

フーリエ変換赤外分光光度計 FTIR を用いた ASTM E2412 に基づく潤滑油の劣化評価

潤滑油は基油と添加剤から成り、機械内部の潤滑、冷却、防錆等を目的として使用される油です。例えば、エンジンの潤滑油であるエンジンオイルは、エンジンの正常な動作に欠かせない要素です。エンジン内部では各部品が高速で動作し、その際に金属の摩耗や焼き付き（シリンダー又はピストンに傷が入る現象）が生じます。これらを軽減するために潤滑油で内部を潤滑します。さらに、エンジンでは燃焼や回転運動により種々のスラッジ（汚れ、燃えカス）が発生し、これによってエンジンの性能や寿命の低下を引き起こします。潤滑油は、スラッジを吸着することや分散させる役割も担っています。

潤滑油は酸化や添加剤の消耗、スラッジの蓄積等により劣化します。潤滑油の劣化は、エンジンの寿命低下や動作不良の原因となるため、劣化を把握し適切な時期にオイル交換を行うことが必要です。図1にエンジン内部における潤滑油の劣化の代表的な原因を示します。

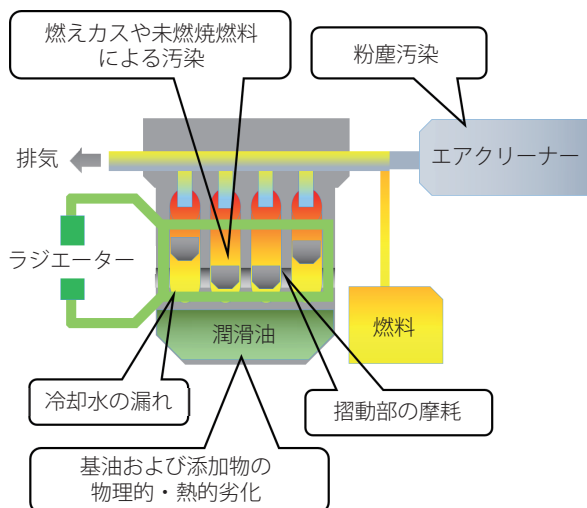


図1 エンジン内部における潤滑油の劣化の代表的な原因

ASTM規格は、潤滑油を種々のパラメータから評価する方法を規定しており、評価項目・測定対象ごとに、適切な分析装置を選択する必要があります。ASTM規格に示されているフーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）、ガスクロマトグラフ（GC）、ICP発光分析装置（ICP-AES）による潤滑油の評価項目・測定対象一覧を表1に示します。

FTIRでは、潤滑油の酸化・ニトロ化・硫化などの化学的変化や、水分・煤などによる汚染を評価することができます。これらの方法は、ASTM E2412に定められています。

ここでは、FTIRの透過法を用いて、新品と使用済みの自動車エンジン用潤滑油の劣化を評価しました。

表1 潤滑油の評価項目・測定対象一覧

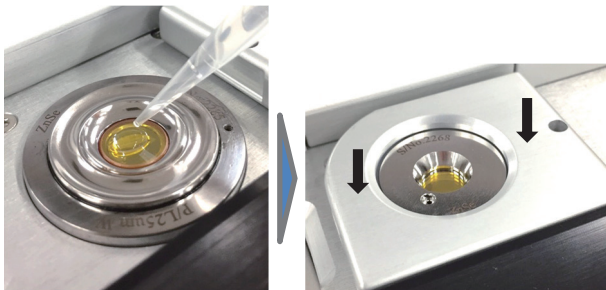
評価項目・測定対象	分析装置	ASTM	
劣化	酸化	FTIR	E2412
	ニトロ化		
	硫化		
汚染	水分	FTIR	E2412
	煤（すす）		
	ガソリン	GC	D3525 D7593
		FTIR	E2412
	ディーゼル	GC	D3524 D7593
		FTIR	E2412
		クーラント（B, Na, K）	ICP-AES
	凍結防止剤（Na） 粉塵（Si） シール材（Si）	ICP-AES	D5185
		ICP-AES	
ICP-AES			
ICP-AES			
摩耗	金属（Al, Fe, Cu, Cr, Ni, Zn等）	ICP-AES	D5185
添加剤	酸化防止剤（Zn, Cu, B）	ICP-AES	D4951
	摩耗防止剤（B, Cu, K, S, Zn等）	FTIR	E2412
		FTIR	E2412
	界面活性剤（Ba, Mg, Ca等）	ICP-AES	D4951
	腐食防止剤（Ba, Zn）		
	防錆剤（K, Ba）		
潤滑剤（Mo）			

測定条件と測定試料

透過測定には、図2に示すSpecac社製の水平型液体透過測定装置 Pearl™を使用しました。Pearl™は、液体試料を水平に保持でき、気泡が入りにくく、一般に使用される液体セルよりもクリーニングが容易で使い勝手の良い付属品です。試料の設置は、図3に示すように、液体試料滴下後に窓をかぶせるだけであり、非常に簡単です。測定条件を表2、使用済み潤滑油A、Bの詳細を表3に示します。比較のため、潤滑油A、Bの新品も測定しました。



図2 水平型液体透過測定装置 Pearl™



液体試料を滴下

上から窓をかぶせる

図3 試料の設置手順

表2 測定条件

装置	: フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit™-T (KBr 窓板)
	: 水平型液体透過測定装置 Pearl™ (光路長 100 μm)
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 40
アポダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: DLATGS

表3 使用済み潤滑油の詳細

自動車エンジン用潤滑油	
A	B
粘度: 10W-60 ^{*1}	粘度: 0W-20 ^{*1}
走行距離: 3000 km	走行距離: 5000 km
使用期間: 3ヶ月	使用期間: 1年
使用条件: 高回転域を使用	使用条件: 一般街乗り使用

*1 SAE (アメリカ自動車技術者協会) の分類表記。
前半の 10W は零下 25 度、0W は零下 35 度まで使用可能であることを、後半の 60、20 は、高温時 (100℃) における粘度を表します。

劣化評価の結果

潤滑油 A、B の新品と使用済みの赤外スペクトルを図 4(a)(b) に示します。

IRSpirit は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
Pearl は、Specac Limited の商標です。

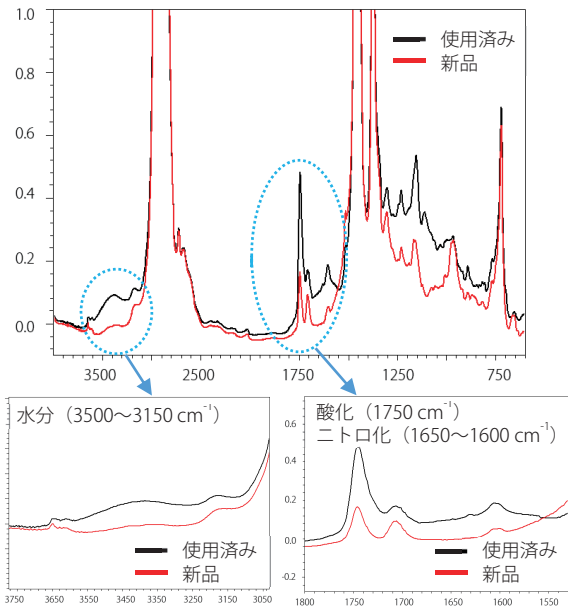


図4(a) 潤滑油 A の新品と使用済みの赤外スペクトル

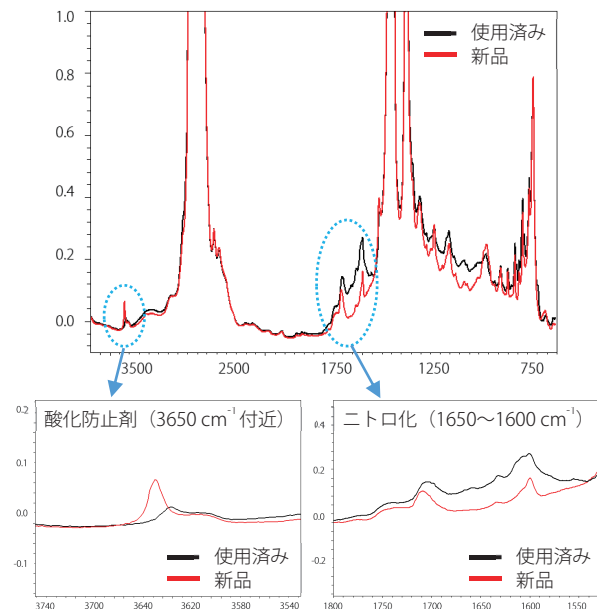


図4(b) 潤滑油 B の新品と使用済みの赤外スペクトル

図 4(a) より、潤滑油 A では水分による汚染にくわえて、酸化・ニトロ化による劣化が確認できました。一方、図 4(b) より、潤滑油 B では添加剤である酸化防止剤の減少とニトロ化による劣化が確認できました。酸化による 1800~1670 cm⁻¹ のスペクトルの変化はみられず、これは酸化防止剤による効果であると推測できます。

まとめ

FTIR による潤滑油の劣化評価は、試料前処理を必要とせず簡便に行えます。また、水平型液体透過測定装置 Pearl™ を用いることで、従来の液体セルと比較してクリーニングが容易になり、効率的な作業が可能です。さらに、Pearl™ は光路長を精度よく維持することにより、ASTME2412 に基づく測定において再現性よくデータを取得することができます。