

Application News

No.J111A

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

潤滑油中添加元素の分析：ICPE-9820

Analysis of Additive Elements in Lubricating Oil According to ASTM D4951: ICPE-9820

はじめに

Introduction

潤滑油には添加剤として、目的に応じて様々な有機金属化合物が添加されています。この濃度管理は、潤滑油の品質管理のために重要です。Table 1 に、有機金属化合物を含む主な添加剤とその機能を示します。

ASTM International 規格 ASTM D4951、および石油学会規格 JPI-5S-38-2003（潤滑油－添加元素試験方法）では、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。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、市販のエンジンオイル、ATF オイル、ギヤオイルを有機溶剤で希釈し、添加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、安定した分析結果を得ることができます。

T. Taniguchi

Table 1 有機金属化合物を含む主な添加剤の機能
Function of Main Additive Agent That Contains Organometallic Compounds

種類	機能	添加元素
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	Ba, Ca, Mg 等
酸化防止剤	遊離基、過酸化物質と反応し、油の酸化に起因するワニス、スラッジの生成を抑制	Zn 等
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	P, Zn 等
固体潤滑剤	摩擦・摩耗を減少させるために、粉末または薄膜として使用	Mo, B 等

試料

Samples

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

試料前処理

Sample Preparation

それぞれの試料を 1 g 秤取り、キシレンで 100 mL に希釈し測定用試料としました。希釈試験用の試料として、試料 1（エンジンオイル）について、上記の処理を行った試料を 5 倍希釈した試料溶液を作製しました。

また、すべての試料に内標準元素として、CONOSTAN 社製オイルベース Y 単元素標準溶液（5000 ppm）をキシレンで希釈した上で、試料溶液中濃度として 1 mg/L となるように添加しました。

標準試料は、SPEX 社製オイルベース 21 元素混合標準溶液（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。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

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 2 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、キシレン、ケロシン（灯油）、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。

Table 2 測定条件
Analytical Conditions

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、10 UES
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、潤滑油中の 6 種の添加元素（ほう素 (B)、カルシウム (Ca)、マグネシウム (Mg)、モリブデン (Mo)、りん (P)、亜鉛 (Zn)）について分析を行いました。

[参考資料]

- 1) ASTM International ASTM D4951
Standard Test Method for Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic emission Spectrometry.
- 2) 石油学会規格 JPI-5S-38-2003
潤滑油－添加元素試験方法－誘導結合プラズマ発光分光分析法

■分析結果

Analytical Results

Table 3 に分析結果を示します。エンジンオイル（試料 1）を用いた希釈試験値は、100 % に近い良好な結果が得られました。

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

■まとめ

Conclusion

ICPE-9820 を用いることにより、潤滑油中の添加元素を酸素導入することなく、精度よく一斉分析することができます。

Table 3 潤滑油の分析結果 (μg/g)
Analytical Results of Lubricating Oil

元素名	エンジンオイル			ATFオイル	ギヤオイル
	試料1	試料1 希釈試験値 (%)	試料2	試料3	試料4
B	113	103	80	56	---
Ca	1100	100	2940	156	64
Mg	754	101	21	1.0	0.7
Mo	87	100	96	---	---
P	637	100	733	262	1010
Zn	736	103	848	20	7.6

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)

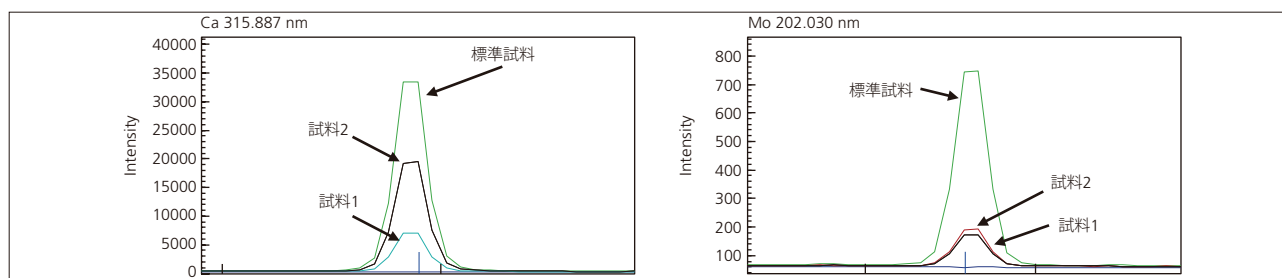


Fig. 1 Ca と Mo のスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of Ca and Mo

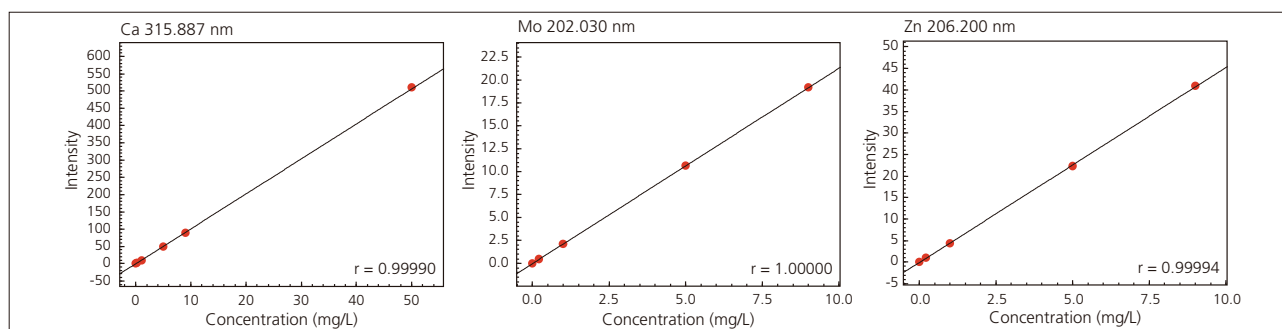


Fig. 2 Ca, Mo, Zn の検量線
Calibration Curves for Ca, Mo and Zn

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

A 改訂版発行：2015年3月
初版発行：2014年8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。

3100-02502-480IK
2015.3