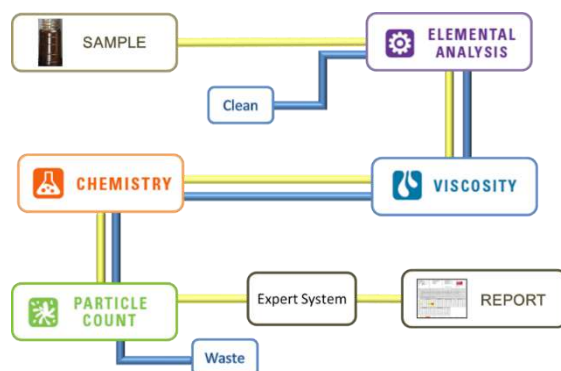


MicroLab® Series - 自動潤滑油分析システム

株式会社エスティーエム

ご紹介

MicroLab® はエンジン・発電機・ギヤーボックス・油圧作動機・パワーステアリング・トランスミッションに使用するオイルを包括的に分析するベンチトップ型総合オイル分析機です。MicroLab は機器のメンテナンスを行う事業者様へオイル分析機能をご提供すると共にご使用いただいている機器に内在する故障発生率とメンテナンスコスト・ランニングコストを低減させる為に開発されました。今までオイル分析を行う為には多くの場合、外部委託試験分析機関へサンプルを送送しその結果が得られるまでは早くても数日、もしくは数週間掛かっていたのではないのでしょうか？ MicroLab はオイルを抜いた現場もしくは近所にて、メカニックが簡単にオイル分析をすることが出来ますので、僅か15分で結果を得ることが出来ます。その結果から例えば、オイル交換が必要か？ また機器にどのような不具合の兆候があるかを知ることが出来、即座に予防メンテナンスを行うことが可能となります。



上記の様MicroLabは機器が致命的な状況になる前に不具合の兆候を知ることが出来るトレンド分析における理想的なツールであると共に、例えば今までは距離や走行時間に応じて交換していたオイル交換の回数をオイルの状態から本当に交換が必要かどうか判断出来る為、オイルの消耗量やオイルの廃棄量、それに労働コストの削減といった経費節減や地球環境にやさしい事業スタイルを実現することに貢献します。

MicroLabは4種類の異なる測定項目を自動で行う今までに無いコンパクトな試験機で、測定前に入力するサンプル情報も今まで分析を経験したことのない方にとっても簡単に出来る様にソフトが作られており、サンプルボトルを置くだけで自動測定を行い、測定結果と共にエンジン等の機器に起きている問題点や次のアクションへのコメントも自動表示されます。またMicroLabはASTM D7417規格の適合と数多くの特許技術を持ち、赤外分光法 (IR) による6種類の化学的特性分析、発光分光分析 (OES) による20種類の摩耗金属やコンタミ、オイル添加剤の元素分析、40°と100° Cの粘度分析及びVI値報告、作動油・コンプレッサー油・タービン油用のパーティクルカウンター測定項目を備えております。

ここでは各測定項目のテクノロジーや既存の分析機関における測定データとの相関性についてご説明をさせていただきます。



元素分析について

元素分析はオイル分析において根幹と位置付けられています。機器内の摩耗金属の発見、砂や埃といったコンタミの混入具合、オイル添加剤の劣化状況を把握出来るので機器の内部で起こっている異変やオイルを交換する必要があるかどうかを数値で判断出来ます。測定は、10種類のベーシック金属元素：アルミニウム(Al)、クロム(Cr)、銅(Cu)、鉄(Fe)、鉛(Pb)、モリブデン(Mo)、カリウム(K)、ケイ素(Si)、ナトリウム(Na)、スズ(Sn)及びもう10種類の拡張元素：バリウム(Ba)、ホウ素(B)、カルシウム(Ca)、マグネシウム(Mg)、マンガン(Mn)、ニッケル(Ni)、リン(P)、チタン(Ti)、バナジウム(V)、and 亜鉛(Zn)の合わせて20種類の元素を測定します。

測定原理：

発光分光分析(OES)においてすべての元素は固有の原子構造を持つことにより、原子がエネルギーを受ける際にその原子構造に基づく特定の波長の光や色を放ちます。同じパターンを持って放出された波長を持つ元素は2つとして実在しない為、Figure 1に示す様に固有の波長で個々の原子を特定する事が出来ます。また照射された光の強さは、元素の量に比例する為サンプル中に含まれる元素濃度を測定することが出来ます。



Figure 1. 水素と鉄発光スペクトルの様子。



MicroLab 発光分光分析(OES)はスパークスタンドにあるスパークモジュールと2つの電極棒及び高電圧スパーク源から構成され、Figure 2に示す様にコンピュータよりコントロールされた高電圧源はパルスパワーを制御され、スパークスタンドにある上下の電極へ電気アークを照射しプラズマを発生させます。オイルサンプルは下側の電極棒より、上側の電極棒へ向けて供給され、高温状態で気化し霧状となります。微粒化された元素はプラズマ内で激しいエネルギーにより衝突し励起され、イオン化された元素もまた励起されます。それらの元素がエネルギー準位に戻る際に元素固有の光を生み出します。その光はレンズ、光ファイバーを通して光学スペクトロメーターへ送り込まれ紫外光(UV)と可視光線(Vis)の発光スペクトルのデータを取り込みます。

その収集されたデータより分子の測定を行い例としてFigure 3に使用済みオイルサンプルのスペクトルを赤色の波形にて表しております。また比較としましてほぼ金属成分が混入していない新油鉱物油のデータを黒色の波形にて表しております。3つの金属成分鉄(Fe)とケイ素(Si)及び銅(Cu)が波形より見られることが分かります。

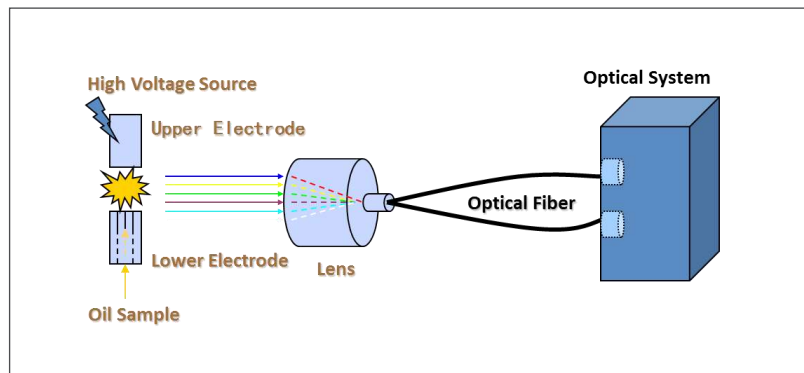


Figure 2. MicroLab OES(発光分光分析)システムとスパークスタンドの模式図

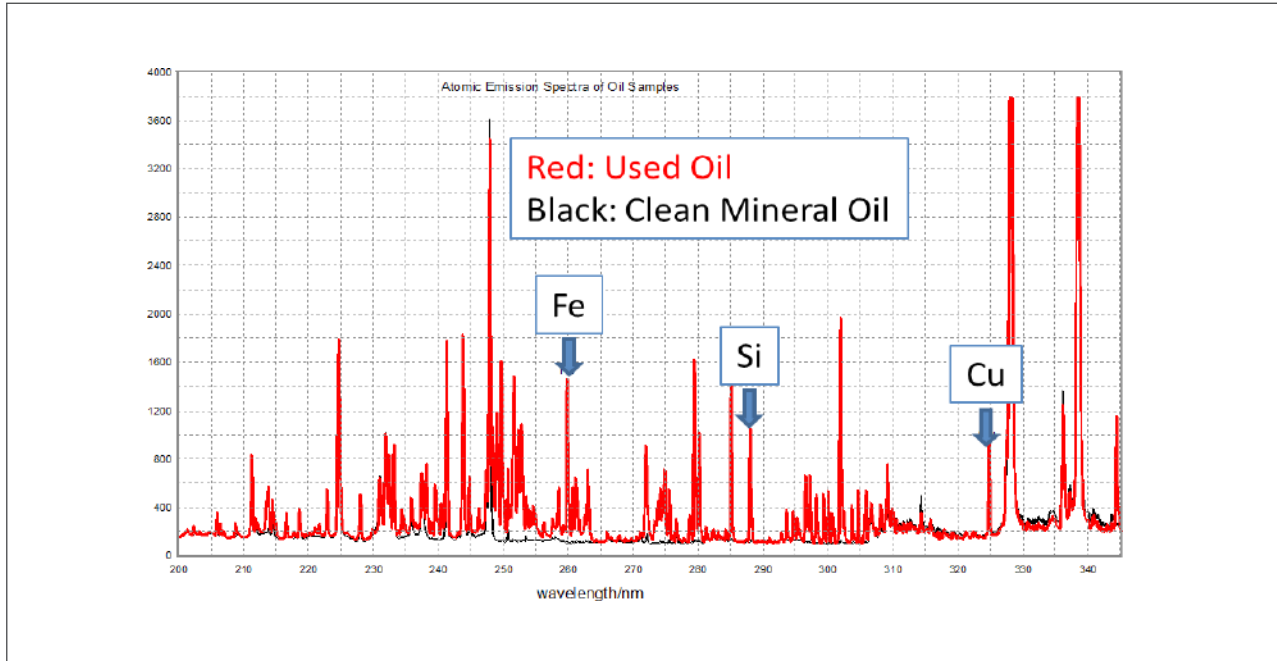


Figure 3. 2種類のオイル（使用油と新油）を用いたスペクトル例

赤色は使用油黒色は新油
特定の金属成分が使用油中に含まれて
いることがわかります。

それぞれの元素のピークエリアと工場出荷時に標準油を用いて元素濃度（ppm）を校正しています。それぞれの元素のOESシステムのいくつかの要素として例えば、スパーク頻度や電圧・電極の間隔・オイルサンプルの流出速度が挙げられ、それらのパラメーターはプラズマの特性に影響を与え金属元素濃度の値に影響を及ぼします。それらのパラメーターは工場出荷時に最適調整された上で金属成分濃度が既知である標準サンプルにより校正を行っています。全ての元素に対する校正された係数はコンピューターに保存され、ユーザー様が測定を実施する未知のサンプルにはこの係数を用いて元素濃度を計算します。

その他の分析法との違い：

MicroLabはより現場に近い場所での測定を想定し独自の測定構造を備えておりますが、その他の発光分光分析法と比べて近い測定結果を出すことが可能です。基本的な測定原理はどの方法でも近寄ったものですが、内部構造の違いやプラズマの温度、パーティクルサイズの大きさによってそれぞれ特徴が異なります。MicroLabのモジュールには使用済みオイル分析の測定対象物に特化する為、固定式の電極棒及びスピークスペクトロメーターを採用しています。また使用済みオイル分析を行う発光分光測定器の中ではMicroLabが以下の様にプラズマ温度が一番低いものとなります。

ICP: approx. 6000 to 8000 K

RDE: approx. 5000 to 7000 K

MicroLab OES: approx. 3000 to 5000 K

外部委託分析試験機関においてICPはポピュラーですが、測定にはサンプルの希釈が必要となります。オイルサンプルはケロシンで希釈をし、プラズマからスペクトルの放射を促す為、スプレーチャンバーからエアロゾルを発生させる為試料の噴霧を行います。

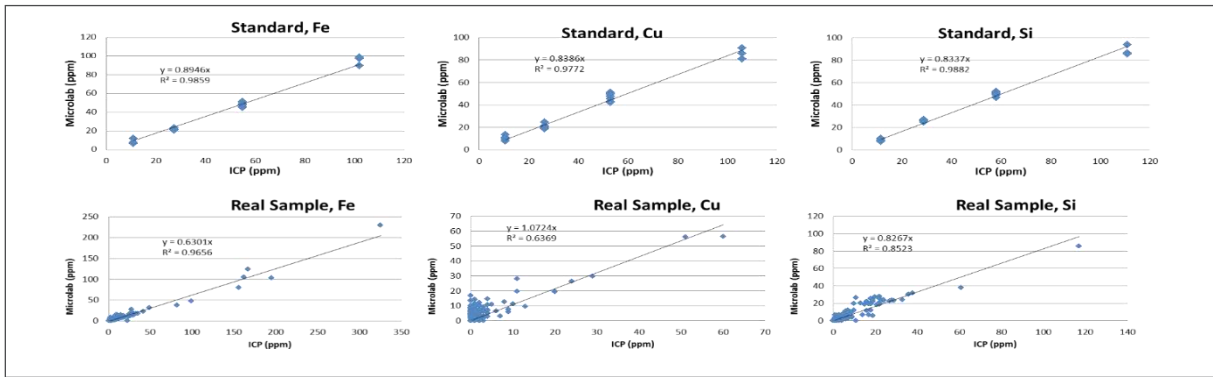


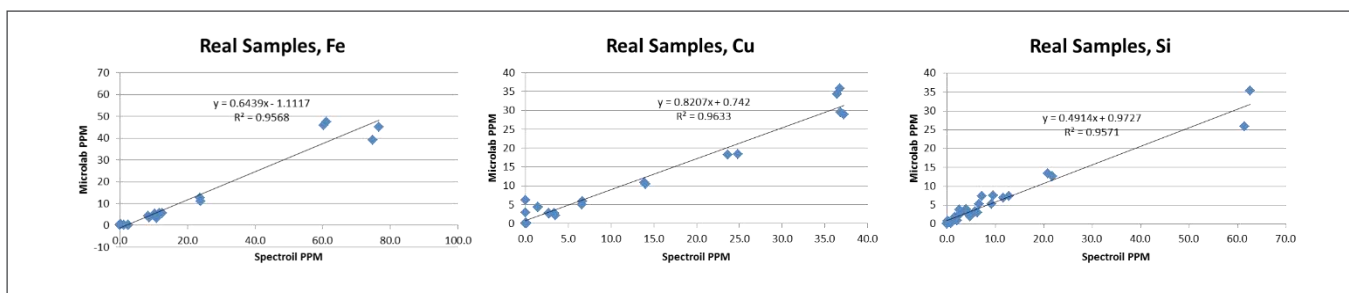
Figure 4. MicroLabと外部委託試験分析機関の ICP-OES の比較データ。既知の金属成分が入った標準油と実際の使用油を用いて比較。

5 μ m以下のパーティクルサイズには素晴らしい繰り返し性を得ることが可能であり、それ以上の大きなパーティクルには酸による希釈が必要となります。ICPの長所としてマトリックスマッチングにより分光干渉が少なく非常に精度の高い測定を行うことが可能です。欠点を挙げるとすれば、機器が高額である点やサンプルの前処理が必要で専用のオペレーターが必要となる点や燃焼に必要なアルゴンガス等の燃焼ガスも必要となります。またそれに要するランニングコストも高額となることでしょう・・・

Figure4に示すようにMicroLab OESの結果と外部委託試験分析機関にて使用されるOES-ICPとの測定結果を鉱物油ベースに金属粒子を加えた標準油と実際の産業潤滑油での使用済みオイル比べてみますとMicroLabは全体的にICPに比べ劣りする傾向となります。標準油を使った比較では校正範囲内に置いて非常に良い相関が出ておりますが、実際の使用済みサンプルでは特に低い ppmレンジにおいて測定結果にバラツキが見られます。その理由として実際に使用済みサンプルでのマトリックス成分濃度による影響が考えられ I C Pでは希釈溶液を数種類も準備し補正を設けることで干渉の影響を減らしてします。一般的に10数種の希釈補正ファクターを設けるといわれています。 Figure 5ではMicroLab OESでの測定結果と構造的により近いSpectrScientific社製RDE-OES (回転ディスク電極法ー発光分光分析器) との測定結果を実際使用油サンプルを用いて測定しました。その結果MicroLab の測定結果の方が若干低めに出る傾向がありますが、プラズマ燃焼温度の違いによるものでトレンド分析を行う目的に対して、とても素晴らしい結果であることを表しています。

Figure 5. MicroLabとRDE-OES (回転ディスク電極法) 実際の使用油を用いて比較

結論として、MicroLabは主に商用車・バス・トラック・重機・発電施設・軍用車両等のフリーユーザー様にて機器内で異常が発生していないかどうかをオイルにて診断する為のオイル分析機器であり、ICPやRDFと比較をしますと特に低いレンジにてデータの差はありますが、機器に異常が発生しているかどうかを発見する為のトレンド分析を行うには、その取扱いのし易さを考慮する最適な試験機であることが分かります。



化学的分析

使用中のオイルに発生する化学的な劣化は潤滑油としての役割に大きく影響します。MicroLabは(IR)赤外分析計を用いてオイル分析の重要な指標となる以下、6つのパラメーターを測定します。

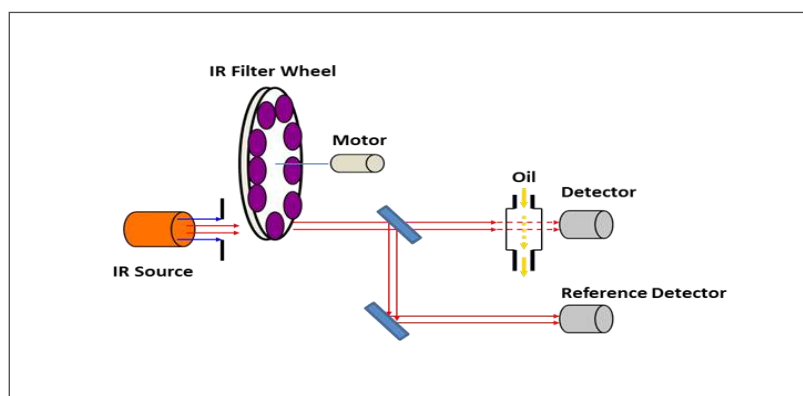
- **TBN(塩基価)** - オイル中のアルカリ値を測定しオイルの劣化を判断します。
- **酸化・ニトロ化**- 高温状態で酸化したオイルの酸化度を測定しオイルの劣化を判断する共にエンジンを守る為の重要な指標となります。
- **すす分**- 燃焼によって発生したカーボンの値を測定し、オイルの劣化を判断しエンジン内のカーボンの蓄積を判断します。
- **エチレングリコール分** - オイル中のグリコール値を測定し、クーラント液がエンジンへ漏れていないかを判断します。
- **水分** - オイル中の水分を測定しエンジン内への水分混入を判断します。

測定原理

MicroLabではフィルター式赤外分析試験機にてオイルサンプルにおけるご紹介した科学的特性を測定します。フィルターモジュールとはFigure6に示します様に、それぞれ測定項目ごとのIR光線レンジを吸収する為の個別フィルターを備えたフィルターホイールを搭載し、オイルサンプル中の測定項目の濃度は吸収された光の量に比例することとなります。サンプルはMicroLabのIRモジュール内のサンプルセルへ送り込まれ、15種類のフィルターを備えたフィルターホイールが回転しIR光線を取り込みます。



赤外分析のレンジは $800\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ で日常のオイル分析に特化したものとなっております。異なるパラメーターに対してビルトイン校正機能を用いて、MiniLabはIR光線にてトレンド分析が可能な定量分析を行います。酸化やニトロ化されたサンプルには 1600 から 1800 cm^{-1} のIRレンジにピークが発生します。酸化やニトロ化に対しては絶対的な標準油が無い為、結果は常に新しいオイルと時間をかけて劣化傾向を把握したデータにて比較を行います。例えば、ニトロ化のピークが 1650 cm^{-1} に到達し、されに上昇傾向が続きある程度期間が過ぎてからサンプルを測定した際に、より値が激しく上昇している様であれば不適切な空燃比でエンジンを使用している疑いがあります。



全塩基価 (TBN) はTBN添加剤成分の減少をモニターする上でレンジ 1000 to 1900 cm^{-1} にて判断を行います。オイル内に混入した水分は 3200 から 3800 cm^{-1} のレンジにて判断を行います。

Figure 6. MicroLab内のIRモジュール.

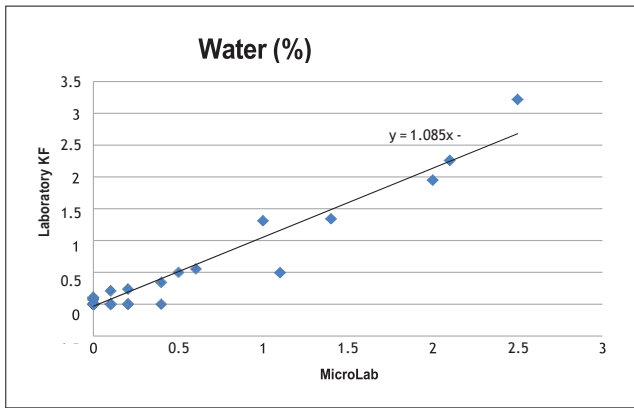


Figure 7. 基準試験法カールフィッシャー滴定法とMicroLabとの水分 (%)測定結果の比較

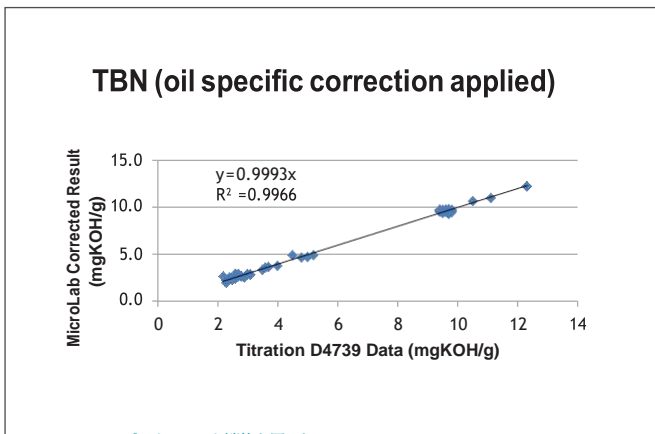


Figure 8. スロープ&オフセット機能を用いたApplying an TBN 値の測定結果、D4739 電位差滴定法による結果と非常に高い相関性を示しています。

その他の分析法との比較

赤外分光分析はオイル分析にとって試験分析室設置タイプやポータブルタイプ等様々な種類がありメジャーな試験法であります。上記の試験機にて ASTM E2412 はオイル分析の標準的な FTIR 試験法として定義され、また ASTM D7889 はポータブル IR 試験法として定義されています。加えて酸化度は (D7414) ニトロ化は (D7624) と分析項目毎に定義されています。それぞれの ASTM 試験法は FTIR と IR にて固有の赤外分光分析法となりますが、測定結果は非常に似通ったものとなります。IR スペクトロメーターは試験分析用の既存試験法と比べそれぞれの測定項目の結果非常に相関性が高くなるような内部機構を持ち合わせています。

滴定法試験は、TBN や水分を測定する上でベンチマークとなる試験法であります。電位差滴定試験機は TBN 試験を行う上で昔から存在し、ASTM D2896 or ASTM D4739 として試験法が定義されています。それら滴定法試験では数種の溶剤や試薬を使用しなければならない為、試験室でしか使用することが出来ません。MicroLab は計量化学的なアルゴリズムを用いて IR スペクトラムから試験室にて測定された TBN 値と近い測定結果を算出します。また水分測定に関し、カールフィッシャー水分滴定法は ASTM D6304 として基準試験法ですが、Figure 7 に示します様に、MicroLab の算出した水分測定結果と比べて非常に高い相関性を持っていることが分かります。

MicroLab の校正方法はそれぞれのサンプルごとにデータベースを持たないユニバーサルな方式を用いています。これはユーザー様の使い勝手を優先したもので、その代わりオイルによってはひょっとすると測定結果が規定試験法データを合わない場合も発生する可能性があります。もし絶対的な正確性を重視される場合、特定のオイルの既知データに対してスロープ&オフセット機能を用いることにより特定のオイルに対してのパラメーターを簡単に調整することも可能です。(Figure 8).

粘度

粘度はオイルのパフォーマンスを診るのにとっても重要な項目となります。何故ならオイルが各パーツに回り込む度合いや循環するかを知ることが出来るからです。

動粘度とは、一定の重力に対し流下する際の粘り具合となります。MicroLabはデュアル温度式Dual Temperature Viscometer (DTV) モジュールを採用し40°Cと100°C(及びVI値)を測定し、オイルの劣化又はコンタミネーション状況の把握に貢献します。MicroLab用に開発されたフロースルーアプローチ構造を用いた革新的な構造を持った粘度計を採用しています。

測定原理

DTVは一定の圧力の下でオイルを流下させる測定原理を用いてFigure9に示す様に、測定サンプルが40°C・100°Cそれぞれの温度に制御された二つのオイルチャンバーへ充填されます。チャンバー内で保持されたオイルは昇温した後、一定の圧力によりチャンバーの下部へと排出されます。定量のサンプルが押し出される為に要する時間はサンプル粘度と関連します。その為、サンプルが押し出されるのに掛かる時間を正確に計測することにより粘度の計算を成し得ることが出来るのです。

DTVは工場生産時に標準油を用いて校正を実施しています。また日常2種類の標準油を用いてお客様にて再校正を実施することも可能です。

その他の分析法との違い

潤滑油の動粘度を測定する上で最も指標となる試験法はASTMD445となります、また動粘度計にはその他にもいくつかの試験法が存在しますが(ASTM D7279, D8092, etc)、MicroLabのデュアル温度粘度計はASTMD445と似通った試験原理と言えます。それはどちらの方式もサンプルの流出時間に依存する点です。違いとしては、MicroLabではサンプルが一定の圧力により開口部へ流れるのに対して、D445ではガラス製毛細管を内のサンプルが重力により流れます。

MicroLabの粘度測定はFigure 10に示すようにASTM D445のデータと良く合っています。その際に使用したオイルはシェルモレラシリーズの新油でISO 46 からISO 32となります。

Figure 11 では実際の使用済みオイルを用いて比較をした結果です。MicroLab とD445にて優れた相関データを表しております。

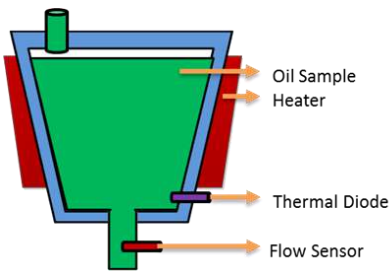


Figure 9. MicroLab.の粘度計オイルチャンバー

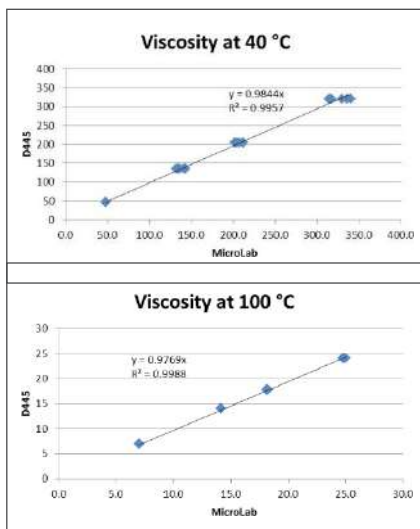


Figure 10. MicroLab と外部委託分析機関にて使用されている ASTM D445自動粘度計との比較データ。シェルモレラシリーズの新油を使って測定。

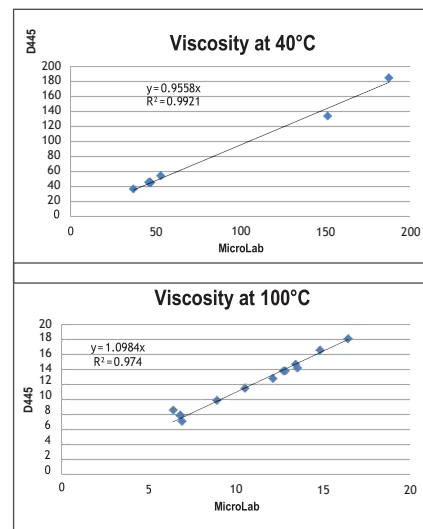


Figure 11. MicroLab と外部委託分析機関にて使用されている ASTM D445自動粘度計との比較データ。実際に使用済みオイルを用いて測定。

パーティクルカウント

MicroLab 40型にはISO11171に規定される光遮蔽式パーティクルカウンターを備えており、総パーティクル数及びISOパーティクルサイズ分類を行います。パーティクルのカウントは作動油システムやコンプレッサーシステム、タービンシステムにとってその機器状況をモニタリングする為にオイルにふくまれるコンタミネーションを把握することがとても重要な指標となります。パーティクルは機器の摩耗や外部から混入した埃等からオイル内に混在しています。



測定原理

The MicroLabはFigure 12に表す様に、産業用光遮蔽ダイオードレーザーと光検知機を備えています。サンプルはセンサーを備える測定セルを流れ、測定セルの一方は光源側でもう一方はフォトディテクターを備えています。流れるサンプル中にパーティクル粒子が流れた際に光が遮断され影を作ることにより、その結果フォトディテクターに投影されます。

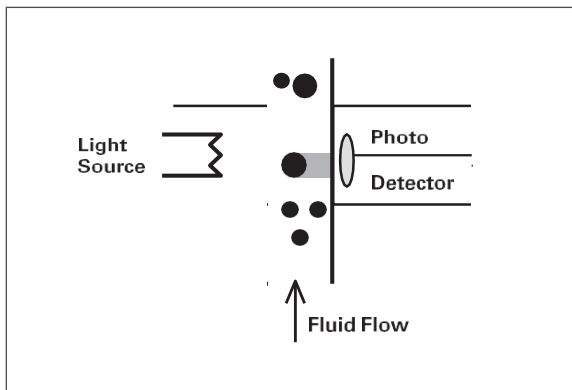


Figure 12. MicroLabの光遮蔽式パーティクルカウンター。

The その影はフォトディテクターに電圧変化をもたらす粒子をカウントし、センサーセルを流れる粒子は電圧の強さで粒の大きさを示します。パーティクルカウンターはサンプル中に含まれる粒子の量をカウントし、さらに粒子の大きさをサイズ等級ごとに区別します。粒子はISO4406等に述べられている洗浄度コードを示し MicroLab は ISO code 25までを表示します。

その他の分析法との違い

ここではその他異なる試験方法でのパーティクルカウンターをご紹介します。Spectro Scientificでは3つの試験機をお客様のニーズに合うようにそれぞれのシリーズへご用意しています。1つ目はMicroLabでも採用している最も一般的な方法である光遮蔽式パーティクルカウンターです。2つ目はブルーブブロック式、3つ目はダイレクトイメージング式となります。

ブルーブブロック式は、FieldLabシリーズに採用され目の細かいフィルターを用いてサンプルを一定の圧力で流します。パーティクルがフィルターに詰まることによりサンプルの流れと圧力が可変する為、その量を推定します。ダイレクトイメージング式はLaserNetシリーズに採用され、CCDを用いたレーザーイメージング画像解析によってパーティクルの数及び大きさや形状を見分けます。

結論

オイル分析はメンテナンスを実行する上で、オイルの状態を提供し、かつ機器の状況を知りえることが出来るのでとても重要なものとなります。より効果的な方法として、オイル分析を機器メンテナンスする際に行うことにより、技術者は情報を得て素早い対応を行えるものとなります。オイル分析は突発的な機器故障が発生するリスクを減らし、機器の故障による不動時間の損失を含めたコストのロスを低減させることでしょう。また、オイル分析をすることにより、メカニックへそのオイル分析結果からオイルの交換が必要であるか？又はオイルの交換時期を延ばせるか判断材料をもたらします。この判断は機器をメンテナンスする際にオイルを抜き取りオイル分析の結果無しでは到底実現することは出来ません。つまり、我々が提唱するオンサイトオイル分析の肝がここにあり、理由としてはもし、オイル分析をおこなったとしてもその結果を得るまでに数日から1週間かかるとなるとオイル分析によるメンテナンスアクションは実現することが困難になるからです。

MicroLabは、メンテナンスのために必要なトレンド情報をオペレーター（メカニック）が必要な時に手に入れることが出来トレンドングツールとなります。その分析操作はとても簡単で、自動で分析を行い分析結果報告書の作成や分析実施後の機器内部の洗浄工程に至るまでMicroLabが実施してくれるので、分析の知識や経験がある人材を雇用する必要なく、どの会社様でもオンサイトオイル分析を実施することが出来ます。

MicroLabは 外部委託試験分析機関にて使用されている高精度の分析試験機と比べますと必ずしも同じ精度結果が得られる訳ではありません。しかしながらそれらの試験機導入する為には分析の豊富な経験を持つ分析員を分析機器ごとに雇用し、有機溶剤や溶媒を使ってサンプルの前処理や測定後の洗浄を行わなければなりません。また試験機を設置する為の計装エア・アルゴンガス・排気設備を備えた試験室を準備する必要があります。また、MicroLabでのオンサイトオイル分析と典型的な外部委託試験分析機関へのオイルサンプル測定依頼とを比べると圧倒的に短い時間で分析結果を得られる事と、どなたでも簡単に測定が可能であることが挙げられます。その為、機器毎のトレンドデータを入手し、その分析結果をメンテナンスアクションへ生かすという点では外部委託試験分析機関と比べて遜色ないトレンドングデータを得ることが出来ます。僅か15分で分析結果を入手出来、オペレーターがメンテナンスアクションを直ぐに実行できるという点でお客様にとって大きなメリットとなるはずで

日本総代理店：株式会社エスティーエム

〒350-0436 埼玉県入間郡毛呂山町川角 502-6
 TEL : 049-276-1060 FAX : 049-276-1059
 URL : <http://www.j-stm.co.jp/>



Spectro Scientific | One Executive Drive, Suite 101, Chelmsford, MA 01824-2563
 978-431-1120 | www.spectrosci.com | sales@spectrosci.com | An ISO 9001:2008 company

Copyright © 2017 Spectro Scientific. All rights reserved. While every effort is made to assure the information in this document is accurate, Spectro Scientific does not accept liability for any errors or mistakes that may arise. Specifications are subject to change without notice.
 WP_MicroLabV11_2017-10-25