



# 中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0731—2004

---

## 润滑油蒸发损失测定法(热重诺亚克法)

Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by  
thermogravimetric analyzer(TGA)Noack method

2004-04-09 发布

2004-09-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D6375-99a《润滑油的蒸发损失测定法(热重诺亚克法)》。

本标准根据 ASTM D6375-99a 重新起草。

为了更适合我国国情,本标准在采用 ASTM D6375-99a 时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。本标准与 ASTM D6375-99a 的主要差异如下:

——部分引用标准采用我国相应的现行标准,删除了 ASTM D6375-99a 引用标准中没有被本标准直接引用的标准。

——6.1 条下增加了一条注,补充规定热重仪的控温精度小于 0.5℃,因为 ASTM D6375-99a 中要求参比油的温度要控制在 248~249℃之间。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司润滑油研究开发中心。

本标准主要起草人:陆沁莹。

# 润滑油蒸发损失测定法 (热重诺亚克法)

## 1 范围

1.1 本标准规定了用热重分析仪(TGA)测定润滑油诺亚克蒸发损失的方法。本标准适用于测定诺亚克蒸发损失在0%~30%的基础油和含添加剂润滑油。与用伍德合金的标准诺亚克法相比,本方法需要的样品量较少,且在连续分析多个样品时更快速、安全。

1.2 本标准测定的蒸发损失结果与标准诺亚克法测定的结果相同。

1.3 本标准采用国际单位制[SI]单位。

1.4 本标准并未对所有与使用有关的安全问题都提出建议。因此,用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施,并制定相应的管理制度。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

SH/T 0059—96 润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)

ASTM E1582 热重仪的温度标尺校正试验

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**诺亚克参比油 Noack reference oil**

诺亚克设备制造商提供的,用于校正诺亚克蒸发损失测定仪操作正确性的油。

### 3.2

**诺亚克参比时间 Noack reference time**

在本标准试验条件下,诺亚克参比油达到已知诺亚克蒸发损失所需要的时间(min)。

### 3.3

**热重诺亚克法蒸发损失 TGA Noack volatility**

在本试验条件下测定的润滑油蒸发损失,以质量分数(%)表示。

## 4 方法概要

将润滑油试样置于合适的热重分析仪(TGA)样品盘上,将样品盘放在样品支持器上,并在空气流中迅速加热到247~249℃,然后恒温一段时间。在整个过程中,热重分析仪监测并记录试样由于蒸发而损失的质量。热重诺亚克蒸发损失是在随后测定的试样质量损失分数对时间的曲线(热重曲线)上,试样在相同热重条件下测定的诺亚克参比时间所对应的质量损失分数。

## 5 意义和用途

5.1 本试验方法是一种安全、快速的测定润滑油诺亚克蒸发损失的另一种可供选择的方法。

5.2 在设备的高温区润滑油的蒸发损失量是很重要的，润滑油在高温区的部分蒸发可能增加润滑油的消耗。

5.3 某些润滑油产品标准中规定了最大允许蒸发损失。

## 6 仪器

6.1 热重分析仪(TGA)：具备满足本试验方法需要的所有条件，及完成所需分析的必要软件。

注：应选择控温精度小于0.5℃的热重分析仪。

6.2 铝样品盘：样品盘应为圆筒型，内径与高度比不小于0.45，容积为 $50\mu\text{L} \pm 3\mu\text{L}$ 。如果制造商提供的样品盘不符合这些标准，可选择合适的样品盘，并使之适合热重分析仪的样品支持器。在本试验中所用的一些改进的样品盘见图1所示。

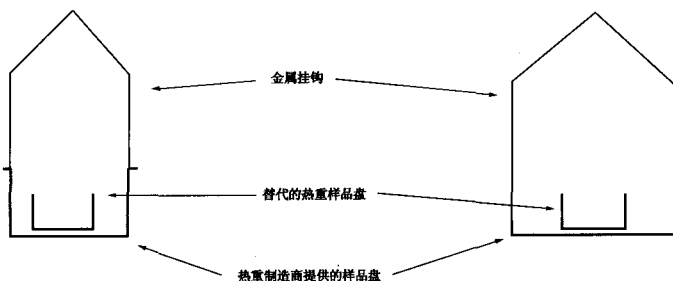


图1 采用替代的样品盘适配示例

6.3 压力调节器：能提供热重分析仪所需要空气的压力。

6.4 流量计：能控制并测量通过热重分析仪的空气流量。

## 7 试剂与材料

7.1 温度校正标准物——根据特定的热重分析仪设备及其特性来选取标准物。热重分析仪制造商通常会提供此标准物，并在操作手册中描述它们的使用。

7.2 热重分析仪操作所需要的压缩空气——如果可能引起热重分析仪内部的污染，则需使用纯净空气。

7.3 诺亚克参比油——由制造商提供并已知其诺亚克蒸发损失的油。

## 8 热重分析仪的准备和校正

注：仅当仪器被闲置多时、进行过重大维修、错误操作或放置位置发生变化时才需要进行本操作。

8.1 根据热重分析仪制造商的推荐或 ASTM E1582 核查实际温度与其对应的设置温度之间的相关性，温度校正标准物的温度范围应包含 250℃。如果需要，可重新校正并建立实际温度与设置温度之间的相关性。

8.2 必要时用燃烧法除去在热重分析仪内表面形成的任何冷凝液体或沉积物。通常燃烧是在空气流量为 200~500ml/min 的条件下，将热重分析仪升温到至少 800℃ 的高温来完成，保持此条件直至空气排出管中无烟排出。通常在此条件下 15~20min 可除去大部分沉积物。

警告：在此操作过程中不要在热重分析仪中放置样品盘，它会融化并损坏天平或炉子。

8.3 遵从制造商提供的程序和建议，检查热重分析仪的天平并在需要时对其进行调整。

## 9 试验步骤

### 9.1 确定试样质量

9.1.1 测定 10 个不同的样品盘的内径, 取其平均值作为样品盘的标称内径(cm), 测量需用卡尺。

9.1.2 用式(1)计算所需试样质量  $M_s$ , 精确至 1mg:

$$M_s = 350(ID)^3 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$M_s$ ——试样质量, mg;

$ID$ ——样品盘的标称内径, cm(精确至 0.1cm)。

### 9.2 空气流速

根据热重分析仪制造商的建议设定空气流速。如果试验初期诺亚克参比油在热重分析仪的天平部分及炉子中任何部分有冷凝出现, 可提高流速, 并在新流速下重复 8.1 条。

### 9.3 温度程序

注: 这部分只在热重分析仪的初始设置过程中需要。

9.3.1 使用 8.1 条的方法来校正温度, 测定的最终程序温度要求包括样品的最终温度 249℃。

9.3.2 设置热重分析仪温度程序, 将试样从 50℃加热至 9.3.1 测定的试样最终温度, 加热速率和标准诺亚克方法的加热速率(100℃/min 加热到 220℃, 并以 10℃/min 的速度从 220℃加热到 249℃)相似。可以根据图 2 的例子中得到如何获得可行的加热速率, 保持最高温度 30min。

注: 测定诺亚克参比油和建立仪器的诺亚克参比时间(见 9.4 条)后, 调整 30min 的恒温时间。恒温时间可以设置成比测量的诺亚克参比时间长 2min。

9.3.3 根据热重分析仪操作手册称出空样品盘的质量。

9.3.4 在已知质量的空样品盘中加入所需质量  $\pm 3$ mg(见 9.1 条)的诺亚克参比油。

9.3.5 把样品盘放在试样支持器上, 在 9.3.2 的温度程序下运行。

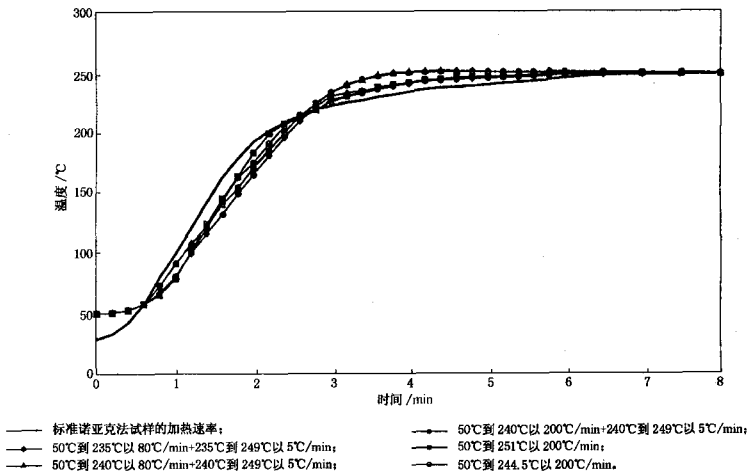


图 2 热重诺亚克温度程序和试样加热速率

9.3.6 用在 9.3.5 的温度程序中得到的数据，作时间对试样温度的曲线。检验在任意时间内试样温度是否超过 249℃，当试样温度高于 249℃ 时进行 9.3.8 步骤，当试样温度未超过 249℃ 时进行 9.3.7 步骤。

9.3.7 试样温度未超过 249℃：根据 9.4.6 测定诺亚克参比时间。当诺亚克参比时间少于 7min 时，返回 9.3.2 并降低加热速率来延长诺亚克参比时间超过 7min。检验在诺亚克参比时间内样品的温度，并确保其温度在 248~249℃ 之间。当温度低于 248℃，测定其温度与 248.5℃ 的差值，并用此差值增加设定的程序终止温度。按 9.4 条操作。

9.3.8 试样温度高于 249℃：修改热重分析仪温度程序，消除温度超出部分。通常分为两部分来完成，降低加热速率，降低程序最终温度，或是它们的组合来完成。消除试样超温的例子见图 3。重复 9.3.3 到 9.3.6 步骤直到建立合适的温度程序。

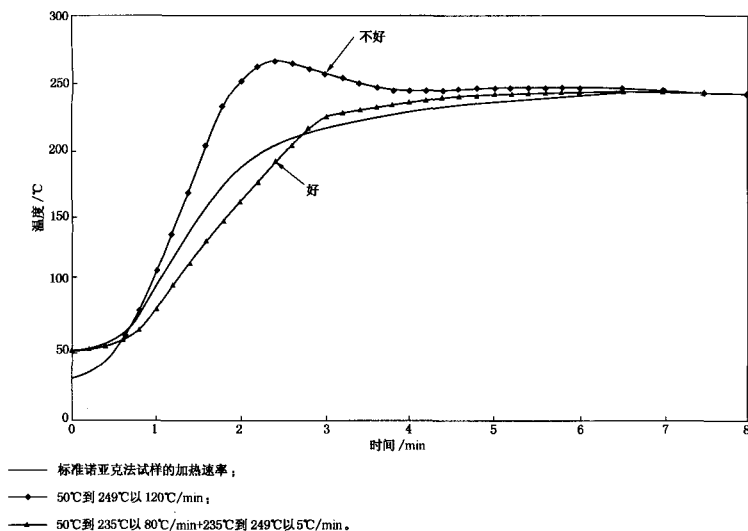


图 3 用于消除试样温度超出部分的热重诺亚克温度程序和试样加热速率

#### 9.4 测定诺亚克参比时间

注：每天在评价试样之前完成此测定是很重要的。

9.4.1 根据 9.2 条设定空气流速。

9.4.2 输入 9.3 条建立的最终温度程序。

9.4.3 根据热重分析仪操作手册称出空样品盘的质量。

9.4.4 将所需质量的诺亚克参比油(9.1 条中测定)加入已知质量空样品盘中。不论试样以容量或质量形式加入，试样实际质量与计算质量间误差不能超过  $\pm 3\text{mg}$ ，调整试样质量来满足此要求。

9.4.5 将样品盘放在样品支持器上按温度程序加热试样。

9.4.6 按 9.4.5 温度程序得到的热重曲线测定诺亚克参比油达到诺亚克蒸发损失所需的时间(如果可能精确到 0.01min)，这就是诺亚克参比时间。记录此时间，按 9.5 条程序测定润滑油的诺亚克蒸发损失。诺亚克参比油的热重曲线和如何运用此曲线去测定诺亚克参比时间的例子在图 4 中列出(曲线

1)。热重分析仪温度程序的恒温时间现可修改为诺亚克参比时间加 2min, 这将会缩短后续的试验时间。

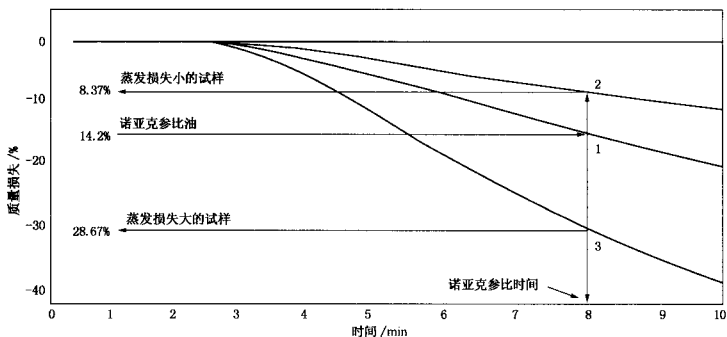


图 4 诺亚克参比时间和试样诺亚克蒸发损失的测定

9.4.7 检查试样在诺亚克参比时间内的温度是否在 247 ~ 249℃ 之间, 当温度超出范围时, 根据 8.2 条烧干净热重分析仪并且重复 9.4 条步骤。

9.4.8 把本次测定的诺亚克参比时间与以前测定的相比较。当差值超过 10% 时, 根据第 8 章检查热重分析仪的操作。当热重分析仪进行重大维修或更换零件时, 例如热重分析仪在上次的诺亚克参比时间测量后进行了天平设备、温度传感器和类似的更换, 本试验方法要求从第 8 章开始重复试验。

#### 9.5 用热重仪测定试样的诺亚克蒸发损失

9.5.1 用试样代替诺亚克参比油在一个新的样品盘中重复 9.4.1 到 9.4.5 步骤。

9.5.2 用试样的热重曲线和 9.4.6 中测定的诺亚克参比时间, 测定在诺亚克参比时间时试样的质量损失(%), 这就是用热重分析仪测定的诺亚克蒸发损失。如何用热重分析仪测定试样的诺亚克蒸发损失的例子在图 4 中(曲线 2 和曲线 3)。检查在诺亚克参比时间内样品的温度是否在 247 ~ 250℃ 之间, 当温度不在此区间时从第 8 章重新开始试验。

9.5.3 热重分析仪应定期烧干净(见 8.2 条), 用热重分析仪连续测定诺亚克参比油的诺亚克参比时间之间的差值是否大于 10%, 作为评价在每次燃烧之间可以用热重分析仪连续测定诺亚克参比油的次数的标准。提高空气流量后可能会增加每次燃烧之间允许试验的次数(见 9.2 条)。

## 10 报告

10.1 报告由 9.5.2 中得出的润滑油热重诺亚克蒸发损失结果, 精确到 0.01%。

## 11 精密度和偏差

本精密度和偏差是由九个实验室对来自五个不同供应商提供的八种油品进行统计试验确定的。

### 11.1 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

#### 11.1.1 重复性( $r$ )

同一操作者使用同一仪器在相同的操作条件下, 对同一试样进行的两次测定结果之差不大于式(2)的计算结果。

$$r = 0.31(X)^{0.6} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$X$ ——两次测定结果的平均值，%。

#### 11.1.2 再现性( $R$ )

不同操作者使用不同的仪器对同一试样的两次测试结果之差不大于式(3)的计算结果。

$$R = 0.39(X)^{0.6} \dots \dots \dots (3)$$

式中：

$X$ ——两次测定结果的平均值，%。

#### 11.2 偏差

在本方法重复性范围内，本方法测定结果与用 SH/T 0059 方法测定的诺亚克蒸发损失结果无明显差别。