

Application News

No. 062

全有機体炭素測定法

TOC 固体試料測定システムによる 金属パイプの残留油分測定

金属材料の加工過程では様々な加工油が使用されます。金属の種類や求められる特徴により使い分けされますが、主成分として、油剤・界面活性剤・pH調整剤などがあり、潤滑性・耐久性・洗浄性などの機能を有します。この加工油の残留量によっては、その素材が使用される製品の品質低下を引き起こす可能性があります。そのため品質管理として加工油の残留値評価が重要とされています。

全有機体炭素計 TOC-L と固体試料燃焼装置 SSM-5000A は、固体試料に含まれる有機物量を測定できるシステムです。今回、試料として金属材料であるステンレスパイプを用意し、TOC-L と SSM-5000A のシステムを用いて、ステンレスパイプ表面上の残留油分の測定を実施しました。

Y. Ikezawa

TOC 固体試料測定システム

島津燃焼式全有機体炭素計 TOC-L と固体試料燃焼装置 SSM-5000A からなる TOC 固体試料測定システム(図1)は、固体試料中の有機物を燃焼酸化し、生成する二酸化炭素を検出することで有機物量を定量する装置です。試料を直接燃焼させて残留している有機物を測定することができますので、抽出などの面倒な前処理が不要で簡易・迅速に有機物分析を行うことができます。測定条件を表1に示します。

表1 測定条件

分析計	: TOC 固体試料測定システム 全有機体炭素計 TOC-L _{CPH} +固体試料燃焼装置 SSM-5000A (セル切替バルブセット付加システムでIC回路バイパス)
セル長	: ショートセル
SSM キャリアガス	: 400 mL/min 酸素ガス
TC 酸化方式	: 燃焼触媒酸化 (TC 炉 900 °C)
測定項目	: TC
検量線	: 1 %C グルコース水溶液による 1 点検量線
試料	: 外径 1.5 mm ステンレスパイプ

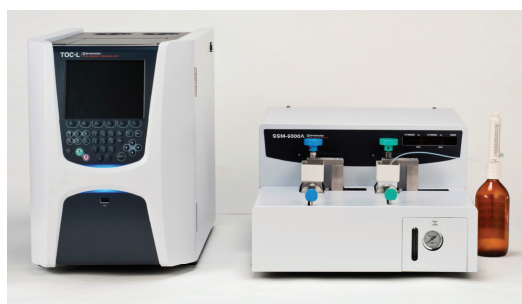


図1 TOC 固体試料測定システム

ステンレスパイプの測定手順



図2 ステンレスパイプ

ステンレスパイプ(図2)を用意し、下記のように洗浄前のもを試料A、洗浄後のものを試料Bとしました。

- 試料A: 入手した時点のまま処理しないもの
- 試料B: 理化学洗剤で洗浄し、水で洗い流したもの

下記の手順で測定を行いました。

- (1) 刃部分をエタノールで洗浄したニッパーを使用しステンレスパイプを長さ約3 cmに切断します。
- (2) 切断したパイプを SSM-5000A 専用の試料ポートに入れて(図3)、電子天秤で秤量します。
- (3) 試料ポートを SSM-5000A の試料ポートにセットして TC 測定します。



図3 試料ポートに入れたステンレスパイプ

■ 検量線作成

分析計は1% C (炭素濃度が1%) グルコース水溶液 20 μL を、試料ポートに入れた加熱処理済みの石英ウールに添加し、これを TC 測定することで校正し検量線を作成しました (図4)。

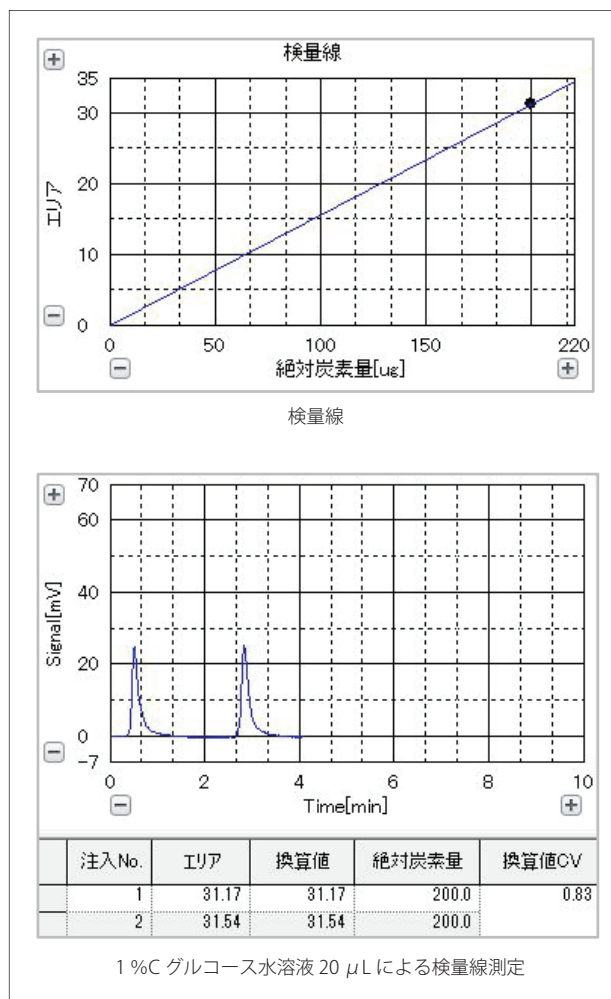


図4 検量線測定データ

■ 試料の測定結果

試料 A, B の測定結果を表 2 に、また測定で得られたデータを図 5 に示します。試料 A の結果から残留油分量が定量できているのがわかります。また試料 B の結果からは、洗浄したことによる効果を定量的に確認することができます。

表 2 測定結果

試料名	TC 濃度 (ppm)
試料 A (洗浄前)	20.76
試料 B (洗浄後)	1.79

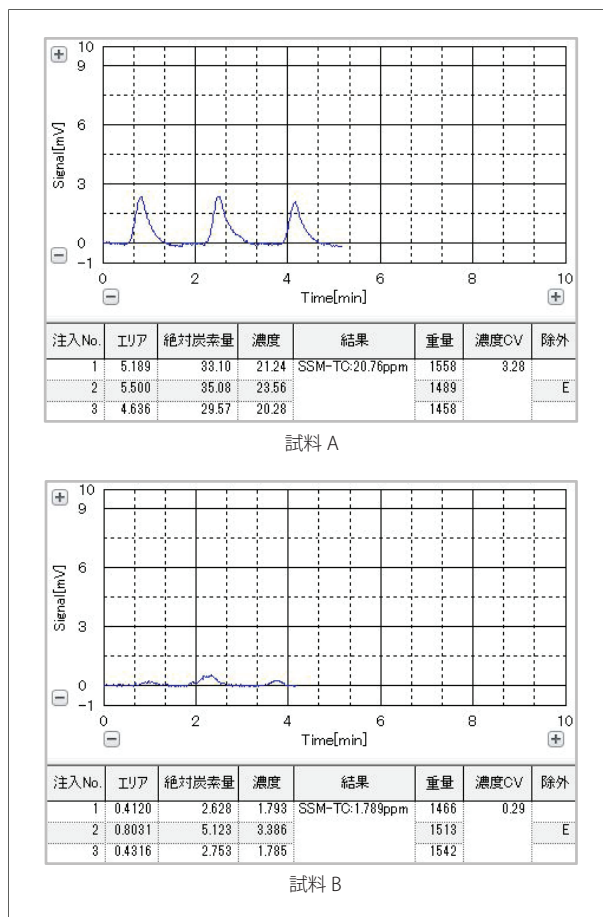


図5 測定ピークデータ