

润滑油老化特性测定法

(2000 年确认)

代替 ZB E34 010—87

本标准包括两个方法：A 法——通空气老化后康氏残炭增值法，B 法——在三氧化二铁存在下通空气老化后的康氏残炭法。

第一篇 A 法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定润滑油老化特性的方法。

本标准适用于在测定过程中蒸发损失不大于 15% (m/m) 含金属和非金属添加剂的石油基润滑油；也适用于含有抗氧化添加剂和有灰清净分散剂类型的润滑油。

2 引用标准

GB/T 268 石油产品残炭测定法(康氏法)

3 方法概要

在 200℃ 温度下，将空气两次通入试样使之老化，每次 6h。按 GB/T 268 测定老化前、后试样残炭，以残炭增值表示润滑油的老化特性。

4 仪器与材料

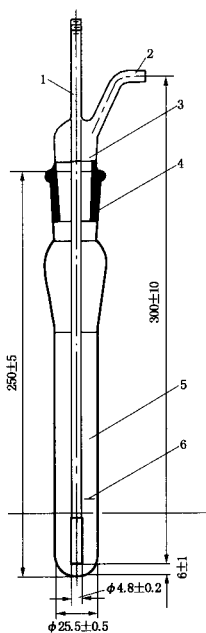
4.1 仪器

4.1.1 测定仪：如图所示，由老化管及其附件(空气导入管和排气管)组成，各部均用硼硅玻璃制成。空气导入管置于老化管中心位置，它与老化管底部的距离为 $6\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ，为了始终保持此段距离，应在老化管及其附件上标出此段距离的记号。

4.1.2 加热器：包括搅拌器和盖子的油浴。浴温可调并保持在 $200^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。在此温度下浴内的油应注至离浴盖 13mm 处，油浴内老化管的支架应固定在可使老化管浸入油中 140mm 处。在油浴盖上钻有大小能插入氧化管的若干个圆孔。为了使老化管及温度计露出部分不受外界空气流的影响，油浴壁应高出油浴盖大约 150mm，或在油浴盖上方设置一个尺寸要求与它相同的防护罩。

也可采用金属块加热器，但必须使每个老化管内油温保持 $200^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

4.1.3 温度计：应符合表 1 所列各项要求。



测定仪图

1—空气导入管；2—排气管；3—附件；4—锥形磨口；

5—老化管；6—40mL刻线

表 1 温度计规格

温度计结构类型	棒 型
测量范围, °C	195 ~ 205
刻度值, °C	0.1
温度计充料	水银和保护气体
校准方式	部分浸入
浸入深度, mm	100
露出液柱参考温度, °C	40
顶端形状	环形或球形
总长, mm	300 ± 10
水银球长, mm	30 ± 5
球底至 195°C 分度线间距, mm 不小于	165
刻度长, mm	90 ± 20
毛细管外径, mm	6.5 ± 1.5
安全泡膨胀体积相当于, °C	50
刻度标记	每 10 小格作标记
误差限值	
指示误差(包括间距误差), °C	± 0.2

4.1.4 空气过滤器：在洗涤瓶内填充玻璃毛。

4.1.5 空气流量计：40~400mL/min。

4.2 材料

空气：净化空气。

5 试剂

二氯甲烷：化学纯。

6 准备工作

6.1 用二氯甲烷将老化管及其附件冲洗数次，然后用空气干燥，再注入温度约 100℃ 的铬酸洗液，静置一夜后倾出铬酸洗液，再将老化管及附件先用自来水后用蒸馏水反复冲洗，直至蒸馏水不呈现酸性反应为止，然后在烘箱内烘干。

6.2 将浴温升至 $200^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

7 试验步骤

在室温($18 \sim 28^{\circ}\text{C}$)下，将试样注入老化管至 40mL 刻线处，装上附件置于加热器中，在 $200^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 下恒温 20min 后连接空气导管，将空气导入试样中，流量为 $250\text{mL}/\text{min} \pm 4\text{mL}/\text{min}$ ，空气通过时在老化管内起小泡。经过 6h 后停止导入空气。从加热器中取出老化管，在室温下放置 12~18h 后，在相同的条件下将此老化过程再进行 6h，然后从加热器中取出老化管冷至室温，将老化管内试样充分混合再按 GB/T 268 测定残炭值。

如果老化后的试样放置过夜，则在测定残炭之前必须将试样置于沸水浴中加热 20min，并在老化管内充分混合，冷却至室温取样。

8 计算及结果的报告

取同一试样两个测定结果的平均值与未经老化的试样残炭值对比，以残炭 [$\%(m/m)$]，精确至 0.01% 的绝对增加值表示测定的结果。

9 精密度

按下列规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

9.1 重复性

同一操作者的两次测定结果的差值不应超过表 2 所列数值。

9.2 再现性

由两个实验室提供的两个结果间的差值不应超过表 2 所列数值。

表 2

重 复 性		再 现 性	
含金属添加剂润滑油	含非金属添加剂润滑油	含金属添加剂润滑油	含非金属添加剂润滑油
占结果平均值的百分数		占结果平均值的百分数	
20	25	30	60

第二篇 B 法

10 主题内容与适用范围

本标准规定了测定润滑油老化特性的方法。

本标准适用于在测定过程中蒸发损失不大于 20% (m/m) 的润滑油。

11 引用标准

GB/T 268 石油产品残炭测定法(康氏法)

GB/T 508 石油产品灰分测定法

12 方法概要

试样在有三氧化二铁为催化剂及通入空气的条件下, 在 200℃ 温度下老化 24h 后, 按 GB/T 268 测定老化后试样的残炭值。

13 仪器与材料

同本标准 A 法。

14 试剂

14.1 同本标准 A 法。

14.2 三氧化二铁: 分析纯, 含量不低于 99%。

15 准备工作

同本标准 A 法。

16 试验步骤

16.1 老化及蒸发损失的测定

在室温(18~28℃)下将试样注入老化管至 40mL 刻线处并称出试样量, 然后将 $0.4g \pm 0.005g$ 三氧化二铁均匀地加入试样中(必须注意: 不要让三氧化二铁接触老化管刻线以上的玻璃内壁)。装上附件称重(精确至 0.1g), 然后把老化管放入加热器中, 20min 后连接空气导入管将空气导入试样中, 流量为 250mL/min $\pm$ 4mL/min, 老化 24h 停止通空气, 将老化管带附件从加热器中取出, 冷却。为了计算蒸发损失, 将带有试样及附件的老化管擦拭干净后称重(精确至 0.1g)。

16.2 残炭的测定

将含少量三氧化二铁的老化试样按 GB/T 268 测定残炭, 此残炭量为残炭和三氧化二铁的总质量。

16.3 三氧化二铁质量的测定

将装有残炭的坩埚放入高温炉内, 按 GB/T 508 测定三氧化二铁的质量。

17 计算

17.1 试样的蒸发损失 X_1 [% (m/m)] 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——老化前老化管、附件和试样的质量, g;

m_2 ——老化后老化管、附件和试样的质量, g;

m_3 ——试样的质量, g。

17.2 试样老化后的残炭 X_2 [% (m/m)] 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_4 - m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_4 ——用于测定残炭的试样质量, g;

m_5 ——残炭和三氧化二铁的质量, g;

m_6 ——三氧化二铁的质量, g。

取同一试样两次测定结果的平均值作为残炭的测定结果, 精确至 0.01% (m/m)。

18 精密度

按下列规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

18.1 重复性

同一操作者两次测定结果的差值不应超过其平均值的 20%。

18.2 再现性

两个实验室各自提供的试验结果间的差值不应超过其平均值的 40%。

19 报告

试验报告应包括试样的蒸发损失和试样的老化后残炭值。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由锦西炼油化工总厂负责起草。

本标准主要起草人林树芳、柳秀兰。

本标准参照采用联邦德国标准 DIN 51352(1976)第 1 部分《润滑油老化特性的测定——通空气老化后康氏残炭增值》及第 2 部分《润滑油老化特性的测定——通空气并有三氧化二铁存在下老化后的康氏残炭》。