

Application News

No. A547

光吸収分析

IR Pilot による切削油剤中脂肪油分の定量分析

この度、当社より発売した IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクトな FTIR です (図 1)。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしたユニークなデザインを採用しました。また、液体セルや KBr 錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1 回反射型 ATR 装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのままお使いいただける特長もあります。

また、IRSpirit シリーズの装置制御・データ解析を行うソフトウェア LabSolutions IR には、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定 of 4 種類の測定、解析を簡便に行うことができ、分析をアシストする専用プログラム (IR Pilot) があります。これは、画面の指示に従って操作するだけで、正しい手順で、測定から解析、印刷までを行うことができる機能です。23 通りの専用プログラムを標準装備しており、よく使うプログラムについては、メインメニューに 4 つまで登録することができます。

今回は、IR Pilot を使った切削油剤中脂肪油分の定量分析についてご紹介いたします。

R. Fuji



図 1 小型 FTIR IRSpirit の外観

■ 切削油剤中脂肪油分の定量分析

JIS K 2241 「切削油剤 (追補 1)」には、不水溶性切削油剤の脂肪油分試験、全硫黄分試験、水溶性切削油剤の全硫黄分試験について規定されており、不水溶性切削油剤の脂肪油分試験方法にはけん化法による試験と赤外分光光度計による試験の 2 種類があります。

ここでは、Application News No. A468A 「1 回反射 ATR 法を用いた切削油剤中脂肪油分の定量 -JIS K 2241 に沿った脂肪油分試験」の内容を、IR Pilot で実施した例をご紹介します。

■ 脂肪油分の検量線

まず、LabSolutions IR の定量測定で検量線を作成するため、流動パラフィンをベースに、市販のサラダ油を 5.0、7.5、10.0、12.5、15.0% (質量分率 %) 添加した標準試料を調製しました。測定は、IRSpirit に 1 回反射型 ATR 測定装置 QATR-S を付属させたシステムで行いました。ダイヤモンド製の ATR プリズム上に標準試料を滴下してスペクトルを取得した後、 1749.17 cm^{-1} のピーク強度にて検量線を作成しました。各標準試料の 1749.17 cm^{-1} のピーク拡大図を図 2 に、検量線を図 3 に示します。

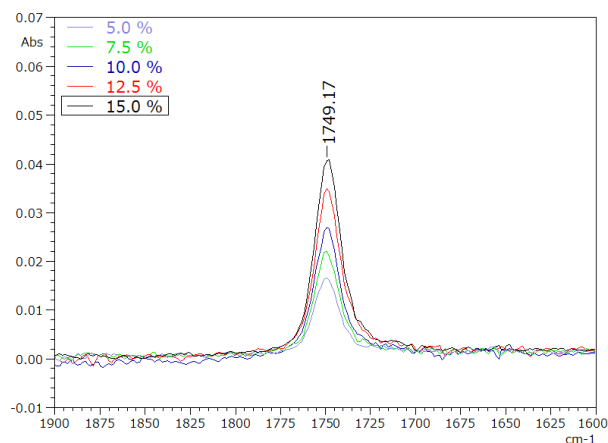


図 2 各標準試料の 1749.17 cm^{-1} のピーク拡大図

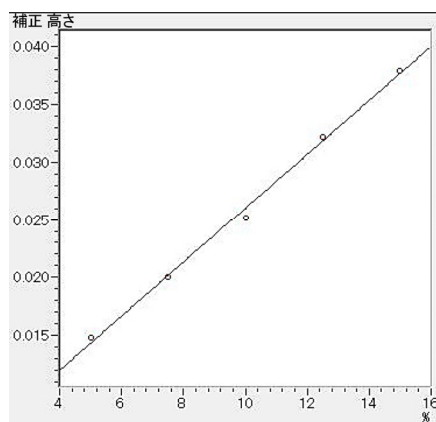


図 3 検量線

図 3 の横軸は標準試料の濃度、縦軸は 1749.17 cm^{-1} でのベースライン補正後のピーク強度です。検量線の相関係数は 0.998 と非常に高い相関を示していることがわかります。

IR Pilot による定量分析

IR Pilot の定量分析プログラムを用いて、新品および使用済の切削油剤中の脂肪油分を定量しました。IR Pilot を起動して、実行を押すとスペクトル測定プログラムが立ち上がり、自動的に初期化が始まります。まず、図 4 に示すメインメニューが表示されますので、青枠で囲んだ定量分析を選択します。測定手法は ATR 法、ATR プリズムはダイヤモンドを選択しました。

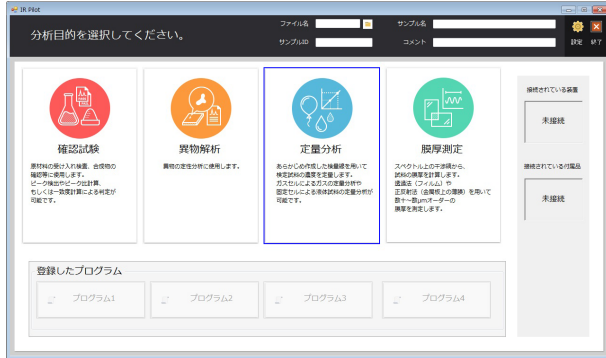


図 4 メインメニュー

定量分析では、測定前に定量に使用する検量線を読み込む必要がありますので、LabSolutions IR の定量測定で事前で作成したものを使用します。今回は 2 点の定量を行いました。定量する試料数の入力と検量線ファイルの読み込み画面を図 5 に示します。



図 5 定量する試料数の入力と検量線ファイルの読み込み画面

その後、バックグラウンド測定、サンプル測定の順にプログラムが進みます。案内表示にしたがって、試料のセット等を行います。測定が終了すると、定量結果が表示されます。定量分析の結果を図 6 に示します。No.1-新品の切削油剤中の脂肪油分は 13.08 %、No.2-使用済の切削油剤中の脂肪油分は 6.84 %でした。結果が表示された後は、印刷を行うか選択する画面が表示されます。印刷例を図 7 に示します。標準試料と定量対象の赤外スペクトル、検量線グラフ、未知試料テーブル、検量線パラメータ、測定パラメータが表示されます。

No.	Conc.	File Name
1	13.07783	新品の切削油
2	6.84166	使用済の切削油

図 6 定量分析結果

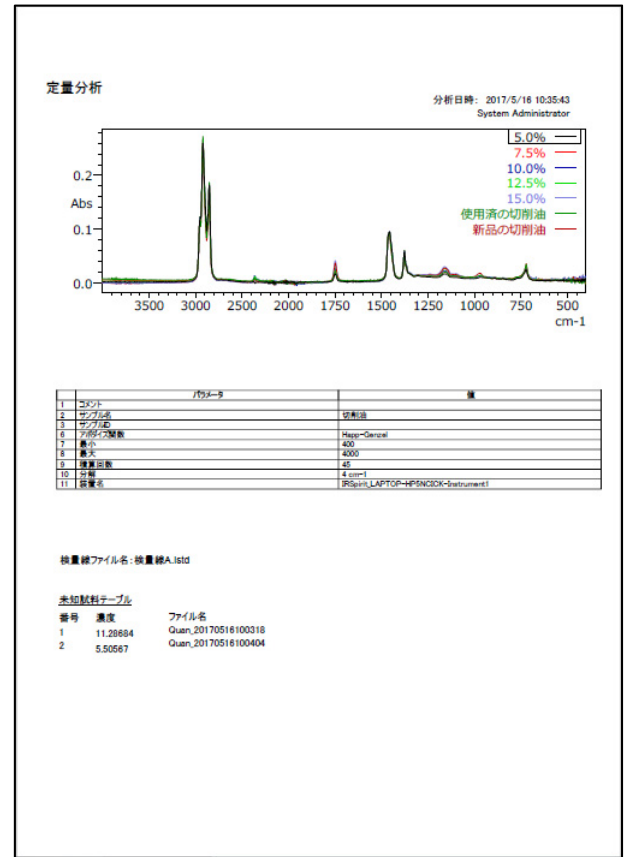


図 7 印刷例

まとめ

IR Pilot を用いた定量分析は、設定を順番に選択するだけでパラメータの設定、検量線の読み込み、バックグラウンド測定、サンプル測定、定量計算、印刷まで簡単に実行できます。FTIR を初めて使う方やルーチン測定を行う方も、IR Pilot を用いると正しい手順で、より快適に IR Spirit をお使いいただけます。ぜひお試しください。

なお、切削油剤の脂肪油分試験についての詳細は JIS K 2241「切削油剤（追補 1）」をご参照ください。

参考文献：
JIS K 2241: 2007 切削油剤（追補 1）