

油分の定量分析

福島県ハイテクプラザ 技術開発部 工業材料科 矢内誠人

Key Words: FT-IR、定量、油分

1. 油分の定量分析方法

工業製品に付着している油分は後工程の不良を招く場合がある。特にメッキ、塗装などの表面処理を施す場合、油の付着部分で表面処理がなされないといった不良は多く見受けられる。油の付着量には、目安となる“しきい値”が存在し、その値を超えると不良となってしまう。

では、油の付着量はどのように調べればよいか。油は有機物であるため、元素分析による定量はできない。そこで有機物が分析できる機器で定量するのが一般的である。具体的には、FT-IR、GC-MSなどで分析される。以下に詳細を述べる。

2. 油分の定量分析に必要なもの

分析機器で定量する場合、未知試料をそのまま分析して定量ができるケースはほとんどない。通常は、測定結果の値が有機物濃度に比例することを利用する。

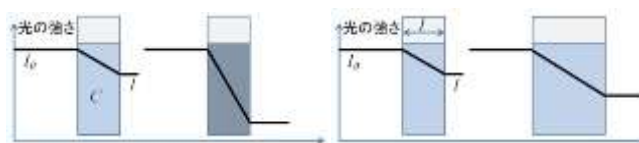
測定したい目的の物質を測定溶媒で溶かし、濃度をいくつか調整して分析機器で測定して結果を得る。この後に目的試料の測定を行い、濃度を計算していく。これが通常の定量分析の手法である。つまり、定量するには、いくつかの条件が存在する。

- ① 定量したい物質がある
- ② 有機溶媒に溶解する

この条件は、FT-IR、GC-MS において共通の条件となる。ここでは、FT-IR を用いた油の定量分析の方法について紹介する。

3. FT-IR を用いた定量分析

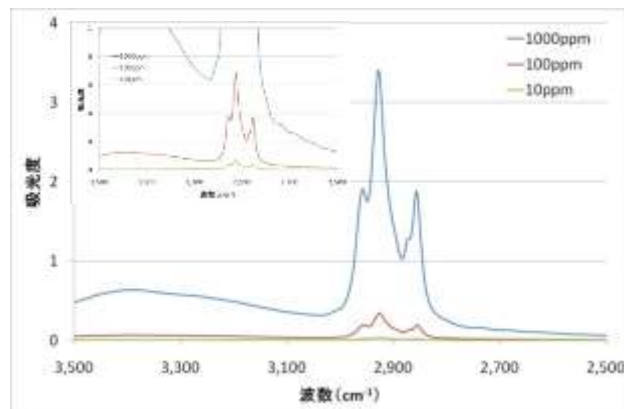
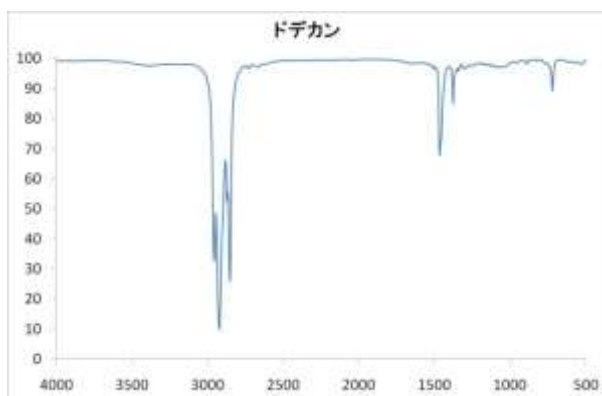
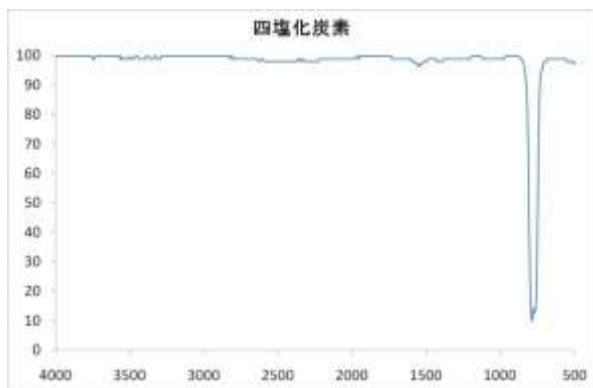
FT-IR を用いた定量は、吸光度計を利用した定量方法と同じである。FT-IR における透過率は、有機物の濃度、有機物の種類、透過する溶液の長さ按比例する。定量分析の場合、有機物の種類は同じであるため、透過する溶液の長さを一定にすれば透過率は有機物の濃度に比例する。これを用いて定量を行う。定量の際は、通常 10mm セル(透過する溶液の長さが 10mm)を使用する。



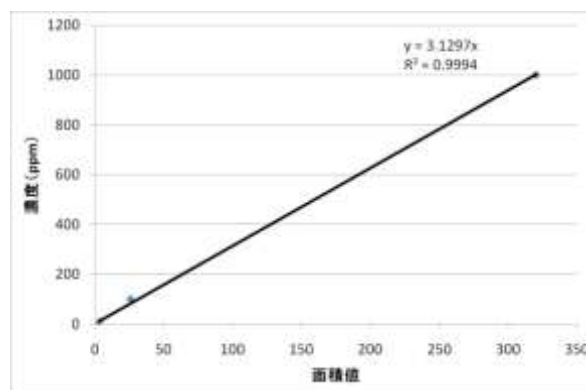
$$\log \frac{I}{I_0} = \varepsilon \cdot C \cdot l$$

Lambert-Beer 則
 C: 濃度
 l: 長さ
 ε: 吸光係数

FT-IR を用いて定量する場合、メチレン基の吸収帯を有機物のピークとして定量に使用する。このメチレン基はほとんどの有機物が持っている吸収体である。このため、付着油が混合物の場合、それぞれの濃度を算出することはできない。また、前項で述べたが、定量する場合には付着油を有機溶媒中に溶出させる必要がある。ヘキサンやアセトンを使用してしまうと目的物の吸収と重なってしまい、正確な値が出ない。そこで、FT-IR での定量は溶媒として四塩化炭素を用いる。四塩化炭素と通常の鉱物油(ドデカン)の IR スペクトルを示す。四塩化炭素はメチレン基由来の部分を含め、広い範囲で吸収がなく、脱脂力が強い溶媒であるため、油分の定量には最適である。



この結果から、ピークの強さと濃度には比例関係があることが分かる。2700 cm^{-1} から 3100 cm^{-1} までの領域の吸収面積を計算し、濃度との関係を示すと以下のようなになる。



これにより、ピークの面積値と濃度が関係付けられた。

4. 油の定量分析の測定例

実際の測定例を紹介する。切削加工した金属片に付着している切削油の定量を行った事例である。分析の対象としては、加工時に使用した切削油、定量したい金属片である。

まず、検量線を作成する。溶媒である四塩化炭素をサンプル瓶にとり、重量を測定する。そこへ切削液を少量入れて重量を測定し、切削液濃度を計算する (g/g)。この溶液を少量とり、10 分の 1 程度に希釈した溶液を調整する。この操作を何度か繰り返し、少なくとも 3 つの濃度が分かっている切削液溶液を作成する。

次に、この溶液の測定を行う。10mm セルに溶液を入れて、FT-IR スペクトルを得る。これを調整した溶液全てにおいて行う。測定データと濃度を以下に示した。

次に、測定対象の金属片をサンプル瓶に入れて定量し、四塩化炭素を加えて重量を測定する。このサンプルを超音波照射後、常温で 24 時間放置して付着している油を四塩化炭素中に溶解させた。放置後にろ過して溶液を回収し、FT-IR スペクトルを測定して面積値を得た。この結果から溶液中の切削液の濃度が分かり、付着量を推定することができた。

この分析手法においては、ppm～%オーダーの油の付着量を求めることができる。