



Application Note AN-NIR-097

近赤外分析による潤滑油中の全塩基価

Quality control of total base number without toxic chemicals

エンジン用潤滑油中のアルカリ添加剤は、酸の蓄積を防ぎ、その結果として腐食を阻害するために使用されます。全塩基価(TBN)は潤滑油中に存在する塩基性添加剤の量を示し、したがって潤滑油の劣化の尺度として用いることができます。用途によって異なりますが、TBN値は、燃焼エンジン用潤滑油中の7mg KOH/gから、船舶用グレード潤滑油の80mg KOH/gまでとさまざまあります。

潤滑油のTBNの標準試験方法は、ASTM D2896に準拠した電位差滴定法です。この方法では有毒試薬(例えばテトラエチルアンモニウムブロミド)を使用する必要があり、洗浄作業は非常に注意を要します。この従来分析法とは対照的に、近赤外(NIR)分析計(NIR)では、いかなる化学廃棄物も出さず、1分以内でTBN分析を完了します。

実験

23種の船舶用シリンダ潤滑剤と37種のエンジン用潤滑を2.5mm光路長フローセルにてDS2500リキッドアナライザーで測定を行いました。測定は400~2500nmの全波長域で透過測定モードで行いました。この本測定検討ではフローセルを使っのサンプルハンドリングは自動化で行いました。スペクトルデータ収集及び検量線予測モデル計算は、Vision Air コンプリートソフトウェアにて行いました。



図1. DS2500 リキッドアナライザー

表1:ハードウェアおよびソフトウェアの構成

装置	メトローム 製品番号
DS2500 Liquid Analyzer	2.929.0010
DS2500 Holder for flow cells	6.7493.000
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

結果

測定されたVis-NIRスペクトル(図2)を用いて、TBN定量用の検量線予測モデルを計算しました。検量線予測モデルの精度を検証するため、NIR予測値

と従来分析値の相関をモデル図を作成しました。それぞれの統計値(FOM)は、日常(ルーチン)分析時の予測精度を表します(図3)。

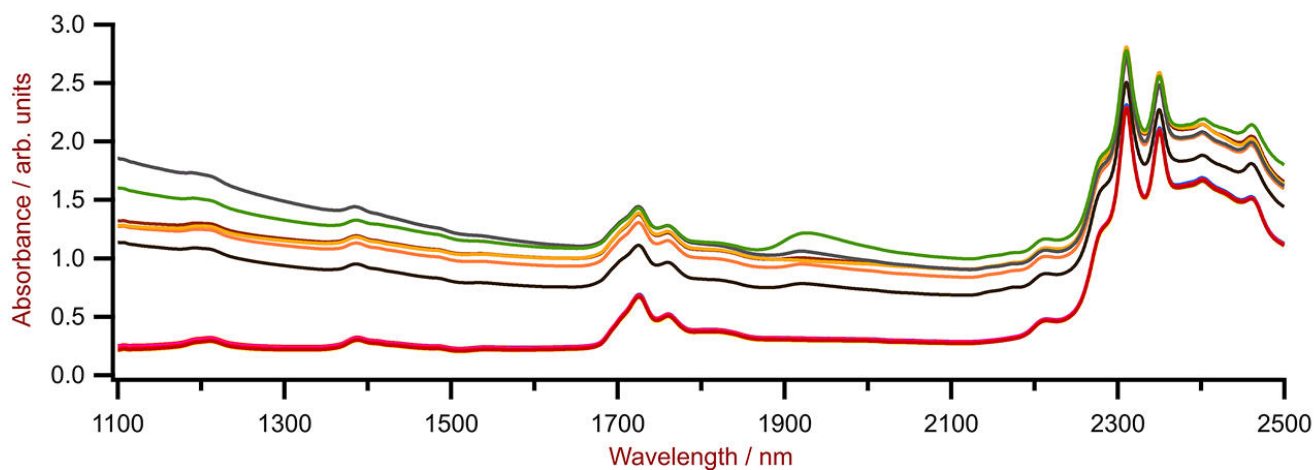


図2. 2.5mm光路長フローセルを使用してDS2500リキッドアナライザーを用いて測定された船舶用シリンダ潤滑油とエンジン潤滑油のVis-NIRスペクトル

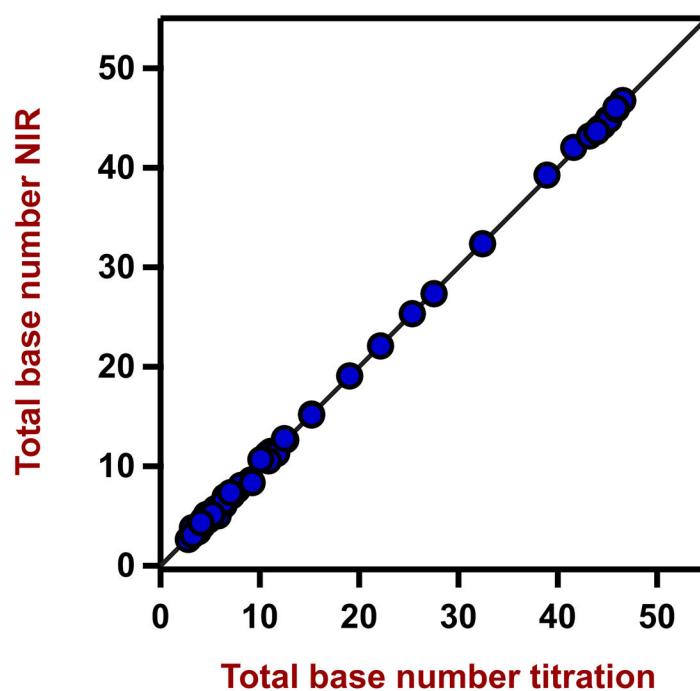


図3. DS2500リキッドアナライザーを用いた潤滑油中のTBNの予測検量線モデル相関図（TBNの従来分析値は滴定で求めました）

DS2500リキッドアナライザーを用いた潤滑油中のTBNの予測検量線モデルの統計値(FOM)

統計値	数値
R^2	0.998
検量線標準誤差(SEC)	1.1
交差検定の標準誤差 (SECV)	1.2

結論

このアプリケーションノートでは、船舶用シリンダ潤滑油とエンジン用潤滑油中の全塩基価(TBN)の測定に近赤外(NIR)分析法が応用可能であることが実証されました。従来の湿式化学法(表3)と比較して、

NIR分析法ではサンプルの前処理や化学薬品による調整が必要ありませんので、迅速で安全な測定が可能です。

表 3.従来の滴定方分析(ASTM D2896)での測定時間

測定項目	分析手法	測定時間
全塩基価(TBN)	滴定	~5-10 分

CONTACT

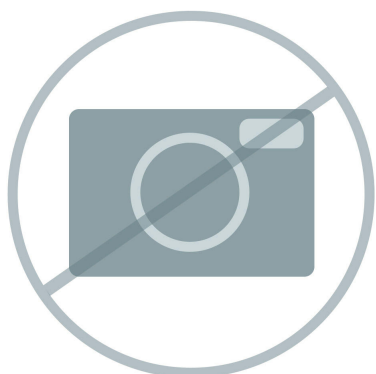
メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp



DS2500 Liquid Analyzer

Robust near-infrared spectroscopy for quality control, not only in laboratories but also in production environments. The DS2500 Liquid Analyzer is the tried and tested, flexible solution for routine analysis of liquids along the entire production chain. Its robust design makes the DS2500 Liquid Analyzer resistant to dust, moisture and vibrations, which means that it is eminently suited for use in harsh production environments. The DS2500 Liquid Analyzer covers the full spectral range from 400 to 2500 nm, heats samples up to 80° C and is compatible with various disposable vials and quartz cuvettes. The DS2500 Liquid Analyzer is thus adaptable to your individual sample requirements and helps you obtain accurate and reproducible results in less than one minute. The integrated sample holder detection and the self-explanatory Vision Air Software also ensure simple and safe operation by the user. In the case of larger-sized sample quantities, productivity can be considerably increased by using a flow-through cell in combination with a Metrohm sample robot.



DS2500

12.5 mm フローキュベットのためのインテリジェントホルダー



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - 汎用性に優れた分光法ソフトウェア。

Vision Air Complete は、規制環境下での使用のための、操作の容易な最新のソフトウェアソリューションです。

Vision Air の利点の概要:

- 調整済みのユーザーインターフェースを伴う個別のソフトウェアアプリケーションにより、直観的かつ容易な操作が保証されます。
- 作業手順の容易な作成およびメンテナンス
- 安全かつ容易なデータ管理のための SQL データベース

バージョン Vision Air Complete (66072208) には、可視近赤外分光法を用いた品質管理のための全てのアプリケーションが含まれています:

- 装置管理およびデータ管理のためのアプリケーション
- メソッド開発のためのアプリケーション
- ルーチン分析のためのアプリケーション

その他の Vision Air Complete ソリューション:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)