

ICPE-9000による潤滑油中添加元素の分析

Analysis of Additive Elements in Lubricating Oil by ICPE-9000

潤滑油には、清浄剤（エンジンなどの高温運転で生成する劣化物の沈積を予防、抑制する）、酸化防止剤（遊離基、過酸化物と反応し、油の酸化に起因するワニス、スラッジの生成を抑制する）、腐食防止剤（潤滑油の劣化により生じた腐食性酸化生成物を中和する）、固体潤滑剤（摩擦・摩擦を減少させるために、粉末または薄膜として使用される）などとして、有機金属が添加されています。これらの添加元素の分析は、潤滑油の製品管理のために重要であり、

ICP発光分析法はその有効な分析方法のひとつです。

今回、市販のエンジンオイル、ATFオイル、ギヤオイル中の添加元素を、マルチタイプICP発光分析装置ICPE-9000を用いて分析を行いました。ICPE-9000は多元素を同時に測定することができ、多くの添加元素を短時間で分析することができます。

T. Taniguchi

■試料

Sample

- ・エンジンオイル (3点)
- ・ATFオイル (1点)
- ・ギヤオイル (2点)

■試料前処理

Sample Preparation

それぞれの試料を1 g量り取り、キシレンで100 mLに希釈し測定用試料としました（希釈倍率100）。試料6（ギヤオイル）については、100倍希釈試料溶液を10 mL取り、キシレンで50 mLに希釈し測定用試料としました（希釈倍率500）。試料希釈時に内標準元素としてY（イットリウム）を、試料溶液中濃度として1 mg/Lになるように添加しました。また、希釈試験用の試料として、試料1（エンジンオイル）について、100倍希釈試料をさらに5倍希釈した試料溶液を作製しました（希釈倍率500）。

標準試料は、SPEX社製オイルベース21元素混合標準溶液（900 ppm, 500 ppm）とCONOSTAN社製オイルベース単元素標準溶液（5000 ppm）を適宜キシレンで希釈し作製しました。測定用試料と同様に、Y（試料溶液中濃度：1 mg/L）を添加しました。

■分析

Analysis

ICPE-9000を用い検量線法-内標準法で潤滑油試料の定量分析を行いました。

試料1（エンジンオイル）については、100倍希釈試料と500倍希釈試料を用いて、希釈試験を行いました。希釈試験には次の計算式を用いました。

$$\text{希釈試験値 (\%)} = I / S \times 100$$

(I:100倍希釈試料の定量値, S:500倍希釈試料の定量値×5)

■測定条件

Analytical Conditions

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.4 kW
プラズマガス流量	: 16 L/min
補助ガス流量	: 1.4 L/min
キャリアーガス流量	: 0.70 L/min
試料導入	: ネブライザー10
チャンバー	: 二重管チャンバー
プラズマトーチ	: トーチ
観測方法	: 横方向

■測定結果

Analytical Results

Table 1に定量分析結果を示します。試料1（エンジンオイル）を用いた希釈試験値は100 %近い良好な結果が得られました。

また、Fig. 1に試料1（エンジンオイル）を用いた、3時間の安定性試験結果を示します。3時間の繰返し測定において、各元素のRSD（相対標準偏差）は、1 %程度もしくはそれ以下の良好な再現性が得られました。島津ICP発光分析装置に採用しているプラズマトーチは試料由来のカーボンの析出が極めて少なく、有機溶媒試料の測定においてもカーボンの析出抑制目的の酸素を導入する必要はありません。今回の分析においても酸素導入をせずに、長時間安定した結果が得られました。

Fig. 2にCaとMoのスペクトル線プロファイルを示します。

Fig. 3にCa, Mo, Znの検量線を示します。

Table 1 潤滑油定量分析結果 (µg/g)
Results of Lubricating Oil

	エンジンオイル			ATFオイル	ギヤオイル	
	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6
B	113(101)	83	9.1	68	18	2040
Ca	1070(96)	2920	1720	165	67	73
Mg	737(99)	19	5.2	1.0	1.7	5.9
Mo	84(103)	96	60	—	—	—
P	604(100)	696	682	278	984	3320
Zn	699(104)	841	770	19	8.6	2640

試料1 () 内数値: 希釈試験値 (%) = $I / S \times 100$ (I: 希釈前の試料の定量値, S: 5倍希釈試料の定量値×5)

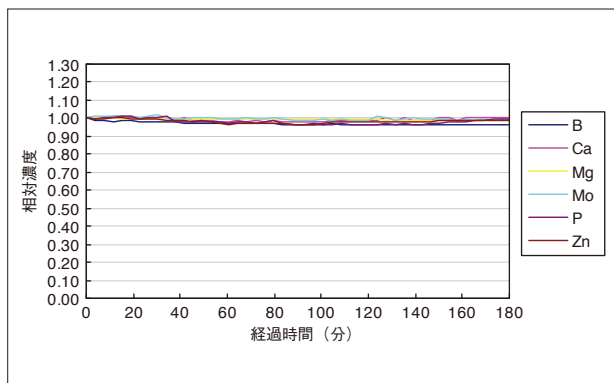


Fig. 1 3時間の連続測定における安定性 (試料1: エンジンオイル)
Variation with Time Over 3 Hours (Sample1: Engine Oil)

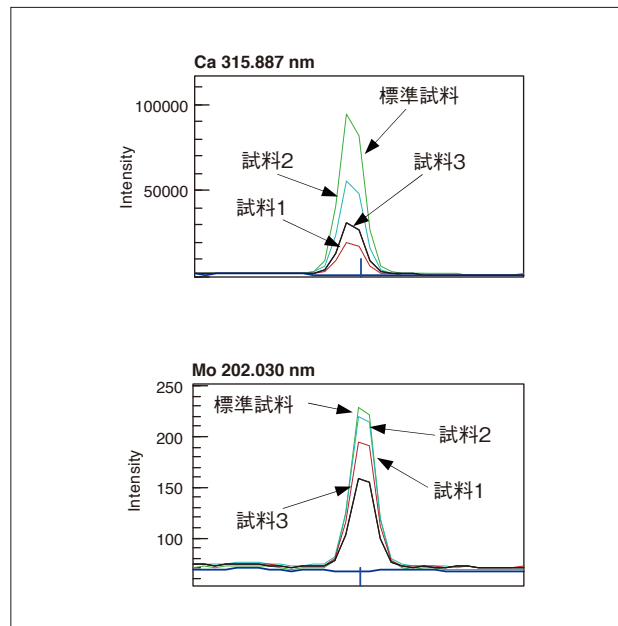


Fig. 2 CaとMoのスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles for Ca and Mo

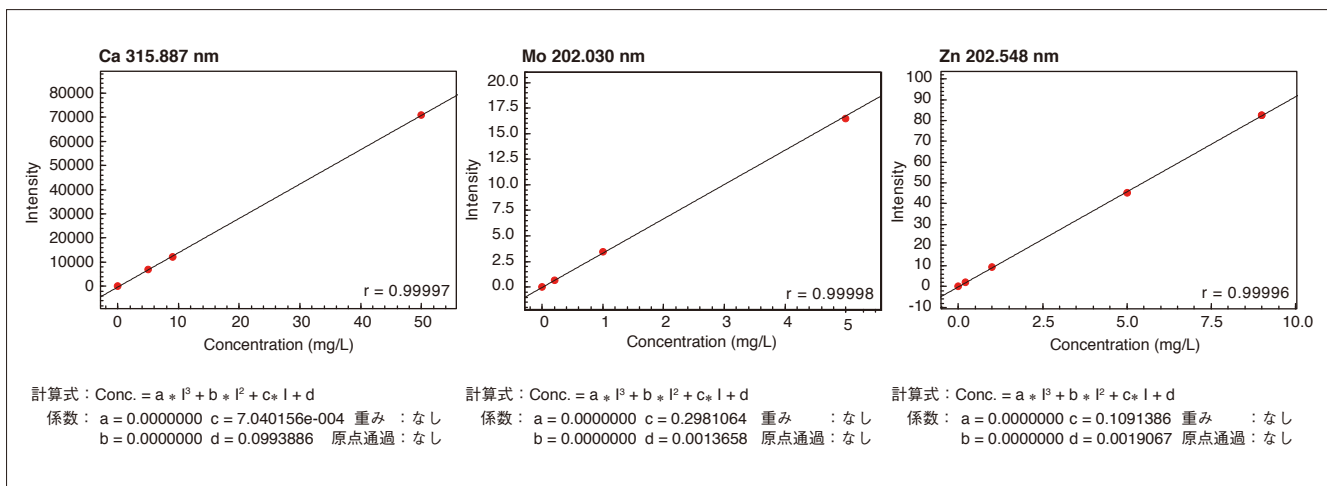


Fig. 3 Ca, Mo, Znの検量線
Calibration Curves of Ca, Mo and Zn

初版発行: 2011年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691
TEL: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。