

# 誘導結合プラズマ発光分光分析法における油中微量元素定量法の検討

■基盤技術課 渡部 宏典

## 1 はじめに

油中微量元素分析は製造工程における品質管理、機械部品の保守管理あるいは潤滑油の疲労度の調査のために必要です。一般的には外部から徐々に加熱を行う湿式分解や乾式灰化といった前処理が必要となります。しかし、これらの方法は熱効率が悪く、試料を分解するのに長時間を要し、試料毎に異なる分解操作が必要とされます。また、前処理が適切でない場合、目的元素の損失など精確で迅速な測定が困難です。

そこで、本研究では従来法の乾式灰化・湿式分解と迅速かつ精確な油剤の前処理法として期待されるマイクロ波加熱分解について回収率及び分解時間を比較し、マイクロ波加熱分解の油中の微量元素分析に対する分解条件について検討しました。

## 2 実験方法

模擬試料はパラフィン系の潤滑油に純鉄粉を加え、100 $\mu$ g/gとなるように調製したものを用いました。鉄以外の元素を対象とした模擬試料は同様の潤滑油にステンレス鋼粉末(日本鉄鋼認証標準物質JSS652)を加え調製しました。

## 3 結果

乾式灰化、湿式分解、マイクロ波加熱分解による潤滑油中の鉄回収率を図1に示します。各前処理の加熱分解時間は乾式灰化120分、湿式分解360分、マイクロ波加熱分解は60分としました。試料前処理にマイクロ波加熱分解を行った場合が最も短時間で97.6%の回収率が得られました。

次に、マイクロ波加熱分解における潤滑油中の鉄回収率の操作パラメータの最適条件を検討しました。操作パラメータは分解温度及び分解時間を設定しました。その結果を図2に示します。分解時間の増加に伴い、鉄回収率は向上しました。また、鉄回収率は分解温度の上昇とともに増加し、分解温度240 $^{\circ}$ Cのとき、30分以上の分解で95%以上の回収率を示しました。

さらに鉄以外の微量成分分析への適用として、日本鉄鋼認証標準物質のステンレス鋼(SUS316)を最適条件により定量分析を行い、分析値と認証値とを比較した結果を図3に示します。各元素とも認証値と良好な一致を示し、マイクロ波加熱分解の鉄以外の微量元素に対する適用が確認されました。

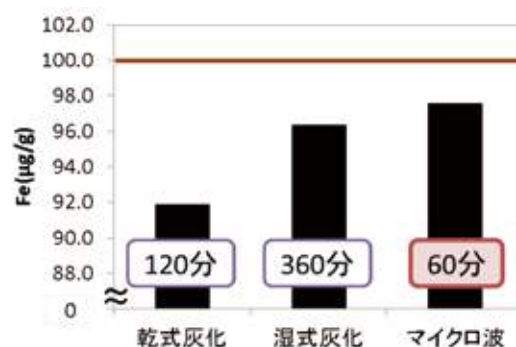


図1 各前処理法による鉄回収率

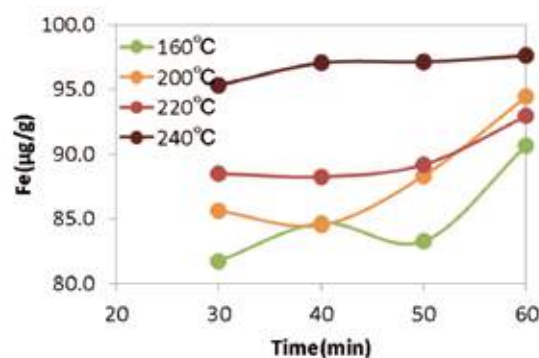


図2 各分解条件による鉄回収率

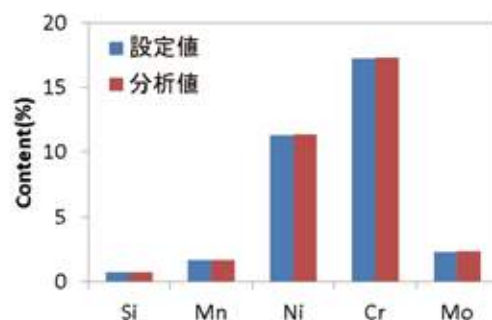


図3 ステンレス鋼中元素の回収率

お問い合わせ先

京都府中小企業技術センター 基盤技術課 化学・環境担当 TEL:075-315-8633 FAX:075-315-9497 E-mail:kiban@mtc.pref.kyoto.lg.jp