

油分析技術について

石塚 悟 *
Ishizuka Satoru

木村 重利 **
Kimura Shigetoshi

油には燃料油、潤滑油、絶縁油等、様々な種類があり、当化学・環境部でも従来より、各種の油（航空機用燃料油、産業用潤滑油等）の分析を実施してきた。本稿では潤滑油を中心として、IICで実施している油分析技術について紹介する。

潤滑油の定期的分析により、油交換の時期や潤滑油系統における損傷発生の察知に役立てることができる。また、潤滑油系統に不具合が生じた場合の分析手法についても紹介する。

キーワード：潤滑油、動粘度、全酸価、全塩基価、水分、劣化診断

1. はじめに

油には燃料油、潤滑油、絶縁油等様々な種類があり、各種産業や我々の生活のあらゆる所で利用されている。近年、産業分野においては機械設備の保全最適化が進められており、稼働中の機械設備の状態を診断する手法として潤滑油を分析する機会が増え、今後、ますます増加すると予想される。

当化学・環境部でも、様々な油（航空機用燃料油、産業用潤滑油等）の分析を実施してきた。本稿では潤滑油を中心として、油分析の必要性やIICで実施している油分析技術について紹介する。

2. 油分析の必要性

潤滑油は機械設備が円滑に動作する上で必要不可欠なものである。従って、潤滑油を適正な状態

に維持し、機械の異常や故障を未然に防止するため、潤滑管理（オイルマネジメント）が必要となる。また、潤滑油そのものの劣化や変質を防止し、油交換の間隔を延長することも、潤滑管理の目的である。⁽¹⁾

従来より、機械設備の保全においては、時間計画保全（TBM：Time-based Maintenance）が主に行われてきた。これは運転経過時間等の時間的な基準により、メンテナンスを計画的に実行する方式であり、機械設備を停止した状態での定期点検、オーバーホール等も含まれるが、作業量、コスト、さらに機器の分解点検後の初期不良による信頼性低下、等の問題がある。そこで時間計画保全から状態監視保全（CBM：Condition-based Maintenance）に移行しようとする動きがある。その状態監視保全の手法として、稼働中の機械設備に対する振動解析、潤滑油分析等が挙げられる。⁽¹⁾ 状態監視保

* 計測事業部 化学・環境部 環境計量士（濃度関係）、一般計量士

** 計測事業部 化学・環境部 次長

全のために潤滑油分析を取り入れ、機械設備メンテナンスやオイル交換の最適化の実施例もある。⁽²⁾⁽³⁾

また、潤滑油を在庫として長期に保管する場合、添加剤の消耗・劣化、水分の混入、等の問題が起こる可能性がある。そこで、定期的にサンプリングして分析し、品質管理を行う必要がある。

3. 油分析の目的

油分析は、試料で大別すると、①新油に対する分析と、②使用油に対する分析がある。新油に対する分析は、物理化学的、潤滑性能を評価し、品質管理、製品開発、製品性能のレベルを判断するために行われる。使用油に対する分析は、使用中の油の状態評価や、潤滑油を使用する機械設備の状態を評価するために行われる。

油分析を目的に応じて分類すると主に、①流体特性分析、②汚染物質分析、③摩耗粉分析の3分野に分類される。流体特性分析は油の物理化学的特性や添加剤特性の評価、汚染物質分析は汚染管理目標の達成、維持、摩耗粉分析は摩耗粉の監視、分析による機械設備の異常検出とその程度の評価にそれぞれ役立てられている。⁽⁴⁾

3.1. 各種測定方法

3.1.1. 粘度

潤滑油選定にあたり、第一に考慮すべき項目は粘度である。⁽⁵⁾ JIS 等でも、使用する機械、装置の種類に応じて粘度が規定されている。⁽⁶⁾

粘度とは流体の流動抵抗の測定値で、絶対粘度と動粘度の二つがあり、通常の粘度測定では動粘度が測定される。絶対粘度とは流体のせん断応力のせん断速度に対する比で、 $\text{Pa} \cdot \text{s}$ または cP (センチポワズ) の単位で表される。動粘度とは絶対粘度を比重で割った値で、 mm^2/s または cSt (センチストークス) の単位で表される。

動粘度測定では、一定温度、重力下で一定量の油が校正された粘度計の毛細管中で一定の距離を流れ落ちるのに要する時間を測定する。この流出時間に定数を乗じて動粘度として求め、上述の単位に換算する。⁽⁷⁾ 写真1に動粘度測定装置を示す。



写真1 動粘度測定装置

3.1.2. 全酸価 / 全塩基価

全酸価は油中の酸濃度の尺度であり、油 1g 中の全酸性成分の中和に必要な KOH 量 (水酸化カリウム量、単位: mg KOH/g) で示される。主に工業用オイルに対して用いられ、添加剤の消耗傾向の把握、油酸化開始の検出、腐食性の酸レベルの評価等に用いられる。

全塩基価は油中の保有アルカリ値の尺度であり、主にクラックケース油 (内燃機関向けの潤滑油の総称) に対して用いられる。添加剤の一部として含まれるアルカリ成分 (燃焼過程で生成する

酸の中和剤)が燃焼や酸生成により消耗する程度を評価するのに用いられる。単位は全酸価同様、mg KOH/g で示される。⁽⁸⁾

写真2に、全酸価/全塩基価測定に使用する自動滴定装置を示す。



写真2 自動滴定装置

3.1.3. 粒子計数

油中の汚染物質(異物、摩耗粉、酸化生成物、水分、等)は機械の順調な運動を妨げる要因となる。従って、機械のトラブル低減や寿命延長、信頼性向上のため、汚染物質を最小限に留め、油の清浄度を高めるよう管理することが重要である。⁽¹⁾

その清浄度の評価方法として粒子計数が用いられる。これは、単位油量(通常1mlまたは100ml)中における、ある範囲の大きさの粒子数を計測するものである。

粒子濃度と分布データはISO4406コードやNAS1638等のコードで示される。ISO4406コードは、4 μ m超、6 μ m超、14 μ m超の粒径範囲ごとに、1mlあたりの粒子数に応じたレンジ番号を与えるものである。NAS1638(NAS等級)は、5~15 μ m、

15~25 μ m、25~50 μ m、50~100 μ m、100 μ m超の粒径範囲毎に、規定された等級(00級:クリーン~12級:汚い、一番悪い(数の多い)もので示す)で評価するものである。日本では従来からNAS等級が用いられてきたが、多くの国ではISOコードが使用されている。⁽¹⁾写真3に、粒子計数装置を示す。



写真3 粒子計数装置

3.1.4. 水分分析

油中の水分は鉄鋼材や他の金属表面の腐食を促進し、油自体をも劣化させるため、水分の管理も重要である。⁽⁴⁾

油中の水分分析は、①スクリーニングと、②水分含有が確認された油中の水分定量の2段階からなる。①のスクリーニングとしては、クラックル試験(ホットプレート上で加熱し、水はねの有無を確認)またはFTIR(水分による赤外吸収の有無の確認)による水分含有の有無確認が行われる。

②の水分定量としては主にカールフィッシャー試験が行われる。これは、水と選択的に反応する試薬(カールフィッシャー試薬)を用いて滴定を行い、水分を定量する方法である。当部では現在、

カールフィッシャー式電量滴定法 (JIS K 2275 準拠) により定量しており、ppm 単位で測定可能である。⁽⁹⁾ 測定装置としては、3.1.2. 項で示した全酸価 / 全塩基価と同様、自動滴定装置 (写真 2) を使用している。

3.1.5. その他

(1) FTIR (フーリエ変換赤外分光分析)

試料に赤外線を照射すると、分子の振動に起因し、化合物を構成する官能基に特有な波数域で赤外線が吸収される。その吸収波数域より有機官能基の定性 (官能基の種類) の判別が可能になる。⁽¹⁰⁾

油試料に対しては、油の劣化 (酸化、ニトロ化、硫酸化、等)、汚染物質 (水分、すす、グリコール、燃料、等) 含有の有無、添加剤の種類確認、等に用いられる。

写真 4 に、FTIR 装置を示す。

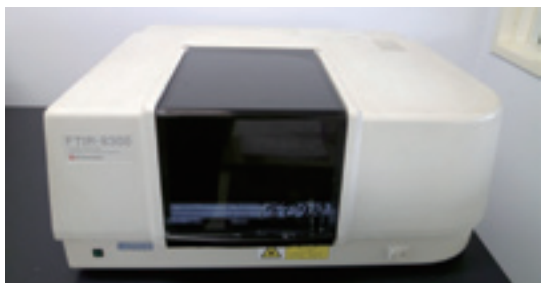


写真 4 FTIR 装置

(2) 引火点

引火点とは、油を徐々に加熱して蒸気を放出し、空気と混合して表面に閃光が発生したときの温度のことである。潤滑油に対しては、燃料やその他引火性の汚染物質の有無を確認するのに用いられる。

(3) フェログラフィー

フェログラフィーは、油中の摩耗粒子を強力な磁場で分離して粒子の大きさの順に配列し、摩耗粒子量や粒子形状等から機械の摩耗状態を判定する方法である。フェログラフィーには、粒子濃度を測定する定量フェログラフィーと、顕微鏡で粒子形状を観察する分析フェログラフィーの 2 種類がある。⁽¹⁾

4. 潤滑油の劣化診断

機械に使用されている潤滑油を定期的に分析することにより、油交換の時期や潤滑油系統における損傷発生の察知に役立てることができる。

4.1. 定期診断

定期診断では潤滑油自体の劣化と清浄度および水分の含有量を確認する。表 1 に、定期診断における潤滑油の分析項目とその概要を一例として示す。管理基準値は通常ユーザーが設定しており、ここではオイルメーカー推奨値を一例として示す。

表 1. 潤滑油の定期診断項目 (一例)

項目	単位	管理基準値	評価内容	該当規格
動粘度	mm ² /s	新油比 ±10%以内	異種油混入、 劣化	JIS K 2283 キャノンフエンスケ 粘度計
全塩基価	mgKOH/g	初期値の 50%以上	添加剤消耗、 劣化	JIS K 2501 電位差滴定法
清浄度 (NAS等級)	級	8 級以下 (00 級: クリーン ~12 級: 汚い)	ゴミ、摩耗粉 等の生成	NAS1638 (National Aerospace Standard 1638)
水分	wtpm	500 以下または 白濁のないこと	水の混入	JIS K 2275 カールフィッシャー法

次に、実機に使用されている潤滑油 (エンジンオイル) の定期診断結果における分析例を表 2 および図 1 ~ 4 に示す。

表 2. 潤滑油の定期診断結果における分析例

測定項目	運転時間 [Hr]				許容範囲	
	0 (新油)	4320	8640	12960	下限	上限
動粘度 [mm ² /s 40°C]	46.0	46.5	47.0	50.0	41.4	50.6
全塩基価 [mgKOH/g]	5.00	4.80	4.00	2.12	2.50	—
NAS 等級 [級]	4	4	7	8	—	8
水分 [wtpm]	50	80	200	350	—	500

(1) 動粘度

粘度は機械の運転に影響を及ぼす。僅かな変化でも潤滑油の性能と安定性に影響を与え、金属同士の接触と摩耗を起こす可能性がある。従って、粘度の測定と傾向管理は、使用油の分析で極めて重要である。

図1に動粘度の測定結果例を示す。いずれも許容値内だが、運転時間：約13000Hr 経過後の測定値が許容範囲上限に近づいている。粘度上昇の要因としては、油の酸化、熱変化、水またはグリコール汚染、すす混入、等が考えられる。

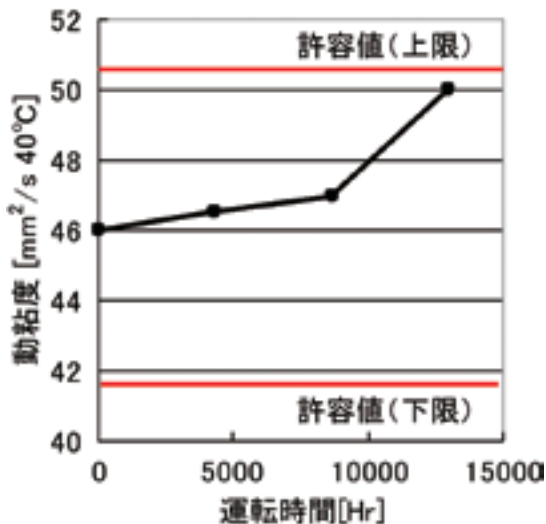


図1 動粘度の測定結果例

(2) 全塩基価

全塩基価は主としてクランクケースを持つ機械に適用され、油自体が持つアルカリ値の尺度となる。このアルカリ値がなくなると、油は高い腐食性を持つようになる。

図2に全塩基価の測定結果例を示す。運転時間：約13000Hr 経過後の測定値が許容範囲以下まで低下した。全塩基価低下は、燃焼、酸によるアルカリの消耗によるものである。その要因としては、油の激しい酸化、燃焼不良（ブローバイとして混入）、燃料混入（漏洩による）、等が考えられる。

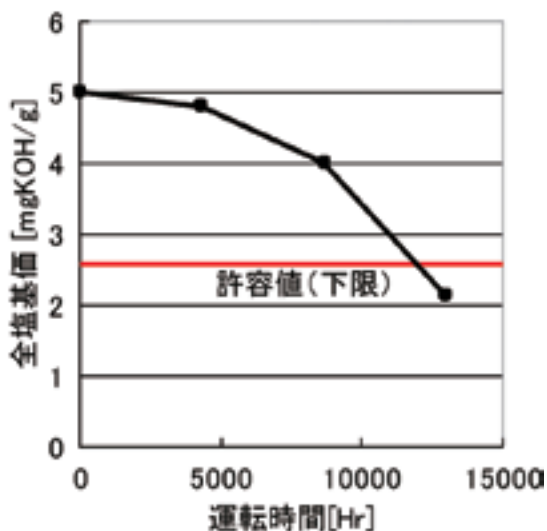


図2 全塩基価の測定結果例

(3) 清浄度 (NAS 等級)

粒子係数の測定結果 (ISO コードまたは NAS 等級) は、固体状の粒子汚染物質による影響を示す。

図3にNAS等級の測定結果例を示す。運転時間：約13000Hr 経過後の測定値が許容範囲上限に達した。その要因としては、フィルター故障、シール、ベントまたは新油を介しての汚染物質混入、摩耗粉発生、等が考えられる。

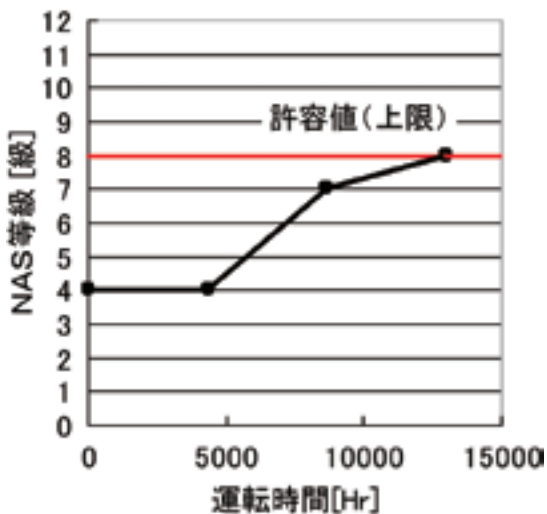


図3 NAS 等級の測定結果例

(4) 水分

水分は様々な経路で油に混入し、油と機械に問題をもたらす。

図4に水分の測定結果例を示す。水分は許容値内だが、時間経過と共に増加しており、今後約4,000時間で許容上限値に達すると予測できる。

さらに、水の浸入源を特定する方法の一つとして、微量金属に対する元素分析がある。例えば、硬水にはCa、塩水にはNaが含まれ、微量金属の相対濃度を調べることにより、浸入源を特定することが可能な場合もある。

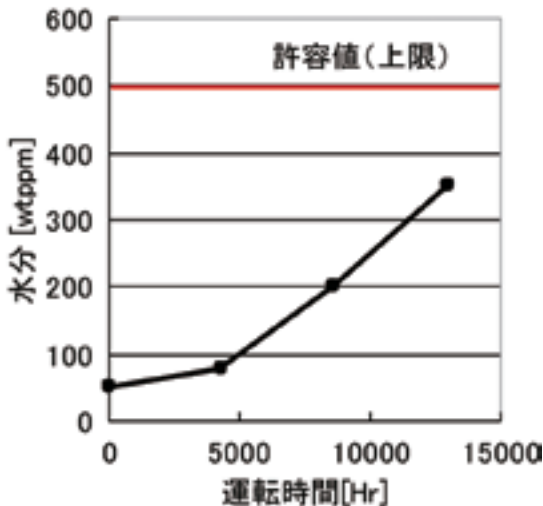


図4 水分の測定結果例

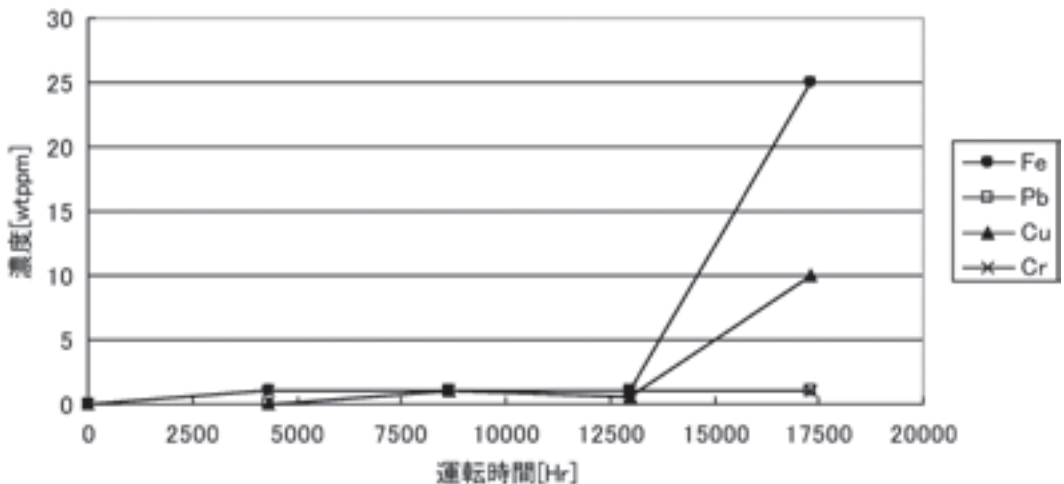


図5. SOAP法による摩耗粒子中金属元素の定量分析結果例

4.2. 不具合診断

ディーゼルエンジンなどの潤滑油系統に不具合(油温の異常上昇、フィルター目詰り、焼付け等)が生じた場合は、定期診断の項目の他に、浮遊摩耗粒子の成分や摩耗粉の形態を特定する必要がある。その方法の一つにSOAP (Spectrometric Oil Analysis Program) 法がある。

SOAP法は、油中に含まれる様々な金属の量を継続的に監視し、異常摩耗等を早期発見するための診断システム⁽¹¹⁾であり、油中の金属の定量分析に用いられる。摩耗粒子の金属元素はそのまま摩耗部位を示し、その含有量の増加は異常摩耗(損傷)を示す。

図5に、SOAP法による摩耗粒子中の金属元素の定量分析結果の例を示す。運転時間：約13000～17000Hrの間にFe、Cuの分析値が上昇しており、Fe-Cu合金部位の損傷が推定される。

更に、SEM(走査型電子顕微鏡) - EDS(エネルギー分散型X線分析計)等により、摩耗粒子を詳細に測定することにより粒子の材質を推定し、摩耗粒子が機械設備のどの部位から発生したものか、推測することが可能になる。

5. まとめ

本稿では潤滑油を中心として、油分析方法とその適用例について述べてきた。潤滑油分析は機械設備の維持・管理のためにも必要なものである。中でも、動粘度、全酸価/全塩基価、清浄度、水分は定期的に調べる必要がある。

当部としては、潤滑油以外にも燃料油等、各種の油分析を実施しており、今後とも各方面からの要望に応じた分析結果を提供していきたい。

参考文献

- (1) 社団法人日本トライボロジー学会編：メンテナンストライボロジー、養賢堂、2006
- (2) Art Durnan, "Best Practice Mobile Equipment Maintenance through Oil Analysis and Lubrication", Lubrication Excellence 2007 Conference Proceedings, pp.397-402
- (3) Stacy Heston, "Optimizing a Preventative Maintenance Program for Construction Equipment", Lubrication Excellence 2007 Conference Proceedings, pp.484-486
- (4) ドリユー・トロイヤー、ジム・フィッチ著、西本隆直訳：オイル分析の基礎、Noria Corporation、2008年
- (5) 藤田稔：燃料油・潤滑油及び添加剤の特性と分離・分析技術、技術情報協会、1996
- (6) JIS K 2001-1993：工業用潤滑油－ISO 粘度分類、日本規格協会
JIS K 2213-1983：タービン油、日本規格協会
JIS K 2215-1993：内燃機関用潤滑油、日本規格協会
JIS K 2239-1993：軸受油、日本規格協会、その他関連 JIS 規格
- (7) JIS K 2283-2000：原油及び石油製品－動粘度試験方法及び粘度指数算出方法、日本規格協会
- (8) JIS K 2501-2003：石油製品及び潤滑油－中和価試験方法、日本規格協会
- (9) JIS K 2275-1996：原油及び石油製品－水分試験方法、日本規格協会
- (10) 田中誠之、飯田芳男：機器分析（三訂版）、裳華房、1996
- (11) 社団法人日本トライボロジー学会編：トライボロジー辞典、養賢堂、2007



計測事業部 化学・環境部
環境計量士（濃度関係）、
一般計量士
石塚 悟
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部 化学・環境部
次長
木村 重利
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541