

# Application News

## No. J114

ICP 発光分光分析  
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

### 使用潤滑油中の添加元素・磨耗金属・ 混入物質の分析：ICPE-9820

Analysis of Additive Elements, Wear Metals, and Contaminants in Used Lubricating Oil According to ASTM D5185: ICPE-9820

#### はじめに

##### Introduction

自動車や船舶などのエンジンオイルといった使用潤滑油の分析は、エンジンや他の機器の状態を診断する上で有効かつ重要な方法です。

ASTM International 規格 ASTM D5185 では、使用潤滑油中の添加元素・磨耗金属・混入物質の測定法として有機溶媒希釈による ICP 発光分光分析法が採用されています。また、国内では JPI-5S-44-2011 使用潤滑油中の Fe, Cu, Al, Pb, Cr 及び Sn 分試験方法において ICP 発光分析法が採用されています。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、使用潤滑油（市販自動車用潤滑油）と、参考として、その未使用潤滑油を有機溶剤で希釈し、ASTM D5185 で指定されている 22 元素の分析を行いました。ICPE-9820 は、プラズマトーチの縦方向配置と、炭素が析出しにくいプラズマトーチの採用により、酸素を導入せずに、有機溶媒試料を安定して分析することができます。

T. Taniguchi

#### 試料

##### Sample

- ・使用潤滑油（市販自動車用潤滑油（約 4000 km 走行））
- ・上記の未使用潤滑油

#### 試料前処理

##### Sample Preparation

各試料を 10 g 秤取り、ケロシンで 100 mL に希釈し測定用試料としました。標準試料は、SPEX 社製オイルベース 21 元素混合標準溶液（500 µg/g）、CONOSTAN 社製及び SPEX 社製オイルベース単元素標準溶液（5000 µg/g）、東京化成工業社製重油硫黄分標準試料（1.05 重量%）を適宜ケロシンで希釈し作製しました。

測定値の妥当性確認として、使用潤滑油について、希釈処理を行う際に、上記標準溶液を 5 mg/L となるように添加した溶液を作製し、低濃度元素の添加回収試験用試料としました。また、高濃度元素に対しては、使用潤滑油をケロシンで 50 倍希釈し、希釈試験用試料としました。

また、内標準元素として、CONOSTAN 社製オイルベース Y（イットリウム）単元素標準溶液（5000 µg/g）をケロシンで希釈した上で、すべての試料に一定濃度となるように添加しました。

#### 装置と測定条件

##### Instrument and Analytical Condition

測定は、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。

多くの ICP 装置では、有機溶媒試料を分析する場合、プラズマトーチ内に酸素を導入し、トーチ先端部への炭素の析出を抑制しています。しかし、島津 ICPE-9820 は、プラズマトー

チの縦方向配置と、炭素が析出しにくいプラズマトーチの採用により、試料由来の炭素の析出が極めて少なくなっています。このため、ケロシン、キシレン、MIBK のような有機溶媒試料の分析においても、炭素の析出抑制を目的とした酸素を導入する必要はありません。

また、島津 ICPE-9820 は真空型分光器を用いていますので、S の様な真空紫外域の波長も、パージ型分光器に必要な高純度ガスを使用せず、低ランニングコストで安定した分析を行うことができます。

Table 1 測定条件  
Analytical Condition

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.40 kw
プラズマガス流量	: 16.0 L/min
補助ガス流量	: 1.40 L/min
キャリアーガス流量	: 0.70 L/min
試料導入	: ネプライザー、10UES
チャンバー	: 有機溶媒チャンバー
プラズマトーチ	: トーチ
観測方向	: 横 (RD)

#### 分析

##### Analysis

検量線法 - 内標準法により、ASTM 規格の指定元素 22 種 (Al, Ba, B, Ca, Cr, Cu, Fe, Pb, Mg, Mn, Mo, Ni, P, K, Si, Ag, Na, S, Sn, Ti, V, Zn) について分析を行いました。

#### 分析結果

##### Analytical Results

Table 2 に分析結果を示します。使用潤滑油の高濃度元素における希釈試験値、低濃度元素における添加回収率において、100% に近い良好な結果が得られました。また、未使用潤滑油の分析結果を参考値として示します。

Fig. 1 に Fe と P のスペクトル線プロファイルを示します。Fig. 2 に Fe, Mg, S の検量線を示します。

#### まとめ

##### Conclusion

ICPE-9820 を用いることにより、使用潤滑油中の溶存元素を酸素導入することなく、安定して分析することができます。

#### 【参考資料】

- 1) ASTM International ASTM D5185  
Standard Test Method for Determination of Additive Elements, Wear Metals, and Contaminants in Used Lubricating Oils and Determination of Selected Elements in Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic emission Spectrometry (ICP-AES)
- 2) JPI-5S-44-2011  
使用潤滑油中の Fe, Cu, Al, Pb, Cr 及び Sn 分試験方法（溶媒希釈-ICP 発光分析法）

Table 2 潤滑油分析結果  
Analytical Results of Lubricating Oil

元素	使用潤滑油 ( $\mu\text{g/g}$ )	使用潤滑油 添加回収率 (%)	使用潤滑油 希釈試験 (%)	未使用 潤滑油 ( $\mu\text{g/g}$ )	検出限界 ( $\mu\text{g/g}$ )
Ag	<	100	-	<	0.02
Al	10	101	-	6.51	0.3
B	65.9	-	98	121	-
Ba	0.123	101	-	<	0.02
Ca	3970	-	98	2250	-
Cr	1.03	101	-	<	0.01
Cu	0.65	100	-	<	0.02
Fe	10.8	101	-	0.43	0.01
K	22.1	99	-	<	0.6
Mg	10.4	100	-	5.48	0.02
Mn	0.618	101	-	0.139	0.002
Mo	184	-	98	183	-
Na	2.5	100	-	<	0.4
Ni	<	102	-	<	0.05
P	756	-	99	731	-
Pb	<	100	-	<	0.5
S	3980	-	100	3810	-
Si	8.96	103	-	5.07	0.03
Sn	<	100	-	<	0.5
Ti	<	100	-	<	0.01
V	<	103	-	<	0.02
Zn	872	-	97	882	-

添加回収率 (%) =  $(C1 - C2) / B \times 100$  (C1: 添加試料定量値, C2: 無添加試料定量値, B: 添加濃度)  
 希釈試験 (%) =  $I / S \times 100$  (I: 希釈前の試料の定量値, S: 5倍希釈試料の定量値  $\times$  5)  
 検出限界:  $DL = 3 \times \sigma_{BL} \times k$  ( $\sigma_{BL}$ : バックグラウンド強度の標準偏差, k: 濃度 / 強度)  
 <: 検出限界未満

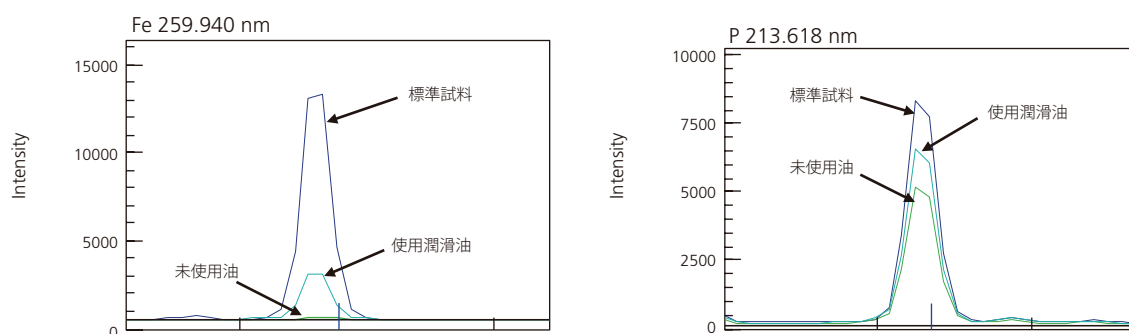


Fig. 1 Fe と P のスペクトル線プロファイル  
Spectral Profiles of Fe and P

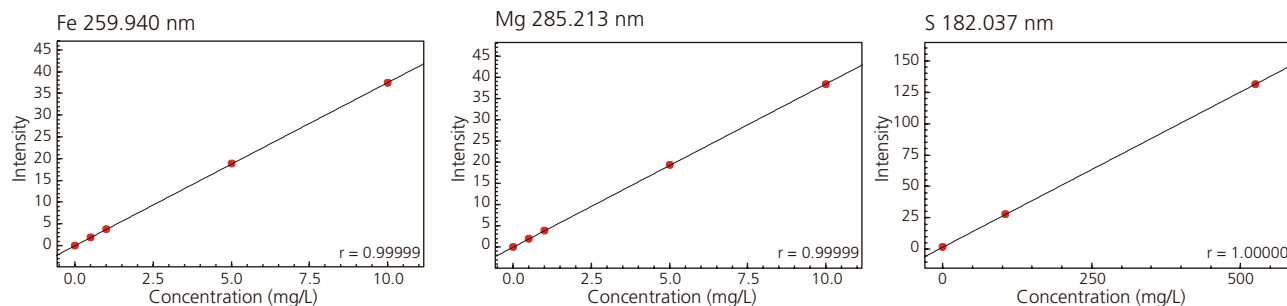


Fig. 2 Fe, Mg, S の検量線  
Calibration Curves of Fe, Mg and S

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2015年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。