

Application News

No.A468A

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

1 回反射 ATR 法を用いた切削油剤中脂肪油分の定量 — JIS K 2241 に沿った脂肪油分試験 —

Quantitation of Fatty Oil in Cutting Fluid by Single Reflection ATR Spectroscopy
- Measurement of Fatty Oil According to JIS K 2241 -

切削油剤とは、金属の切削加工を行う際に摩擦や熱の発生を抑えるために使用される潤滑油で、成分構成により水溶性と不水溶性に区別されています。不水溶性の場合はさらに脂肪油分、全硫黄分、銅に対する腐食性から4種に分類されています。

JIS K 2241「切削油剤（追補1）」には、不水溶性切削油剤の脂肪油分試験、全硫黄分試験、水溶性切削油剤の全硫黄分試験について規定されており、不水溶性切削油剤の脂肪油分試験方法にはけん化法による試験と赤外分光光度計による試験の2種類があります。今回は、JIS K 2241に沿って赤外分光光度計を用いた脂肪油分の定量を行いましたのでご紹介します。

H. Oshiro

■ 1 回反射 ATR 法による脂肪油分の測定 Measurement of Fatty Oil by Single Reflection ATR Spectroscopy

JIS K 2241には「フーリエ変換赤外分光光度計のATR法（Attenuated total reflection spectroscopy）によって試料の吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から脂肪油分を求める」と規定されています。今回は、Fig. 1に示す試料室一体型1回反射型全反射測定装置 MIRacle10（ダイヤモンドプリズム／サポートエレメント ZnSe）を用いて測定しました。

まず、検量線を作成するため、JISの手順に沿って流動パラフィンをベースに、市販のサラダ油を5.0、7.5、10.0、12.5、15.0%（質量分率%）含有した濃度別標準試料油を調製しました。濃度別標準試料油をATRプリズム上に薄く塗布し、スペクトルを測定しました。測定条件をTable 1に、標準試料のスペクトル重ね描きをFig. 2に、1600～1900 cm⁻¹の拡大図をFig. 3に示します。



Fig. 1 1 回反射型全反射測定装置 MIRacle10 を装着した IRAffinity-1 の外観
Overview of IRAffinity-1 Mounting MIRacle10 ATR Accessory

Table 1 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

Instrument	: IRAffinity-1 MIRacle10 (diamond/ZnSe)
Resolution	: 4cm ⁻¹
Accumulation	: 20
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

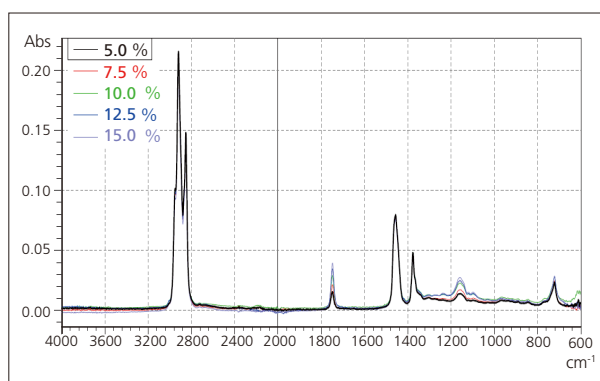


Fig. 2 濃度別標準試料油の赤外スペクトル重ね描き
Spectra of Standard Samples

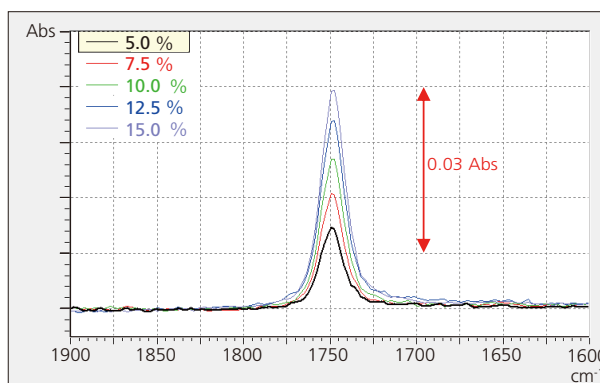


Fig. 3 濃度別標準試料油の1600～1900 cm⁻¹の拡大図
Expanded Spectra of Standard Samples

■プログラムを用いた定量

New Quantitation Program of LabSolutions IR

LabSolutions IR に標準収録されている定量測定プログラムを使用すると、簡単に検量線作成および未知試料の定量が行えます。先に測定した標準試料のスペクトルファイルを読み込み、成分名、単位、定量方法などの検量線パラメータを設定すると、自動で検量線を作成します。検量線パラメータ例を Fig. 4 に示します。

JIS K 2241 には「吸光度は、スペクトル中でピークトップ（1740～1750 cm⁻¹ でピークが最大のところ）とベースライン（1740～1750 cm⁻¹ の両側でベースが安定しているところ）との差を値とする」と規定されているので、1749 cm⁻¹ 付近のピークと 1712-1780 cm⁻¹ のベースラインによる補正ピーク高さを用いるよう設定して検量線を作成しました。

作成した検量線を Fig. 5 に示します。相関係数 0.9998 以上の良好な結果が得られています。

パラメータ	値
1 成分	脂肪油分
2 単位	%
3 MSC	なし
4 変換処理	なし
5 定量方法	ピーク高さ
6 名前	Peak1
7 式	PeakHeight (1712.000, 1749.000, 1780.000, BC: ON)
8 検量線条件	多点検量線法
9 次数	1次
10 原点	使用しない
11 相関関数	r

Fig. 4 検量線パラメータ
Parameters of Calibration Curve

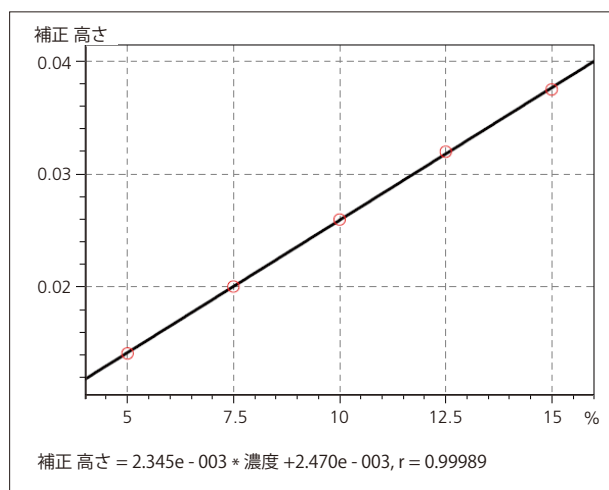


Fig. 5 1回反射 ATR 法による標準試料中脂肪油分の検量線
Calibration Curve of Fatty Oil Contained in Standard Samples by Single Reflection ATR Spectroscopy

検量線の作成後、未知試料の定量を行います。未知試料を測定する、もしくは先に測定してあるスペクトルファイルを読み込むことで定量を行うことができます。

今回は市販の不溶性切削油剤を分析しました。未知試料のスペクトルの拡大図を Fig. 6 に示します。今回測定した不溶性切削油剤の脂肪油分は 10.7 %と算出されました。

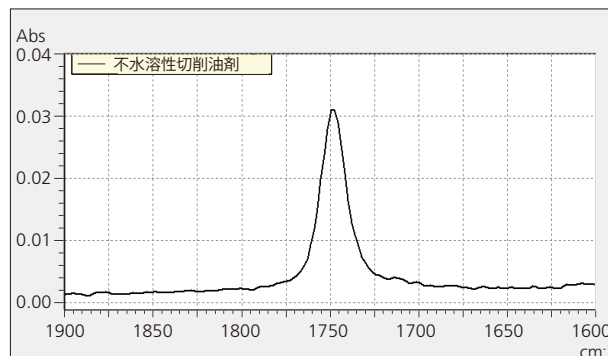


Fig. 6 未知試料の 1749 cm⁻¹ 付近のピーク
Peak of Unknown Sample

■まとめ

Conclusion

1 回反射 ATR 法を利用して、JIS K 2241「切削油剤（追補 1）」に沿った不溶性切削油剤中の脂肪油分の測定を行い、相関係数 0.9998 以上の良好な検量線で定量ができました。この手法は切削油やそれら廃油の品質管理に有効です。

LabSolutions IR の定量測定プログラムを用いることで、検量線作成や保存、未知試料の定量を簡単に行うことができます。切削油剤中の脂肪油分の定量の他にも、様々な定量に活用していただけます。

なお、切削油剤の脂肪油分試験についての詳細は JIS K 2241 「切削油剤（追補 1）」をご参照ください。

[参考文献]
JIS K 2241: 2007 切削油剤（追補 1）