていました。フレオンとは、C-H 結合を持たないクロロフルオロカーボン（CFC）溶媒です。この溶媒を使用することで、抽出した炭化水素を、長光路長の液体セルを使用して直接 IR 測定できるようになりました。

1989 年に CFC の段階的削減が始まると、米国環境保護庁（EPA）は、フレオンを使用した赤外試験を廃止し、抽出および重量分析に n-ヘキサンを使用する EPA メソッド 1664 に置き換えました。このメソッドは有効である一方、いくつかの問題がもたらされました。

- 安全リスク：n-ヘキサンは可燃性が高く、防爆換気設備が必要
- 健康リスク：n-ヘキサンは生殖障害につながる神経毒であることが広く知られている
- 環境への負荷：EPA メソッド 1664 の分析による n-ヘキサンの使用量は年間 110 万リットルにのぼると見積もられている
- より長い時間と多くの労力を要するワークフロー

EPA メソッド 1664 に相当する ASTM D8193 メソッドでは、抽出溶媒としてシクロヘキサンを使用します。このメソッドは高感度であり、シクロヘキサンに対する環境および健康上の懸念は n-ヘキサンほど多くありませんが、依然として、抽出法には多くの時間と労力がかかります。

ASTM D7575（赤外測定による、無溶媒でメムブレン回収可能な油分およびグリースの標準試験メソッド）は、従来のメソッドに代わる、溶媒を用いない最新メソッドであり、上記の課題を解決します¹。溶媒による抽出が、Orono Spectral Solutions（OSS）社で開発された使い捨て式の抽出メムブレンに置き換わり、このメムブレンで測定対象の水サンプル中から炭化水素を直接捕集し、濃縮します。

最新の規制要件に準拠し、溶媒を使用する従来の手法に伴う課題を解消するため、アジレントは OSS 社とのパートナーシップを通して、ASTM D7575 に基づく、溶媒を使用しない検証済みの O および G 測定ワークフローを実現しました。

このワークフローでは、OSS 社独自の ClearShot メムブレン抽出技術と、Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計（図 1）および Agilent MicroLab ソフトウェアを組み合わせて、最小限のサンプル前処理で高速分析を行えます。



図 1. 透過アタッチメントを装着した Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計

Cary 635 FTIR は優れた性能を備え、コンパクト設計のため貴重なラボスペースを節約できます。また、直感的なインターフェースは操作が簡単で、わずかなトレーニングで使いこなせるため、初めてのユーザーにとっても経験あるユーザーにとっても使いやすいシステムとなっています。さらに、画像を中心とした視覚的な MicroLab ソフトウェアにより、データの取り込みや解析がさらに効率化されるため、最小限のユーザー操作で再現性の高い結果が自動的に得られます。OSS 社とアジレントのパートナーシップから生まれた包括的なソリューションは、ラボ、施設、および現場チームのラボ内およびアットライン試験環境をサポートします (図 2)。

実験方法

メソッド検証と実験性能

定量性能を検証し、ASTM D7575 への準拠を実証するため、油分およびグリースの濃度範囲が 5 ~ 200 mg/L (ppm) の独立した水サンプルを OSS 社製抽出メンブレンで前処理し

た 7 種類のサンプルを用いて、実験的な妥当性評価を行いました (表 1)。各サンプルの油分濃度は、独立した検証方法により抽出前にわかっていました。

表 1. O および G の測定値と独立した検証方法 (抽出前) で確認された既知の値との比較

	CSD 1	CSD 2	CSD 3	CSD 4	CSD 5	CSD 6	CSD 7
測定値 (ppm)	7.32	14.64	58.58	95.19	121.55	153.76	191.84
独立検証値 (ppm)	7.5	15.0	16.0	95.0	120.0	155.00	190.00



図 2. 溶媒を使用しないシンプルな高速ソリューションによる水サンプル中の油分およびグリース (O および G) の分析: OSS 社 ClearShot 抽出技術と、高性能でありながらコンパクトで使いやすい Agilent Cary 635 FTIR を組み合わせて使用します。また、Agilent MicroLab ソフトウェアにより、分析がシンプルな 3 ステップに効率化されるため、わずかなトレーニングで済みます。

すべてのサンプルは、標準化された ASTM D7575 ワークフローに従って処理し、透過アタッチメントと MicroLab ソフトウェアを組み合わせた Cary 635 FTIR 分光光度計で、赤外透過法にて測定されました (図 3)。

MicroLab ソフトウェアでそのまま使えるメソッド (フィルタセットに付属) を使用すれば、 $2,920\text{ cm}^{-1}$ に現れるバンドのピーク高さ (デュアルベースラインを使用) から、サンプル中の油分およびグリースの濃度 (ppm) を直接計算できます。メソッドの有効化後は、画像を中心とした視覚的なソフトウェアの指示に従えば、分析ワークフローを完了できます。

分析手順

1. 均質化したサンプルを OSS 社製抽出メンブレンでろ過します。メンブレン上に炭化水素が捕集され、濃縮されます。
2. 短時間空気乾燥して、メンブレンを赤外分析用に準備します。
3. OSS 社提供のカード型メンブレンホルダーを使用して、メンブレンを Cary 635 の透過アタッチメントに直接セットします。
4. Cary 635 FTIR が赤外スペクトルを数秒で取得します。MicroLab ソフトウェアにより、脂肪族炭化水素の C-H 伸縮振動を表す $2,920\text{ cm}^{-1}$ の吸収ピークの高

さをもとに、検量線を使用して、水中油分 (OIW) 濃度が自動的に計算されます。

5. 色分けされた結果が、ユーザーの設定したしきい値に従って表示されます (図 4)。

必要に応じて、結果を自動的に PDF レポートや結果ファイル形式 (CSV など) にエクスポートでき、データリポジトリや運転時適格性評価 (OQ) 管理システムとの連携が可能です。

この効率的な分析メソッドには利点がいくつかあります。



図 3. OSS 社とアジレントによる油分およびグリースの測定ワークフロー

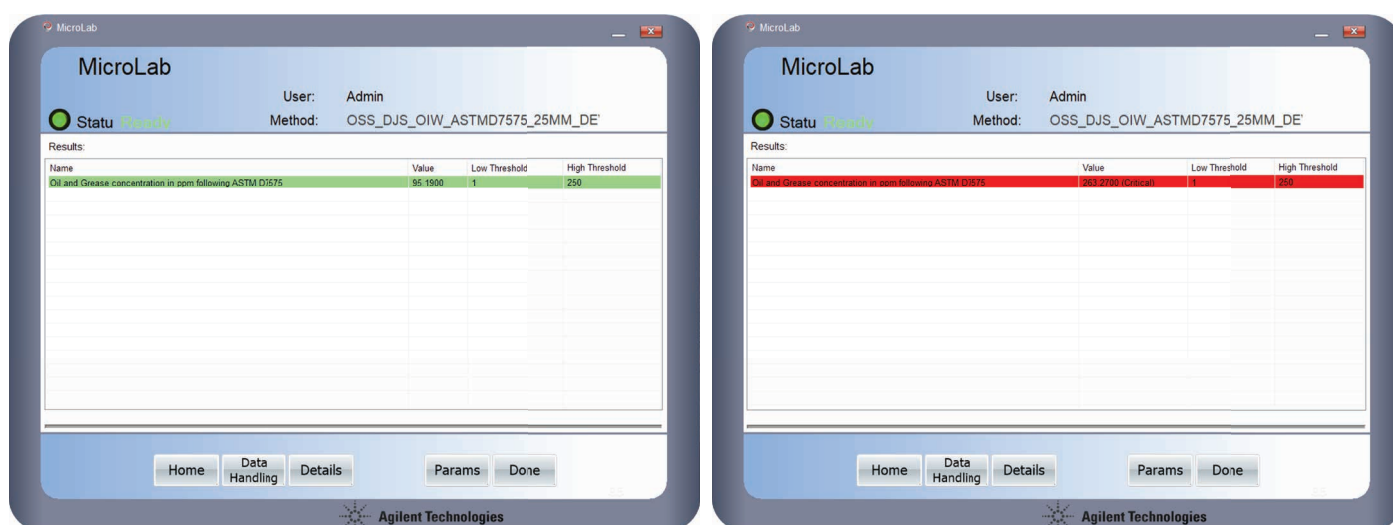


図 4. ユーザーが定義したしきい値に基づき、Agilent MicroLab ソフトウェア上で色分けされて表示された水中油分濃度の結果

OSS 社 + Agilent Cary 635 による油分およびグリース測定ワークフローの主な利点

- n-ヘキサン、S-316、危険な廃液を扱う必要のない完全な無溶媒アプローチ
- 最小限のサンプル前処理と短時間の乾燥で高速分析
- 運用コストの削減 — 溶媒の購入、保管、破棄が不要
- 安全で環境に配慮したワークフロー
- 高精度の FTIR 検出により優れた再現性と感度を実現
- 測定場所まで持ち運べる可搬型のコンパクトな装置
- ASTM D7575 への準拠が検証済み

結果と考察

広い濃度範囲にわたる精度

図 5 に、7 種類のサンプルから取得したスペクトルを示します。また、対応する O および G の濃度値を表 1 に示します。このデータから、5 ~ 200 ppm の全濃度範囲にわたって測定濃度と独立した検証方法による濃度がほぼ一致していることがわかります。この結果は、以下のことを示しています。

- O および G が低濃度でも高濃度でも、炭化水素の回収率が正確である
- メソッドの有効範囲の下限および上限にバイアスが認められない
- OSS 社製メンブレンによる抽出プロセスの性能が多様なサンプルにわたって一貫している

上記の内容は、このメソッドが、濃度が大きく異なる可能性のある実際の水サンプル中の油分およびグリースの測定に適していることを裏付けています。

検量線の直線性と定量的相関

定量性能の検証結果をさらに裏付けるため、 $2,920\text{ cm}^{-1}$ の FTIR 吸収ピークの高さと独立した検証方法による油分濃度との関係性を評価しました。

ピーク高さと濃度の関係を示す検量線は優れた直線性を示し、 R^2 値は試験範囲にわたって 0.99 を超えました（図 6）。

この高い相関は以下のことを示しています。

- 抽出メンブレン上の炭化水素質量の増加に対する FTIR の直線的な吸収強度変化
- スペクトルデータから O および G 濃度 (mg/L) の報告値への信頼性の高い変換
- OSS 社の抽出技術と組み合わせた Cary 635 FTIR のキャリブレーションモデルの堅牢な定量性能

この高い決定係数から、 $2,920\text{ cm}^{-1}$ に現れる脂肪族の C-H 伸縮振動バンドが、ASTM D7575 に基づく油分およびグリースの測定において安定した定量分析信号を提供することが確認されました。

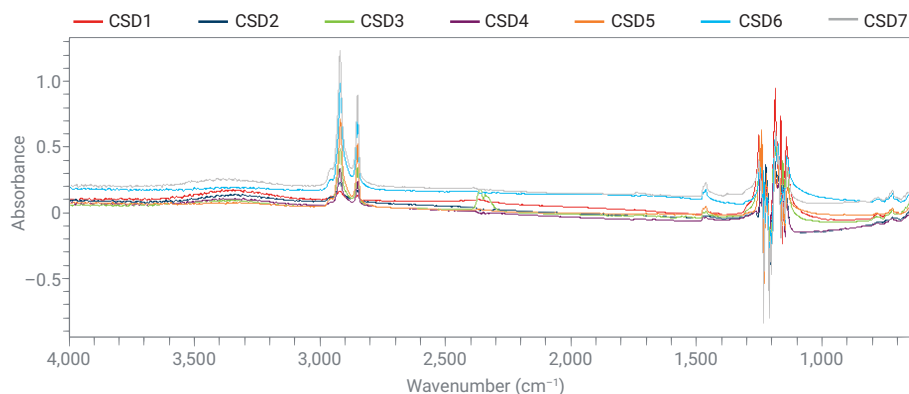


図 5. 7 種類の油分およびグリース（O および G）サンプルの FTIR スペクトル。濃度範囲にわたって一貫した吸収強度変化が得られています。

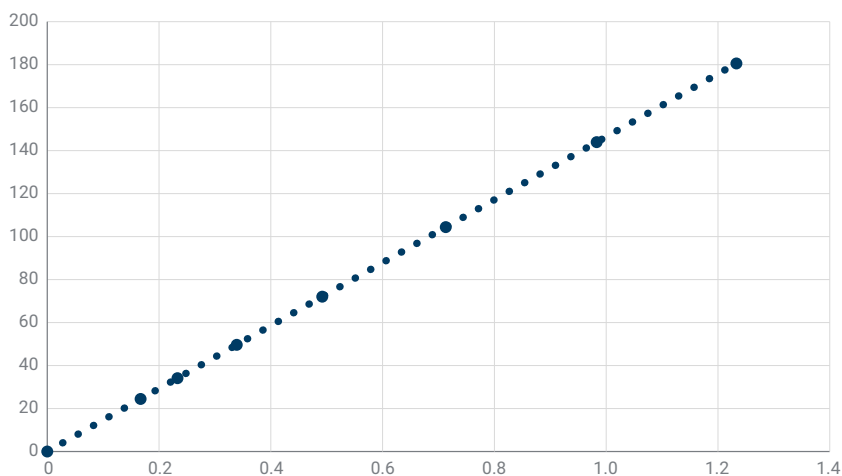


図 6. ピーク高さと油分およびグリース（O および G）濃度の関係を示す検量線（ $R^2 > 0.99$ ）

検証結果のまとめ

独立した検証方法にて確認済みの幅広い濃度範囲のサンプルから得られた実験データから、OSS 社 + Agilent Cary 635 FTIR の統合ワークフローについて以下のことが確認されました。

- 油分およびグリースの濃度が約 5 ～ 200 ppm の範囲にわたって正確に測定されること
- 赤外吸収強度と濃度との間に優れた直線性があること ($R^2 > 0.99$)
- 規制レポートの作成およびプロセスのモニタリングに適した、信頼性と再現性の高い結果が得られること

これらの検証結果から、ASTM D7575 メソッドを、OSS 社のメンブレン抽出技術と Agilent Cary 635 FTIR を組み合わせて実行することにより、溶媒を使用した従来の油分およびグリース分析メソッドを確実に置き換えることのできる、溶媒を使用しない検証済みのソリューションが実現することが実証されました。

結論

Orono Spectral Solutions (OSS) 社とアジレントのパートナーシップにより、溶媒を使用した油分およびグリース (O および G) 分析メソッドに代わる、持続可能で効率的な最新の分析メソッドが実現します。OSS 社のメンブレン抽出技術と、優れた性能を備えた実績ある Agilent Cary 635 FTIR を統合することで、ラボではリスク、コスト、および環境への影響を低減しながら、規制要件を満たすことができます。

この共同ソリューションにより提供される、ASTM D7575 に準拠した信頼性の高い炭化水素測定メソッドがあれば、組織はより安全かつ迅速に、さらに持続可能な方法で水質モニタリングを行えるようになります。機器の購入時に OSS 社よりマクロを入手できます。アプリケーションに適したマクロをご希望の場合は、info@ossmaine.com までご連絡ください。

このアプリケーションノートでは、メソッドについて簡単に説明しました。詳細については、Orono Spectral Solutions (OSS) 社またはアジレント・テクノロジーにお問い合わせください。ご要望に応じて、両社チームのライブデモまたはウェビナーもご利用いただけます。

参考文献

1. ASTM International. Standard Test Method for Solvent-Free Membrane Recoverable Oil and Grease by Infrared Determination; ASTM D7575-11(2017); ASTM International, 2017. <https://store.astm.org/d7575-11r17.html> [store.astm.org]

製品情報

- Agilent Cary 635 FTIR 分光光度計
- Cary FTIR アタッチメント
- Agilent MicroLab ソフトウェア
- FTIR 分析およびアプリケーションガイド
- FTIR 分光分析法の基礎 - FAQ
- 透過型 FTIR 分光分析

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-016881

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2026

Printed in Japan, September 8, 2026

5994-9333JAJP