

FTIRによる劣化した機械油の分析

Analysis of Degradated Machine Oil by FTIR

自動車産業や鉄鋼産業など様々な産業において潤滑、冷却、防錆などの目的で使用されている機械油は、長期間使用された場合にはコンタミネーションや酸化による品質低下が懸念されます。例えば酸化物の析出が起こると、それらが油圧回路の壁面などに付着、堆積したり、酸化物同士が凝集してスラッジ化します。これらが原因となり、回路の目

詰まりや油膜切れなどの不具合を引き起こす可能性があるために、通常は定期的な検査や交換が必要となります。そこで、今回は2種類の測定手法（多重反射ATR法と透過法）で使用前後の機械油を測定し、使用による劣化の評価を行いました。

S. Murakami

■測定方法

Measurement Method

赤外スペクトルの測定は、多重反射型全反射測定装置 ATR-8200H (ZnSeプリズム) を用いたATR法と、セル厚 0.5 mmの固定セル（窓板の材質はKBr）を用いた透過法で行ないました。装置および分析条件についてはTable 1に示します。

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

Instrument	: IRPrestige-21, ATR-8200H, Fixed Cell
Resolution	: 4.0 cm^{-1}
Accumulation	: 20
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

■使用前後の機械油の赤外スペクトル
-ATR法-Infrared Spectra of Machine Oil Before and After Use
-ATR Spectroscopy -

Fig. 1にATR法で測定した使用前後の機械油の赤外スペクトルを示します。なおFig. 1は縦軸を拡大し、シフト表示させています。

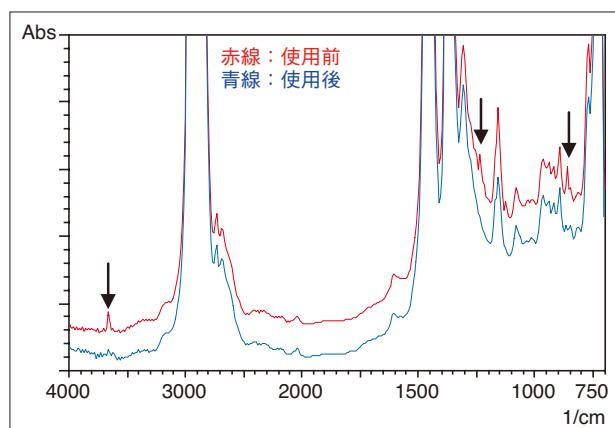


Fig. 1 使用前後の機械油のATRスペクトル
ATR Spectra of Machine Oil Before and After Use

測定した機械油はパラフィン系炭化水素を主成分としていますが、酸化劣化の際に生じると予想されるC=O伸縮振動 (1720 cm^{-1} 付近) やO-H伸縮振動 (3400 cm^{-1} 付近) の吸収ピークは見られません。一方で、 3650 , 1230 , 860 cm^{-1} 付近などに吸収ピークの減少が確認できます (Fig. 1の矢印を参照)。そこで使用前後の違いを明確にするため、両者の差スペクトル (使用前-使用后) を計算しました。結果をFig. 2に示します。

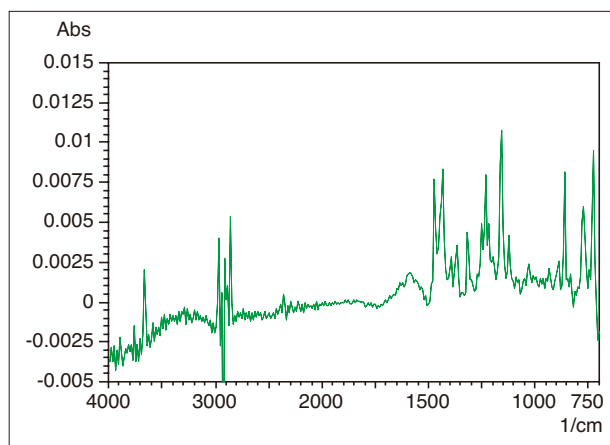


Fig. 2 差スペクトル
Difference Spectrum

Fig. 1で確認できた違いに加えて、使用によって減少したと思われる吸収ピークが 1500 cm^{-1} 以下の波数域に確認できます。この減少した成分を定性するため、差スペクトルについて、バイオ・ラッド社サドラーデータベース (高分子添加剤) を用いてスペクトル検索を行ないました。得られた検索結果をFig. 3に示します。

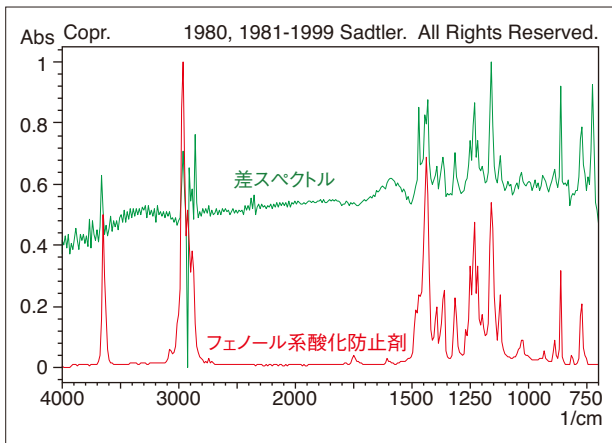


Fig. 3 検索結果
Search Result

Fig. 3より、差スペクトルはフェノール系酸化防止剤とよく一致していることから、機械油に含有されているフェノール系酸化防止剤が、使用により減少していることが分かります。

■使用前後の機械油の赤外スペクトル

-透過法-

Infrared Spectra of Machine Oil Before and After Use
- Transmission Spectroscopy -

Fig. 4に透過法で測定した使用前後の機械油の赤外スペクトルを示します。なおFig. 4は縦軸を拡大し、シフト表示させています。

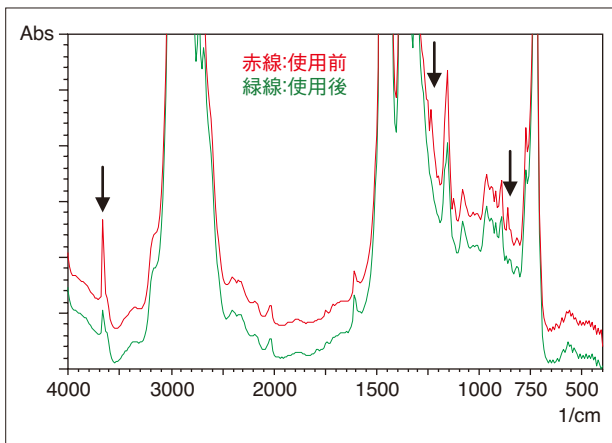


Fig. 4 使用前後の機械油の赤外透過スペクトル
Infrared Transmission Spectra of Machine Oil Before and After Use

Fig. 4と前述のFig. 1を比較すると、ATR法よりも透過法では使用前後の違いが明確になることが分かります。これは固定セルのセル厚 (0.5 mm) がATR法のもぐり込み深さよりも長く、微小なピークを高感度に検出できるためです。

次に、Fig. 4に示した使用前後の測定結果に対して、差スペクトルを計算しました。結果をFig. 5に示します。またFig. 6には使用前の機械油のATRスペクトルと透過スペクトルの重ね書きを示します。

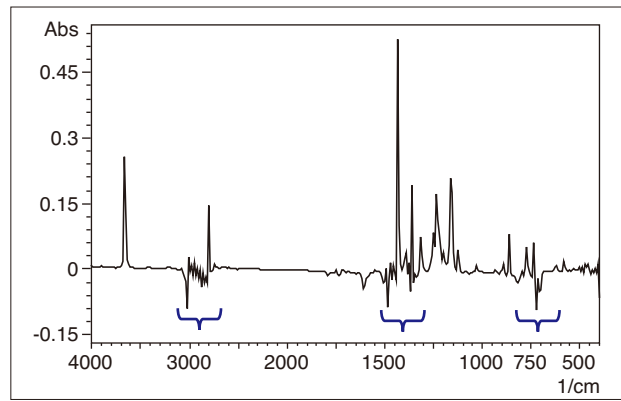


Fig. 5 差スペクトル
Difference Spectrum

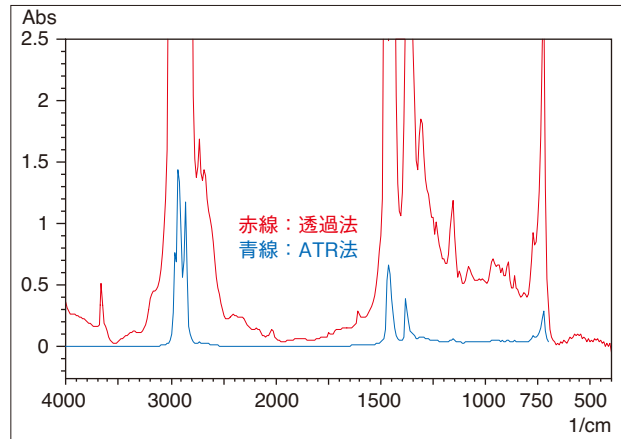


Fig. 6 使用前の透過およびATRスペクトルの重ね書き
Overlay Spectra of Machine Oil Before Use

Fig. 5では、 $3000\sim 2800\text{ cm}^{-1}$ 、 $1500\sim 1300\text{ cm}^{-1}$ および 700 cm^{-1} 付近に微分形のノイズが現れています。この原因はピークの飽和によるもので、透過法による測定結果は、上記の波数域にある主要ピークが飽和しているため、その領域における正確な差スペクトルを得ることができません。一方、ATR法による測定結果では、ほとんどの波数域においてピークの飽和が起こっていないため、良好な差スペクトルが得られます (Fig. 6およびFig. 2参照)。

このように、ピークの飽和による影響の少ない正確な差スペクトルを得るためには、ATR法は有効な手法です。また透過法では、ATR法よりも高感度に微小ピークを検出できることから、機械油に含有されている (添加剤などの) 共存物質の量的評価 (定量分析) に関しては有効な手法と言えます。

■まとめ

Conclusion

今回は2種類の測定手法で機械油の測定を行ない、フェノール系酸化防止剤の減少を確認しました。一方、酸化劣化の際には、C=O伸縮振動O-H伸縮振動の吸収ピーク増加や出現が予想されますが、今回の結果からはそれらの吸収ピークは確認できませんでした。これは酸化防止剤による効果であると考えられます。

このまま使用を続けると、酸化防止剤がさらに減少することによってその効果が低下し、機械油の酸化が進行することが推測されます。

初版発行：2011年1月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691 (携帯電話不可)
●携帯電話専用番号 (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。