潤滑油商品の研究開発
における発想点とその成果

石油分析化学研究所

研究所長，工学博士（大阪大学）

技術士（化学部門）

藤田　稔

1. 高性能電気絶縁緑油の開発

1 要旨

国産原油留分を原料とし，酸化防止剤，流動点降下剤等の添加剤を一切使用せず，独自の厳しいH規格に合格する電気絶縁油の開発に成功した。もっとも苦心したのは天然酸化防止剤の発見とその効果およびユニークな硫酸洗滌法の確立であった。

2 研究の目的

1955年代，H製作所は電力需要の急増に対処するために，大手電力会社から多大な数の変圧器の生産を受注した。H製作所は独自の技術によって各種の変圧器の製造にとりかかった。変圧器は密閉型であり，その中に変圧器油（電気絶縁油の一種以下トランス油と称する）が充填されるが，一度封入されると20～30年は交換することなく使用される。したがって，このトランス油は極めて酸化安定性の優れた高性能のものが要求されるわけである。

当時トランス油を製造していたのは，日本海沿岸で国産原油を処理していた大手石油メーカー3社，すなわちNS社，NK社，SS社であった。当時，トランス油の日本工業規格はまだ制定されておらず，H製作所は独自のH規格を3社に提示してきた。表1に示す。

これが世に恐れられたH規格というものである。

本社から，大至急H規格に合格するトランス油の製造開発研究を実施せよとの通達があり，当社のH製油所と中央研究所が一体となって開発を行った。私は開発のリーダーをつとめた。

表1　トランス油H規格（1955）

(1) 密度（15℃）0.9以下
(2) 動粘度（40℃）13センチストークス以下
(3) 流動点（℃）－30以下
(4) 引火点（℃）130以上
(5) 絶縁破壊電圧（2.5㎜）40キロボルト以上
(6) 酸化安定性
　試料量：25ml
　温度：120℃，時間：100時間，触媒：銅線・直径1㎜，長さ800㎜，　酸素吹込み，試験後の油のスラッジ0.2wt%以下，酸価（mg KOH/g）0.25以下
(7) 水分：30ppm以下
(8) トランス油は天然鉱油より精製したものであること。酸化防止剤，流動点降下剤等の合成添加剤は使用してはならない。

3 研究の方法

SS社がH製油所で処理していた国産原油は，院内原油で流動点の低いナフテン系原油であった。原油を脱水後，蒸留してトランス油相当留分を得，硫酸洗滌，アルカリ中和，水洗，白土処理の工程を行ってトランス油が製造される。幸い，こうして得たトランス油はH規格の中の密度，動粘度，流動点，引火点，絶縁破壊電圧，水分についてはすべて合格していることがわかった。問題は酸化安定性である。

硫酸洗滌において単位油当たりの処理硫酸量をふやしてゆくと油の精製度が進み，酸化安定性が向上してゆく。すなわち，油中の樹脂分や多環芳香族成分が選択的に硫酸と反応して，硫酸スラッジとして除去される。しかし，ある硫酸量を越えると，すなわち精製度を高めすぎると逆に酸化安定性が悪くなることがわかった。

H製油所ではトランス油の一般製品をつくるときは，硫酸量200kg/kl油の処理で行っていたが，この油ではH規格の酸化安定性に合格しなかった。

そこで原点に立ち返って，私が開発した方法によりトランス油の組成分析を行った。

図1にトランス油の系統的分離分析方法を示す。

このようにして，トランス油の飽和成分，単環芳香族成分，2環芳香族成分，多環芳香族成分をそれぞれ分離した。次に，飽和成分に各種芳香族成分を色々な割合で混合してモデルトランス油を調製し，H規格の酸化安定性試験を行った。その結果，硫黄を含む多環芳香族成分が天然酸化防止剤の働きをすることを発見した。硫酸洗滌によってつくったトランス油中にこの天然酸化防止剤をある濃度以上存在させると，確実にH規格に合格することを見出したわけである。

しかし，ここにまたもや大きい壁が立ちふさがった。

天延酸化防止剤を選択的にある濃度以上残存させる製造方法は？

私はある日曜日，新宿御苑へ気分転換に遊びに出かけた。芝生に寝ころがり青い空を眺めていた。白い雲が変幻自在に形を変えている。融合し，離散している。フトひらめいた。融合，そうだ融合こそこの難問解決にならないかと発想したのである。

表2に示すように，トランス油の精製において硫酸処理量を色々変えたが，いずれもH規格に合格しなかった。ただ，200kg/kl油の場合が合格値に近い。ゆえに，この油で天然酸化防止剤の量を増加すれば合格すると考えた。そこで発想したのが融合であった。1種の硫酸処理量で製品をつくるのでなく，柔軟な発想で2種の硫酸処理量で中間製品をつくり，これを融合（混合）して，天然酸化防止剤の濃度を高めようとしたわけである。

表2のように，(A)油60wt%と(B)油40wt%を混

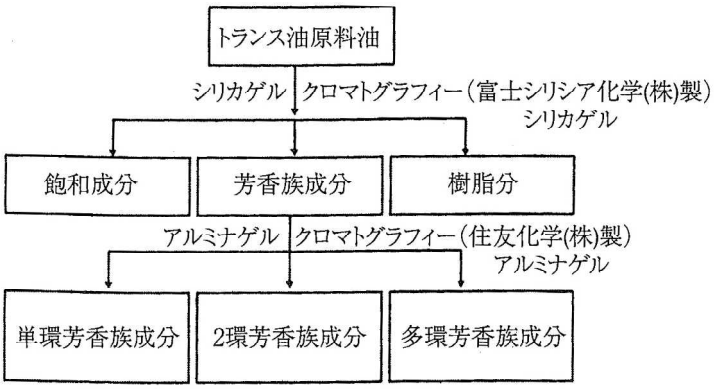


図1　トランス油の系統的分離分析

表2　トランス油の組成と酸化安定性の関係

	炭化水素成分(wt%)				酸化安定性試験		備考
硫酸処理量 (kg/kl油)	飽和成分	単環芳香族成分	2環芳香族成分	多環芳香族成分	酸価 (mgKOH/g)	スラッジ (wt%)	
200(一般)	67.0	14.0	11.5	7.5	0.40	0.30	不合格
250(A)	71.5	12.0	10.0	6.5	0.50	0.20	不合格
150(B)	60.0	15.0	14.0	11.0	0.30	0.40	不合格
(A)60wt% (B)40wt% 混合	66.9	13.2	11.6	8.3	0.20	0.15	合格
H規格	—	—	—	—	0.25以下	0.2以下	—

合してつくった製品油は天然酸化防止剤の含有量が多く，H規格に悠々合格した。また，一般性状，規格試験のすべてに合格した。

4 研究の成果

(1) H規格に合格するトランス油の製造方法は，硫酸処理量250kg/kl油の精製油（A）60wt%と硫酸処理量150kg/kl油の精製油（B）40wt%を混合するとよい。酸化安定性試験ではスラッジ0.15wt%，酸価0.20mgKOH/gの値を示し，悠々合格した。

(2) このトランス油の化学的組成は，

飽和成分66.9wt%，単環芳香族成分13.2wt%，2環芳香族成分11.6wt%，多環芳香族成分8.3wt%であり，従来の通常トランス油製品にくらべて天然酸化防止剤の相対含有量が2割近く増加している。

(3) SS社はこうしていち早く国産原油トランス油製品をH製作所に納入することができ，長い間優位性を保つことができ，多大の利益を得ることができた。

（注）現在，電気絶縁油の規格はJIS C 2320に，電気絶縁油試験方法の規格はJIS C 2101にきめられている。

1種（鉱油），2種（アルキルベンゼン），3種（ポリブテン），4種（アルキルナフタレン），5種（アルキルジフェニルエタン），6種（シリコーン油）および7種（鉱油，アルキルベンゼン）について規定されている。

添加剤は，鉱油に対して流動帯電抑制剤および流動点降下剤の添加が認められている。また，酸化安定性試験規格（JIS：2000年）も温度120℃，時間75時間，触媒　銅，酸素吹き込みの条件で，スラッジ0.4wt%以下，酸価0.6mgKOH/g以下となっており，かつてのH規格よりはるかにゆるやかになっている。顧みれば，H規格のトランス油への挑戦は苦しく長い戦いであった。正にそれは「トランス油の夜明け」であったといえるであろう。

参考文献

1) 藤田　稔，「石油分析化学」石油分析化学研究所（1992）

2) 藤田　稔，「燃料油・潤滑油および添加剤の特性と分離・分析技術」技術情報協会（1996）

3) 藤田　稔，「小説・トランス油の夜明け（1）～（7）」JETI，Vol 43，No.9（1995）～Vol 46，NO.2（1998）

2. 高粘度指数作動油の開発

1 要旨

作動油は工業用潤滑油製品の50%を占める重要な潤滑油である。高粘度指数作動油の研究開発において，ポリマーのみを効率よく分離するゴム膜透析法を発見した。市場の最高品質の油を開発するに至ったポイントを解説する。

2 研究の目的

産業・工業の発展にともない，潤滑油の性能に対する要求も年々厳しくなっている。

工業用潤滑油製品中50%を占める作動油についても，ますます高性能，高品質のものが求められている。要求性状としては次のとおりである。

1) 粘度指数が高いこと（粘度／温度特性良好）
2) 酸化安定性が良いこと
3) 熱安定性が良いこと
4) せん断安定性が良いこと
5) さび止め性が良いこと
6) 泡立ちしにくいこと

石油各社は競って高粘度指数作動油（VI. 150～200）を開発，商品化し，市場に供給しはじめた。本研究の目的は，市場において最高の品質の作動油を適正な価格内で開発し，商品化して販売することである。

3 研究の方法

私は，高粘度指数作動油の開発のキーポイントは添加剤である粘度指数向上剤（ポリマー）の化学構造と特性にあると考え，まずその簡単な分離法について日々模索していた。

ある日の夜のこと，フッとひらめいたことがあった。人間の生命の起源である貴い高分子物質（精液）は，衛生ゴム膜で完全にキャッチされる。このゴム膜が高粘度指数作動油中のポリマーの分離に使えないかと考え，早速，実験にとりかかった。分離用ゴム膜は天然ゴムでなければいけないことがわかった。また溶剤は，ベンゼンなどはすぐゴムを溶かすので駄目で石油エーテルでないといけないこともわかった。

種々の工夫をこらして，遂に，藤田式ゴム膜透析装置をつくり上げることができた。図1に装置を示す。

本法は簡単で，便利で，作動油中のポリマーを容易に，精度良く分離，定量することができる。表1にゴム膜透析分離の精度，表2に市販粘度指数向上剤のゴム膜透析分離結果を示す。

図2に市販作動油Xの超音波照射による粘度とポリマーの変化を示す。

次に，図3に私が開発した作動油の系統的分離分析法を示す。

私は，国内外の10数種類の市販作動油について分離分析を行った。また各種性能テストも実施して比較評価した。

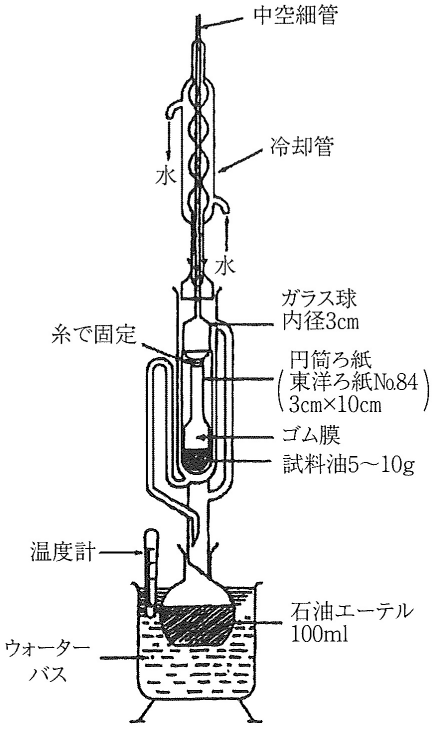


図１ゴム膜透析装置

表１　ゴム膜透析分離の精度

収支と性状＼実験番号	1	2	3	4
試料量(g)	5.213	5.604	5.142	5.615
回収率(wt%)	99.91	100.13	100.00	99.93
油分(wt%)	96.39	96.40	96.40	96.38
ポリマー(wt%)	3.61	3.60	3.60	3.62
標準偏差(σ)	0.01			
標準偏差(%)	0.3			

表２　市販粘度指数向上剤のゴム膜透析分離

収支と性状＼添加剤		x	y	z	w
試料量(g)		6.300	5.945	5.487	5.794
回収率(wt%)		99.43	99.60	97.69	99.04
油分(wt%)		63.36	63.89	64.74	81.02
ポリマー(wt%)		36.64	36.11	35.26	18.98
油分の性状	動粘度cSt(37.78℃)	21.40	21.42	27.19	26.21
	動粘度cSt(98.89℃)	4.14	4.15	4.77	4.71
	粘度指数	106	107	106	109
	平均分子量	371	371	390	388

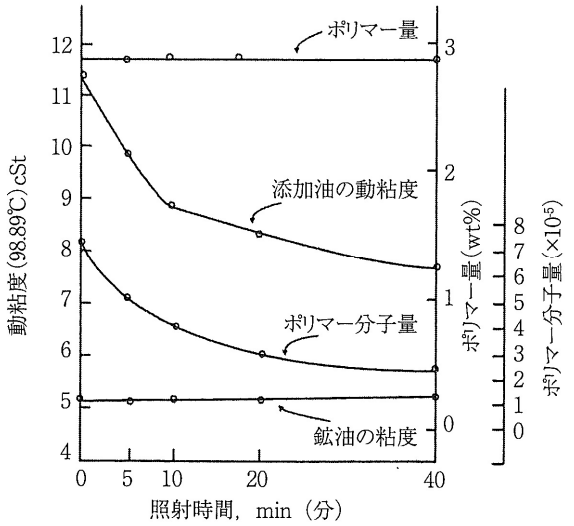


図２　市販作動油Ｘの超音波照射による粘度とポリマーの変化

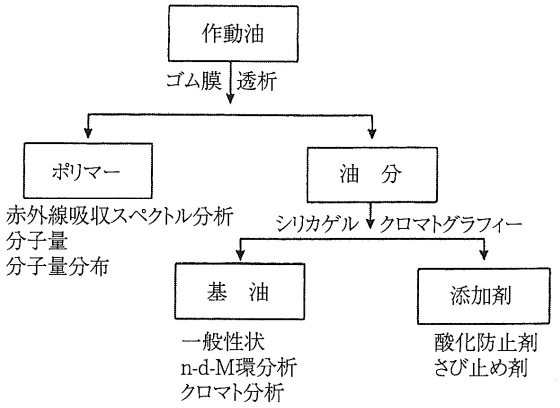


図３　作動油の統計的分離分析法

4 研究の成果

私が発見したゴム膜透析法と，私がすでに開発していたシリカゲル・クロマトグラフィーを組み合わせることによって，市販作動油の正体を明らかにすることができた。

さらに超音波せん断試験によって，せん断安定性も評価した。成果を示す。

(1) 市販作動油中のポリマーの量，その化学構造，分子量，分子量分布がわかった。

(2) 市販作動油の基油の量，その組成と性状および添加剤（酸化防止剤，さび止め剤など）の化学構造と添加量が明らかになった。

(3) 市販作動油の熱・酸化安定性せん断安定性を評価し，その性能レベルが判明した。

(4) 粘度指数向上剤（ポリマー）の化学構造と分子量および分子量分布が作動油製品のせん断安定性と密接な関係があることがわかった。

私は，以上の実験結果にもとづき，京都のSK（株）とコンタクトして，粘度指数向上性能が高く，しかもせん断安定性の優れたポリマーを製造して頂き，市場で最高品質の作動油の商品化に成功した。

（注）作動油（hydraulic oil）

油圧機器，流体継手，トルクコンバーター，自動変速機など流体の力を用いて動力伝達，力の制御，位置の制御，暖衝を行う装置での媒体油兼潤滑油の総称

参考文献

1) 藤田　稔，潤滑，11 (6)，257 (1966)

2) 藤田　稔，"燃料油，潤滑油および添加剤の特性と分離・分析技術" 技術情報協会 (1996)

3. 高塩基性舶用シリンダ油の開発

1 要旨

硫黄分の多い残さ燃料油を用いる大型船舶ディーゼル機関においては，硫酸によるシリンダライナやピストンの腐食摩耗が大きい問題であった。これを解決するために，過塩基性清浄分散剤の分離分析と構造決定を行い，高性能の舶用シリンダ油商品の製造に成功した。

2 研究の目的

1960年代，大型船舶の推進力として，従来の蒸気タービンから，熱効率のはるかに高いディーゼルエンジンに置き換わり始めた。

さらに経済性を向上させるために，燃料として安価なC重油が使われはじめたが，硫黄分が多いため，燃焼によって生成する硫酸がシリンダライナやピストンを腐食摩耗する事態が発生した。

これを防止するために，新規な高塩基性舶用シリンダ油の開発を行った。

3 研究の方法

3.1 無機化合物の研究

水酸化カルシウム（$Ca(OH)_2$）の塩基価は，1514mg KOH/gである。ゆえにこれを潤滑油に2wt%添加すれば，塩基価が約30mg KOH/gの潤滑油製品になる。硫酸とは次のように中和反応を行う。

$$H_2SO_4 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaSo_4 + 2H_2O$$

しかし，$Ca(OH)_2$は比重が大きいために，すぐ沈殿して商品にならなかった。このほか，塩基価の大きい炭酸カルシウムや酢酸カルシウムについても，油中への分散，乳化などを含めて検討したが，商品とすることはできなかった。

写真1に原油タンカーを示す。

写真1　原油タンカー
（ディーゼルエンジン搭載）

図1にディーゼルエンジンの構造を示す。

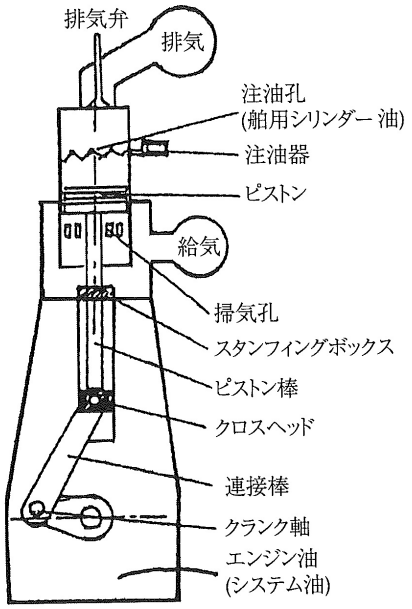


図1　ディーゼルエンジン構造

3.2　有機化合物の研究

当時，米国においてカルテックス社とモービル社が塩基価 30mg KOH/g の潤滑油商品をはじめて世に出した。塩基価の非常に大きい有機化合物の合成に成功したわけである。これは，潤滑油添加剤の歴史に残る画期的な発見といわれている。

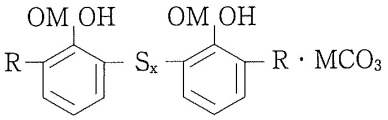
私は夜も眠らずに研究し，遂にオリジナルな分離分析方法を開発して，その正体を明らかにすることができた。

米国の高塩基性舶用シリンダ油を，富士シリシア化学（株）製シリカゲル No. 923（細孔直径 22 Å，表面積 800m^2/g）による液体クロマトグラフィーを行って，石油エーテル溶出第1カットを捕集し，さらに数回，この第1カットのクロマト精製を行うことにより，添加剤そのものの結晶が得られる。元素分析と各種スペクトル分析によってその化学構造がわかり，塩基価（mg KOH/g）を測定することにより，添加剤の添加量がわかった。

次に，富士シリシア化学（株）製シリカゲル No. 62（細孔直径 160 Å，表面積 300m^2/g）による液体クロマトグラフィーを行って，石油エーテルおよびベンゼン溶剤で十分に溶出操作を行うと，塩基価ゼロの基油のみが分離される。この基油の量を定量し，また一般性状測定，n-d-M 環分析，クロマトログラフィー分析を行うことによって，基油の特性（ナフテン系，パラフィン系）や精製度を把握することができた。この場合，高塩基性添加剤は完全に吸着されて，前述の溶剤では溶出されない。このように，シリカゲルの細孔直径の大きさによる吸着挙動の相異に着目し，添加剤の分離に応用して成功したわけである。

4 研究の成果

(1) 米国の高塩基性舶用シリンダ油中の添加剤の化学構造は次のようなものである。



化合物名：過塩基性金属アルキルフェネート

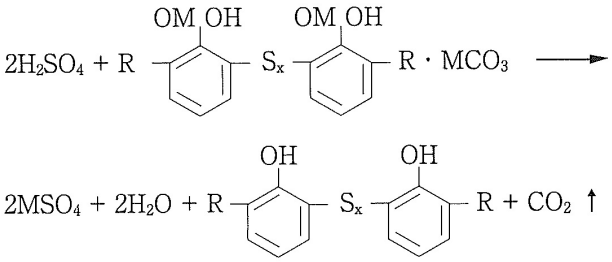
M：Ca，Mg などの2価の金属

R：アルキル基

塩基価：300 mg KOH/g

X：重合度

この添加剤は硫酸と次のように反応する。



硫酸との反応速度はきわめて早く，また生成したアルキフェノール類は酸化防止剤としても働く。

(2) 上記舶用シリンダ油の基油は，粘度指数 50 のナフテン系基油を用いていることが判明した。

(3) 私は，これらの情報をもとにして，基油として国産ナフテン基油を用い，添加剤として過塩基性

Ca-スルホネートと過塩基性Ca-フェネートを添加し，さらに耐摩耗剤兼酸化防止剤として万能のジチオりん酸亜鉛を少量添加し，塩基価30～70mg KOH/gの各種舶用シリンダ油商品をつくった。

(4) 外国航路の実船テストを行った結果，シリンダライナーの摩耗量は従来のものより大幅(1/3～1/5)に減少し，船舶の運転性，安全性，経済性が著しく向上した。(残さ燃料油の硫黄含有量に応じて使用する潤滑油の塩基価(30～70mg KOH/g)をきめる)

(5) 本製品は多くの船舶に採用され，多大の利益を生み出すことができた。

(注) 塩基価(base number)

原油，石油製品の試料1g中に含まれる塩基性成分を中和するのに要する塩酸または過塩素酸と当量の水酸化カリウムのmg数。JISK2501

参考文献

1) 藤田　稔，"石油分析化学" 石油分析化学研究所 (1992)

2) 藤田　稔，"燃料油，潤滑油および添加剤の特性と分離・分析技術" 技術情報協会 (1996)

4. 潤滑油流動点降下剤の新合成法の開発

1 要旨

米国の特許に従って潤滑油流動点降下剤アルキルナフタレンを合成したが全く効果は認められなかった。そこで種々検討の結果，独自の新合成法を発見した。合成添加剤の構造分析を行い，その作用機構を明らかにした。

2 研究の目的

S石油（株）は，潤滑油製品の製造上欠くことのできない添加剤（酸化防止剤，粘度指数向上剤，清浄分散剤，流動点降下剤等）を年間数十億円添加剤専門メーカから購入して使用している。

これらの添加剤のいずれかでも自社の技術で開発，生産し，使用できればかなり大きい経済効果を生み出すことになる。

そこで，本社から私に与えられたテーマは，『潤滑油添加剤の開発と工業化』というものであった。

ひとくちに添加剤といっても，その種類は数十種類もあり，おのおのの目的も機能もさまざまである。

私は開発に当たって，次のような基本条件を満たすものが望ましいと考えた。

(1) 合成原料が安価で容易に入手できるもの。
(2) 合成方法が比較的容易なもの。
(3) 合成添加剤の応用範囲が広いこと。
(4) 世界的に共通した性能を発揮し，販売できるもの。

この条件に合致するものは何かと苦心して探索，調査の結果，流動点降下剤がぴったり合致するという考えに至った。パラフィン・ワックスを多く含む原油，燃料油，潤滑油の低温流動性を良くしたいというニーズは世界中にあり，安価で有効な流動点降下剤が強く切望されていた。

3 研究の方法

3.1 米国特許による合成

図1に示すように，ナフタレンと塩素化パラフィンを原料として，触媒は塩化アルミニウムを用いてフリーデルクラフツ反応を行ったが，合成添加剤（W-0）は全く流動点降下能を示さなかった。

写真1に添加剤合成装置を，写真2に低温流動性測定装置を示す。

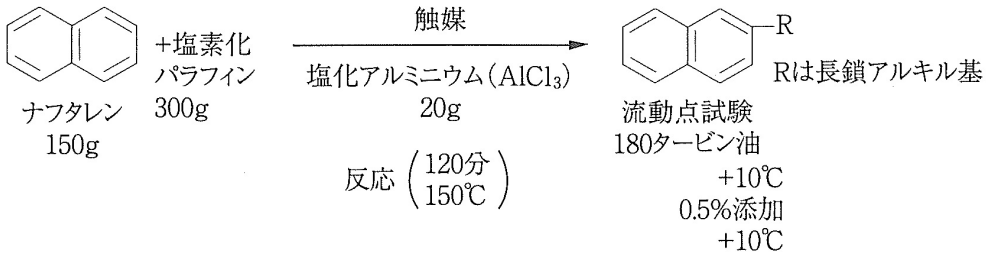


図1 米国特許による流動点降下剤の合成

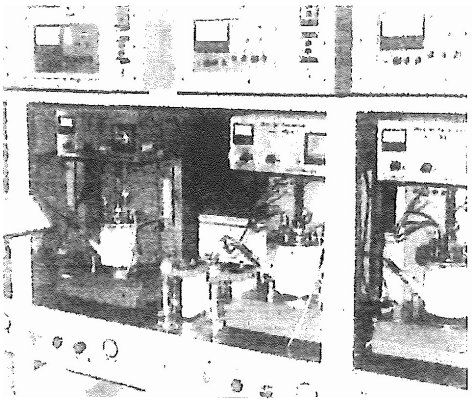


写真１　流動点降下剤合成装置

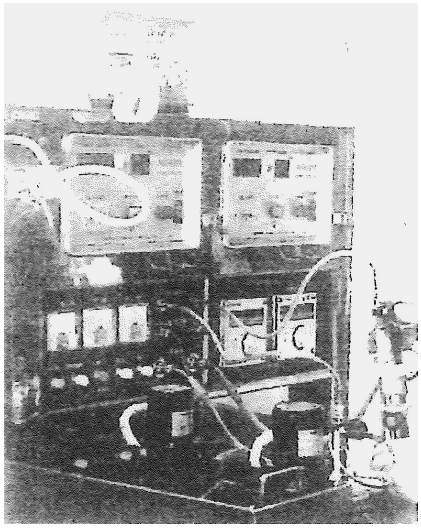


写真２　低温流動性測定装置

3.2　著者による新合成法

ある日の夜，私は徹夜で合成実験をしていたが，連日連夜のことゆえ，疲れて眠ってしまった。朝方目をさまして，フト反応器の中をのぞくと今迄と違った粘稠な合成物が生成していた。

早速試験をすると，非常な降下能を示した。

狂喜して，再現すべく，慎重に昼間合成実験を行ったが，降下能を示す添加剤は得られなかった。あの夜一体何がおこったのか？必死になって考えていると，天啓のようにひらめくものがあった。実験ではゆるやかな減圧下で行うため，水流ポンプを使っていた。夜中に水圧が変化して，水が反応系中に逆流してとびこんだのではないかとの考えに到達したのである。

しかし，これは従来の常識を破る大胆な発想である。何故ならば，塩化アルミニウム触媒は水分に対して極めて敏感で，水分に会うとすぐ分解してしまうからである。

しかし，とにかくトライしようということで，反応の途中で微量の水を添加する実験を行った。

図２がその結果であるが，わずか１%弱の水を加えることにより，非常に有効な流動降下剤を合成することに成功したわけである。

流動点＋10℃のタービン油に W-1 を 0.5％添加することにより，流動点が－17.5℃に降下した。

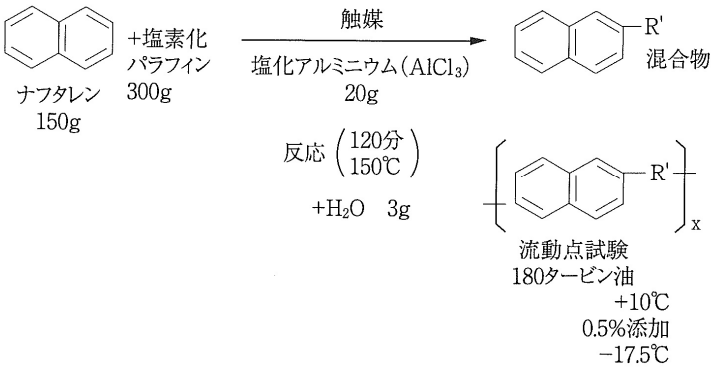


図２　著者による流動点降下剤の新合成法（W-1）

3.3　流動点降下剤の化学構造

合成したW-0とW-1について，著者が開発したゴム膜透析法とシリカゲル・クロマトグラフィーで各成分に分離し，赤外線吸収スペクトル分析（IR），核磁気共鳴スペクトル分析（NMR），質量スペクトル分析（MS），分子量測定等を行って化学構造を明らかにした。

その結果を図3および図4に示す。

図3より明らかなように米国特許の方法により，フリーデルクラフツ反応は正常に遂行していて，長鎖アルキルナフタレンが生成している。しかし，その分子量は520であり，類似化合物は潤滑油基油中にも存在するものである。流動点降下能は全くないことが，このことからも容易に理解できる。

図4より明らかなように著者法による画期的な水添加法においても，フリーデルクラフツ反応の大部分は正常に遂行していて，長鎖アルキルナフタレンが多く生成していることがわかる。しかし，このものはW-0と同様流動点降下能を示さなかった。

しかし，水添加法によって分子量5100の長鎖アルキルナフタレンポリマーが新たに生成することを発見した。このものは非常に優れた流動点降下能を示した。したがって，流動点降下剤は，ある程度以上の高分子量化合物でなければ効果を発揮しないということがわかった。

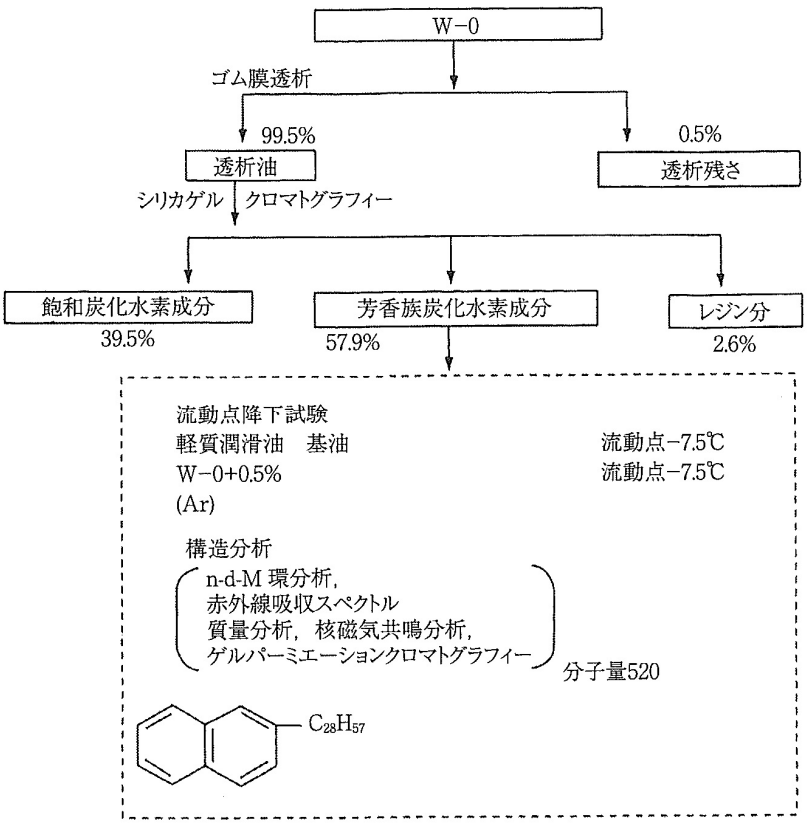


図3　W-0の組成分析と効果

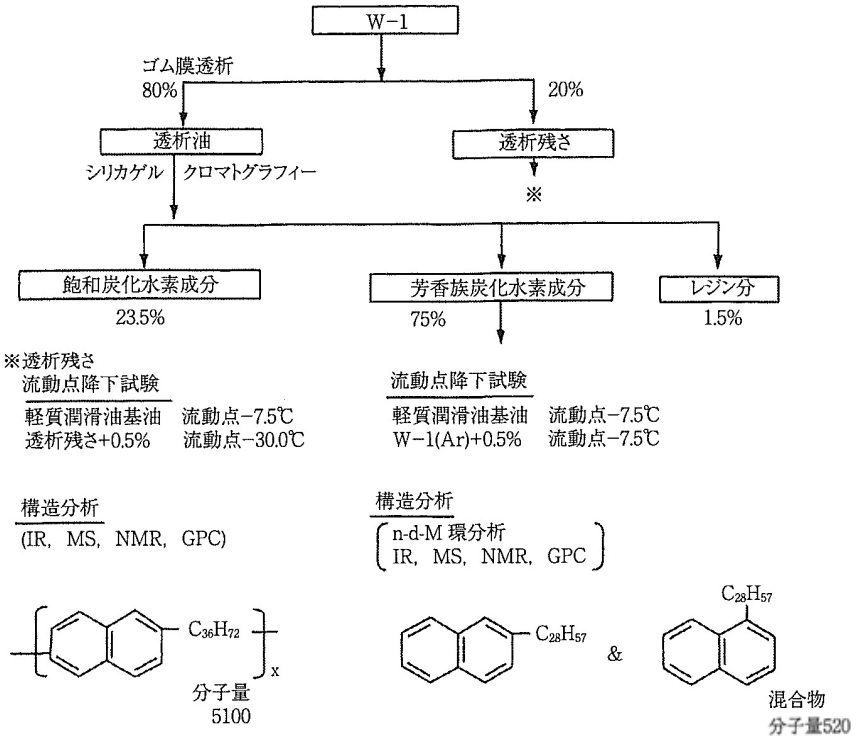


図 4　W-1 の組成分析と効果

3.4　流動点降下剤の作用機構

潤滑油中のろう（パラフィン・ワックス）は図 5 のような結晶構造を持っていて，X 軸および Z 軸方向への成長が速く，Y 軸方向への成長はおそい。

流動点降下剤長鎖アルキルナフタレンポリマー（W-1）を添加すると，図 6 のようにろうに吸着して，X 軸および Z 軸方向へのろうの結晶成長速度を抑制しておそくし，Y 軸方向への成長を早くし，等方的に成長させ，ろうの網目構造の形成を防止するわけである。

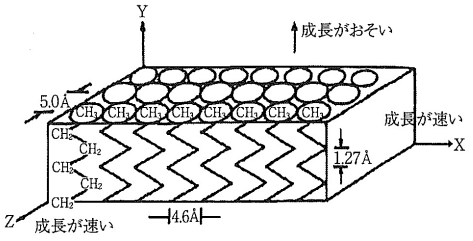


図 5　ろうの結晶の成長の仕方

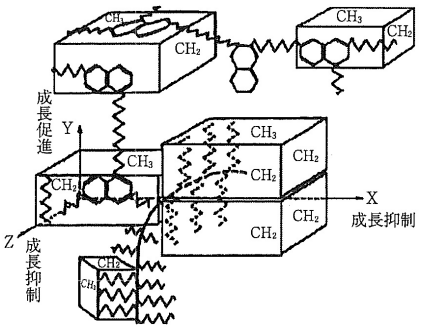


図 6　流動点降下剤（長鎖アルキルナフタレンポリマー）によるろう結晶の成長方向の調整

4 研究の成果

(1) 米国特許にしたがって，フリーデルクラフツ反応を行って流動点降下剤の合成を試みたが，有効な添加剤は全く得られなかった。(W-0)

(2) フリーデルクラフツ反応の過程中に，わざと微量の水を添加することによって，有効な添加剤が合成できることを発見した。(W-1)

(3) W-1 を工業的に生産して使用した。

(4) W-0 は平均分子量 520 の長鎖アルキルナフタレ

ンを主成分とし，流動点降下能を示さなかった。

(5) W-1 は平均分子量 5,100 の長鎖アルキルナフタレンポリマーを主成分とし，顕著な流動点降下能を示した。

(6) 流動点降下剤の作用機構を明らかにした。

(7) フリーデルクラフツ反応に及ぼす水の影響とポリマー生成の反応機構を明らかにした。

(注) 流動点は低温における石油製品の流動性の目安を示すもので，JIS K 2269 法により測定される。

参考文献

1) 藤田　稔, 石油学会誌, 14 (12), 1001 (1971), 15 (2), 117 (1972), 15 (2), 122 (1972)

2) 藤田　稔,「石油分析化学」石油分析化学研究所 (1992)

3) 藤田　稔,「燃料油，潤滑油および添加剤の特性と分離・分析技術」技術情報協会 (1996)

5. 潤滑剤の試験・分析方法

潤滑剤の試験および分析の目的は，製造上の管理，商品の品質管理，市場調査および商品の品質改良と開発を行うためであり，きわめて重要な課題といえます。

1．潤滑油の一般試験

主な一般試験は次のとおりです。

比重　JIS K 2249
粘度および粘度指数　JIS K 2283
流動点　JIS K 2269
水分　JIS K 2275
残留炭素　JIS K 2270
灰分　JIS K 2272
硫黄分　JIS K 2541
中和価　JIS K 2501

たとえば潤滑油基油の製造の場合，その指標となるのは，粘度および粘度指数，流動点です。

また潤滑剤の使用限界については，粘度，中和価，水分，不溶分などを測定して判定されます。

2．潤滑油基油の組成分析

(1) 構造基分析法

屈折率(n_D^{20})，密度(d_4^{20})，分子量，硫黄分(wt%) を測定してn－d－M環分析を行い，$\%C_A$，$\%C_N$，$\%C_R$，$\%C_P$，R_A，R_N，R_Tを計算で求めます。

さらに最近では質量スペクトル分析法の進歩により，潤滑油中のパラフィン，単環ナフテン，二環ナフテン．三環ナフテン，単環芳香族，二環芳香族，多環芳香族，硫黄化合物の含有量が定量されるようになりました。

(2) 液体クロマトグラフィ

吸着剤としてシリカゲルを用い，潤滑油をその構成成分である飽和成分，芳香族成分，樹脂分に分離定量します。

3．添加剤の試験

潤滑油添加剤には，酸化防止剤，粘度指数向上剤，流動点降下剤，清浄分散剤，耐荷重添加剤，さび止め剤，腐食防止剤，あわ消し剤などがあります。石油会社は自社の基油に最もよくマッチした添加剤を添加剤メーカーから購入して使用しています。購入に際しては品質規格を設定して受入れ試験を行います。たとえば高塩基価舶用シリンダ油用添加剤では全塩基価，金属含有量が最も大切なほか，製品としたときの性状のバラツキがないように比重，粘度など実用性能とはあまり関係がないような項目までおさえる場合があります。

また，赤外線吸収スペクトル分析による官能基の検索や分子量分布の測定，最新の機器分析装置を駆使して金属元素の定量なども行われています。

4．潤滑剤の系統的分析法

図1，2に示します。

5．潤滑剤の分離分析法

①シリカゲル吸着クロマトグラフィ
②ゴム膜透析法
③溶剤抽出法
④酸分解法
⑤薄層クロマトグラフィ
⑥ゲルパーミエーションクロマトグラフィ
⑦高速液体クロマトグラフィ
⑧ガスクロマトグラフィ

などの各分離方法を，目的に応じて使いわけていきます。

6．潤滑剤無機成分の化学分析法

潤滑剤中の添加剤の量や使用中における濃度変化，また，異種潤滑油やグリースの混入のチェック，使用油中の摩耗金属の分析など，各種元素の定量分析は非常に大切です。定量法には化学分析法と機器分析法があります。

添加剤に由来する金属および無機成分としては，Ca，Ba，Mg，Zn，P，S，N，Cl，Na，Mo，Ti，Li等です。摩耗金属としてはFe，Cu，Pb，Cr等です。

7．潤滑剤無機成分の機器分析法

①けい光X線分析法
②X線回折分析法
③発光分光分析法
④原子吸光分光分析法

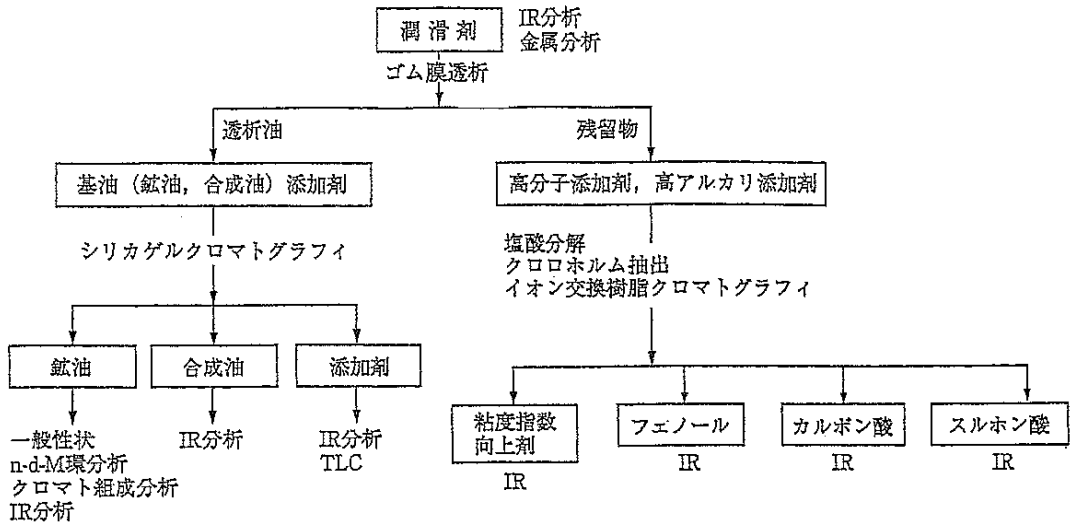


図1　潤滑剤の分析法

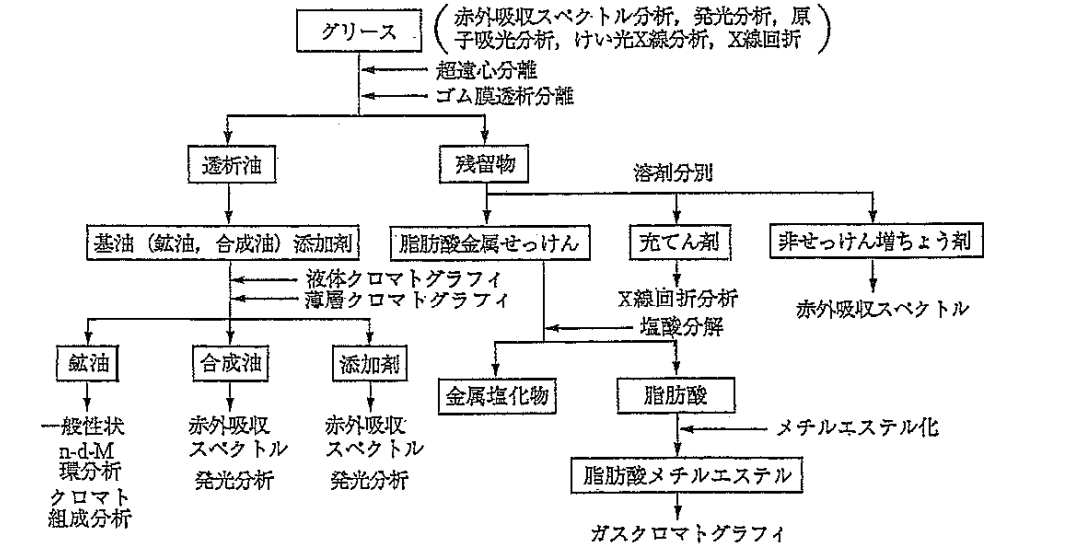


図2　グリースの分析法

⑤誘導結合プラズマ発光分析法
などの機器分析方法を，目的に応じて使いわけていきます。

8．潤滑剤有機成分の機器分析法

①赤外線吸収スペクトル分析
②紫外線吸収スペクトル分析
③核磁気共鳴スペクトル分析
④質量スペクトル分析
などの機器分析方法を，目的に応じて使いわけていきます。

潤滑剤を正確に分離・分析することにより，潤滑油基油の量と品質，組成および添加剤の種類，構造，添加量がわかり，市販競争商品の正体を明らかにすることができます。

また，使用潤滑剤の分析から使用限界を知ることができ，潤滑管理を正しく適切に行うことができます。

〈参考文献〉
藤田稔，「石油分析化学」，石油分析化学研究所発刊(1992)

（石油分析化学研究所　藤田　稔）