

グリスの分析プロセスの検討

当センターには、グリスの同定をしたいという相談がしばしば寄せられます。本研究では結合状態、元素組成、熱物性、形状の観点から分析を行い、得られた分析結果を整理し、分析プロセスの検討を行いました。

はじめに

グリスは、主に基油と増ちょう剤と添加剤から構成されている半固体状の潤滑剤です。産業分野で広く使用されている材料であり、当センターにおいてもグリスに関連した様々な相談事例が寄せられます。

本研究では、当センターの装置を用いて様々な観点からグリスの定性について検討を行いました。

実験方法

フーリエ変換赤外分光分析(FT-IR)、蛍光X線分析(XRF)及び走査電子顕微鏡観察(SEM)により分析や測定を行いました。FT-IRではグリスをそのまま分析するほかに、増ちょう剤と基油に分離した状態での分析を行いました。XRFではろ紙法と油固化法の2つの前処理方法を比較しました。SEMでは分離した増ちょう剤を対象としました。

試料はリチウム系の増ちょう剤を使用しているものを6種類(No.1~4、6、7)、カルシウム系の増ちょう剤を使用しているものを1種類(No.5)用意しました。

結果

グリスをそのままFT-IRによって分析した結果を図1に、分離した増ちょう剤の分析結果を図2に示します。グリスをそのまま分析した場合は、増ちょう剤による違いがわかりにくいですが、分離したものでは $1,550\text{cm}^{-1}$ 付近の違いがわかりやすくなり、増ちょう剤の区別がつかうようになりました。

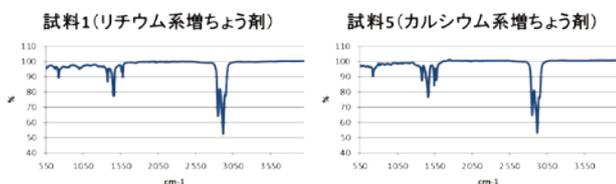


図1 無処理グリスのFT-IR結果

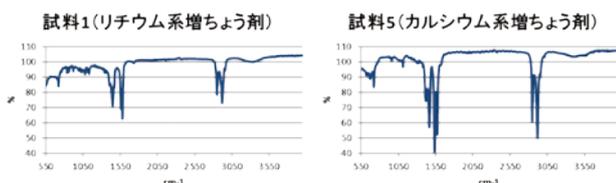


図2 増ちょう剤のFT-IR結果

XRFによる元素分析の結果を表1に示します。P、S、Ca、Zn、Mo、Baの有無や簡易定量値に違いが見られました。またろ紙

法と油固化法を比較すると、試料の均一性や繰り返し分析ができる点は油固化法が優れていますが、得られる信号量はろ紙法が有利でした。

表1 グリスのXRF結果

	試料 No.	概略分析値(wt%)					
		P	S	Ca	Zn	Mo	Ba
ろ紙法	1	0.1858	1.0957	0.4781	0.0243	N.D.	N.D.
	2	N.D.	0.054	N.D.	N.D.	N.D.	0.0671
	3	0.0133	0.03347	0.1344	0.015	N.D.	N.D.
	4	0.1881	0.6329	N.D.	0.0115	N.D.	N.D.
	5	0.0017	0.1973	1.4613	N.D.	N.D.	N.D.
	6	0.0901	2.5906	0.3065	0.0134	0.0457	N.D.
	7	0.1771	2.169	0.3143	0.0238	0.0211	N.D.
油固化法	1	0.076	0.4341	0.1379	0.0564	N.D.	N.D.
	2	N.D.	0.018	N.D.	N.D.	N.D.	0.0161
	3	0.0045	0.155	0.0547	0.0044	N.D.	N.D.
	4	0.0499	0.1892	N.D.	0.0452	N.D.	N.D.
	5	N.D.	0.0855	0.4045	N.D.	N.D.	N.D.
	6	0.0409	0.58	N.D.	0.0322	0.2112	N.D.
	7	0.0865	0.5937	0.1252	0.0714	0.0987	N.D.

増ちょう剤のSEMによる観察画像を図3に示します。同じリチウム系の増ちょう剤であっても、太さなどに違いがみられました。

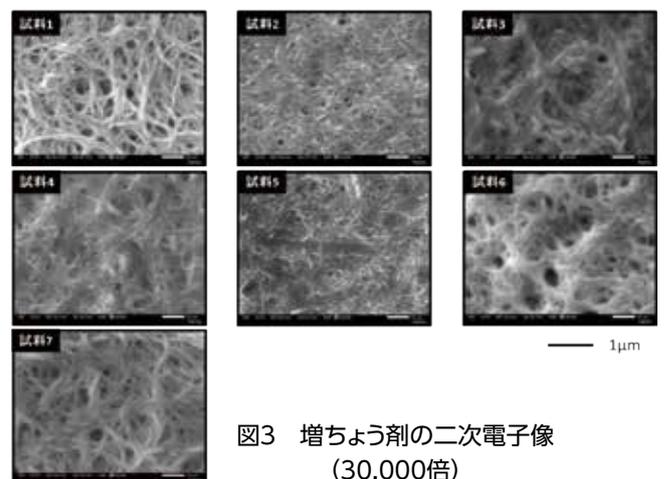


図3 増ちょう剤の二次電子像 (30,000倍)

考察

実際にグリスの定性を行う際には、そのときの状況に合わせた分析方法を選択することになりますが、まずはグリスを無処理かつ少量で分析できるFT-IRなどを選択することが望ましいと考えます。そのあと、必要に応じてXRFなどの違う観点の手法を試したり、グリスの分離を行ったりすることが効果的です。