

TECHNICAL NEWS

分析技術報

石油製品中の添加剤の分離と分取

要 旨

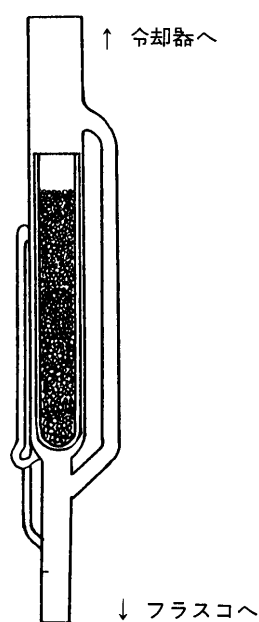
石油製品中の添加剤を液体フロマトグラフ法で直接分離をしようとする、製品を構成する飽和炭化水素類、芳香族炭化水素類、樹脂分などのベースオイルは複雑で巾の広い分子量分布をもつピークとなるため添加剤のピークと重なり分離がむずかしい。しかし、シリカゲルを吸着剤とする連続溶出フロマトグラフ法を用い、吸着能の差からベースオイルと添加剤類を分割した後、添加剤混合物を液体クロマトグラフ法で分離分配することによって添加剤を容易に分析することができる。

試料および装置

試料は市販品のアルミ圧延油 46Oil を用い、連続溶出装置は一般に使用されているソックスレー抽出器を使用し、円筒 紙にシリカゲルを充てんしたものである（下図参照）。分取液体クロマトグラフは分取用カラム JAIGEL - 2H、2 本を付けた LC - 08 型を用いた。

実験方法

140 ℃で4時間活性化したシリカゲル約 85 グラムを円筒ろ紙に湿式法で充てんし、試料約 2 グラムを少量の石油エーテルで稀釈してカラム上端に添加、湯浴上で16時間還流した。石油エーテル抽出後受器を代え、ベンゼンで同様に4時間還流しベースオイルを溶出させ後さらに、受器を代えメタノールで8時間還流、吸着している添加剤を溶出させた。メタノール溶液を蒸発乾固し残さをクロロホルムで再溶解し LC - 08 に注入して分離分取を行った。



連続溶出装置

円筒ろ紙：直径 40mm、長さ 150mm を使用。

展開速度（流速）：冷却器からの落下速度を 100 ~ 120drops/min になる様に湯浴の温度および加熱面を調節する。

石油エーテル：市販一級の試薬でもよいが、分離したベースオイルの分子量分布を正確に求める必要がある場合は分留して 70 以下の留分を使用し、100 のオープンに入れ 60 分 ~ 90 分間放置すれば石油エーテルを除去することができる。

シリカゲル：Silicagel 100(MERCK 製)をふるい分け、100 ~ 200 mesh を使用した。

その他：本実験はベースオイルの量を正確に測定する必要があったため、16 時間も環流しているが、ベースオイルの除去の目的だと 30 分間の環流で十分である。

分離操作の手順を図示する。

ANALYSIS OF 46 OIL

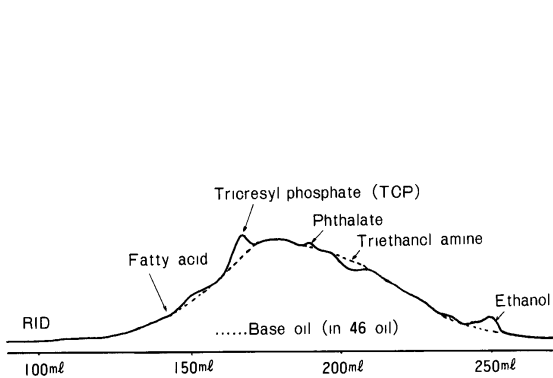
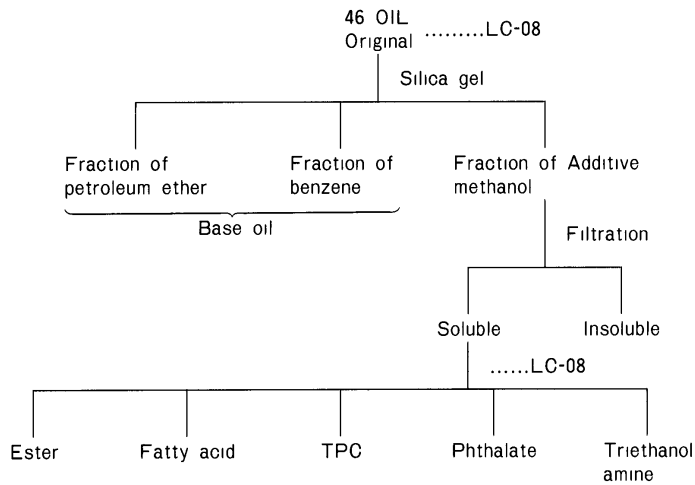


図-1 46 OIL(ベースオイルを含む)のクロマトグラム

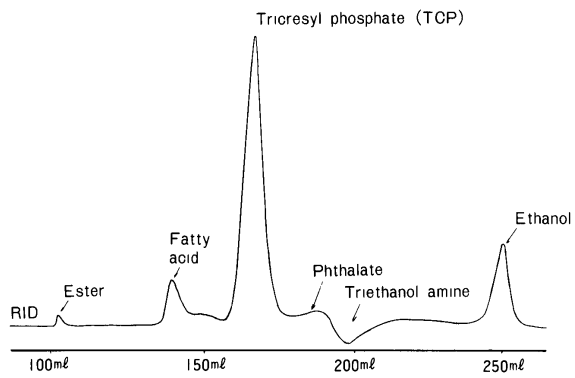


図-2 ベースオイル除去後のクロマトグラム

結果

市販の圧延油 46Oil を連続溶出クロマトグラフ法でベースオイルを除き、分取液体クロマトグラフ LC-08 で添加剤を分離分取し分取分を IR 分析した結果、高級脂肪酸、TCP、Triethanol amine、Phthalate、Ester などが含まれていることが確認でき極めて良好であった。

連続溶出クロマトグラフ法と分取液体クロマトグラフ LC - 08 の併用は、潤滑油、燃料油、合成油脂など多くの石油製品に適用できる分離分析法である。

参考文献：大野幸雄、節田 功、井沢賢司。関税中央分析所報 Vol.3, P.65 , 1966