

## Application

## News

# No.A630K

### Spectrophotometric Analysis

## 푸리에변환 적외선분광광도계(Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR)를 활용한 윤활유의 열화 분석 (ASTM E2412)

윤활유는 베이스유와 첨가제로 구성되어 기계 내부의 윤활, 냉각, 녹 방지 등의 목적으로 사용됩니다. 엔진에 사용되는 윤활유인 엔진 오일의 경우, 엔진의 정상적인 작동에 필수적입니다. 엔진의 부품은 고속으로 작동하며, 이 과정에서 금속 마모 및 탈착(실린더 또는 피스톤 손상을 유발) 등이 발생하는데, 이러한 문제를 완화하기 위해 윤활유로 윤활 처리가 되어야 합니다. 또한, 연소 및 회전 운동은 엔진 성능과 수명을 감소시키는 다양한 유형의 슬러지(오염, 탄 잔류물)를 유발합니다. 윤활유는 슬러지를 흡착하고 분산시키는 역할을 하므로 엔진의 작동에 필수적이라고 할 수 있습니다.

윤활유는 산화, 첨가제 소비 및 슬러지 축적에 의해 열화됩니다. 윤활유의 열화는 엔진 수명을 단축시키고, 작동상 문제를 야기하기 때문에 열화 상태를 파악하여 적절한 타이밍에 오일 교환을 실시할 필요가 있습니다.

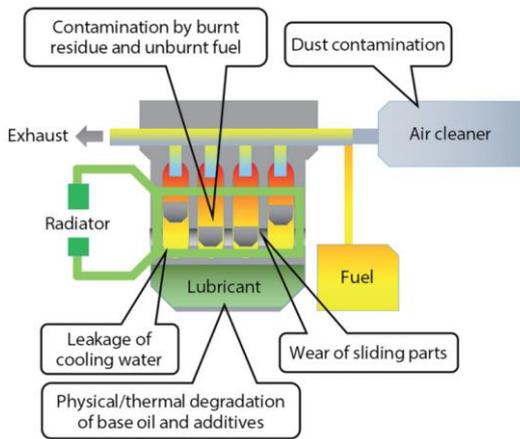


그림 1 엔진 윤활유 성능 저하의 대표적인 원인

관련 ASTM 표준은 다양한 파라미터에서 윤활유를 평가하는 방법을 제공합니다. ASTM 표준에 따라 각 평가 항목과 측정 대상을 확인하고 적합한 분석 기기를 선택해야 합니다. 표 1은 ASTM 표준에 제시된 푸리에변환 적외선분광광도계(FTIR), 가스크로마토 그래프(GC) 및 유도결합플라즈마 원자방출분광기(ICP-AES)에 의한 윤활유 평가 및 측정 항목의 리스트입니다. ASTM E2412 표준을 따르면, 윤활유의 산화, 질화, 황화 및 같은 화학적 변화와 수분 및 분진에 의한 오염은 FTIR로 평가할 수 있습니다. 여기에서는, FTIR 측정 방법을 활용

하여 새로운 자동차의 엔진 윤활유와 사용 후의 윤활유를 비교하여 성능 저하를 평가했습니다.

R. Fuji

표 1 윤활유 평가 및 측정 항목

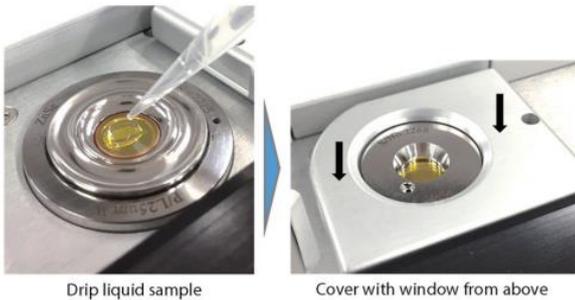
Evaluation item/Measurement object	Instrument	ASTM	
Degradation	Oxidation	FTIR E2412	
	Nitration		
	Sulfonation		
Contamination	Moisture	FTIR E2412	
	Soot		
	Gasoline	GC	D3525 D7593
		FTIR	E2412
	Diesel	GC	D3524 D7593
		FTIR	E2412
	Coolant (B, Na, K)	ICP-AES	D5185
		FTIR	E2412
	Wear	Antifreeze (Na)	ICP-AES D5185
		Dust (Si)	
Sealant (Si)			
Metal (Al, Fe, Cu, Cr, Ni, Zn, etc.)			
Additives	Antioxidant (Zn, Cu, B)	ICP-AES D4951	
	Anti-wear agent (B, Cu, K, S, Zn, etc.)	FTIR E2412	
	Surfactant (Ba, Mg, Ca, etc.)	ICP-AES D4951	
	Corrosion inhibitor (Ba, Zn)		
	Anti-rust agent (K, Ba)		
	Lubricant (Mo)		

### ■ 측정 조건 및 시료

투과 측정에는 그림 2에 표시된 Pearl™ 수평형 액체 FTIR 투과 액세서리(Specac)가 사용되었습니다. Pearl™은 수평의 액체셀에 시료가 배치되고, 기포가 잘 생성되지 않습니다. 또한, 일반적으로 사용되는 액체셀보다 세척이 쉽기 때문에 사용이 매우 편리합니다. 시료의 측정은 그림 3과 같이 매우 간단합니다. 액체 샘플을 떨어뜨린 다음, 커버로 덮어주면 됩니다. 표 2는 측정 조건을, 표 3에는 측정된 시료의 정보입니다. 비교를 위해 새로운 윤활유 A와 B가 함께 측정되었습니다.



그림 2 Pearl™ 수평형 액체 투과 액세스리(Specac) (왼쪽)  
FTIR, IR Spirit(Shimadzu) (오른쪽)



Drip liquid sample Cover with window from above  
그림 3 Pearl™의 시료 측정 절차

표 2 측정 조건

Instruments	: IR Spirit™-T (KBr window plate) Fourier transform infrared spectrophotometer Pearl™ horizontal type liquid FTIR transmission accessory (optical path length: 100 μm)
Resolution	: 4 cm <sup>-1</sup>
Accumulation	: 25
Apodizations function	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

표 3 사용된 윤활유의 특징

Automotive engine lubricant	
A	B
Viscosity: 10 W-60 <sup>*1</sup> Travel distance: 3,000 km Use duration: 3 months Use condition: Use in high rpm range	Viscosity: 0 W-20 <sup>*1</sup> Travel distance: 5,000 km Use duration: 1 year Use condition: Use in general urban driving

\*1 SAE classification notation (SAE: Society of Automotive Engineers) In the first part, 10 W and 0 W indicate that use is possible to -25 °C and -35 °C, respectively. In the second part, 60 and 20 are viscosity at high temperature (100 °C).

■ 열화 평가 결과

그림 4(a)와 4(b)는 각각 새로운 윤활유와 사용된 윤활유 A와 B의 적외선 스펙트럼을 나타냅니다.

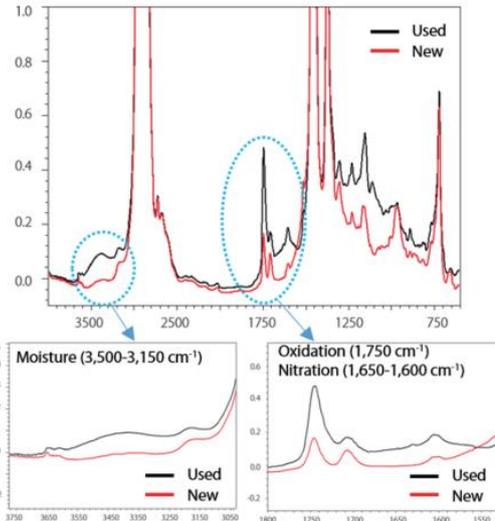


그림 4(a) 윤활유 A) 새로운 윤활유와 사용 후의 윤활유 비교 스펙트럼

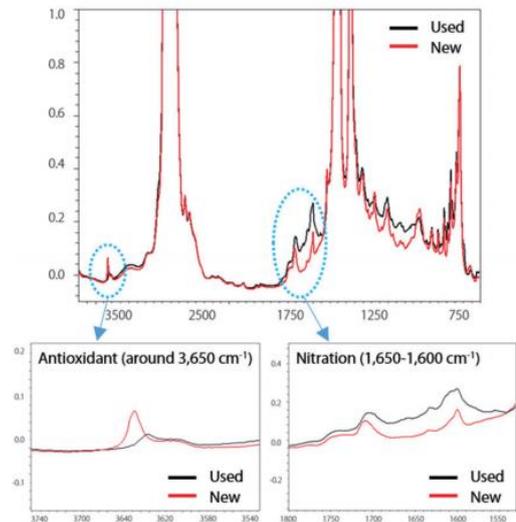


그림 4(b) 윤활유 B) 새로운 윤활유와 사용 후의 윤활유 비교 스펙트럼

윤활유 A의 경우 수분에 의한 오염 이외에 산화 및 질화에 의한 열화도 그림 4(a)에서 확인할 수 있습니다. 한편, 윤활유 B에서는 첨가제인 산화 방지제의 감소와 질화에 의한 열화를 그림 4(b)에서 확인할 수 있습니다. 산화에 의한 1,800 ~ 1,670 cm<sup>-1</sup> 범위의 스펙트럼 변화는 관찰되지 않았으며 이것이 산화 방지제의 효과라고 추정할 수 있습니다.

■ 결론

FTIR에 의한 윤활유 평가는 간단하며 시료 전처리가 필요하지 않습니다. Pearl™ 수평형 액체 FTIR 투과 액세스리를 사용하여 효율적인 작업이 가능하며 기존 액체 셀에 비해 세척이 용이합니다. 또한 Pearl™은 광학 경로의 길이를 높은 정확도로 유지하기 때문에 ASTM E2412에 기반한 측정에서 우수한 재현성을 가진 데이터를 얻을 수 있습니다.