

润滑脂氧化安定性测定法

(2004年确认)

代替 ZB E36 022—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用氧弹法测定润滑脂的氧化安定性。

本标准适用于提高试验温度条件下,测定润滑脂在静态贮存于氧气密闭系统中的抗氧化性。

本标准可用于表示批次稳定性的质量控制。但不预示在动态工作条件下润滑脂的安定性和长期贮存在容器里润滑脂的安定性,也不预示在轴承和马达部件上薄层润滑脂的安定性。它不应用于评价不同类型润滑脂的相对抗氧化性。

2 方法概要

将试样放在一个加热到 99℃,并充有 758kPa 氧气的氧弹中氧化。按规定时间间隔观察并记录压力。经规定时间周期后,由氧气压力的相应降低来确定润滑脂的氧化程度。

3 试剂与材料

3.1 试剂

石油醚: 90~120℃,分析纯;或橡胶工业用溶剂油。

3.2 材料

氧气: 纯度不低于 99.5%。

4 仪器

4.1 氧弹、试样皿、皿架、压力表和油浴,见附录 A 中详细说明。

注:如果热容量和热梯度特性与附录中所述油浴相当,并能维持氧弹在规定试验温度,其他恒温浴也可使用。

4.2 温度计: 温度范围 95~103℃,分度值为 0.1℃,见附录 B。

5 仪器准备

5.1 清洗试样皿中前一次试验全部污物和空气中灰尘沉淀物,依次用溶剂、热洗衣粉水和热的铬酸洗液清洗。最后用自来水彻底冲洗,再用蒸馏水冲洗,并放入烘箱中干燥。洗净的皿只能用镊子操作。

5.2 试验后如果发现氧弹和金属皿架上有漆膜,则应将其浸入到热溶剂中,用硬毛刷擦洗其内部,然后取出干燥。进一步用水和细的去污粉擦洗,直到全部漆的沉积物被除去为止。最后用自来水彻底冲洗,并在烘箱中干燥。洗净金属皿架只能用镊子操作。

6 试验步骤

6.1 在 5 个皿中各装入 4.00g±0.01g 试样。使试样均匀地分布在皿中,其上表面应平滑。将装有试样的皿分别放在皿架的 5 个底部搁板上。留下顶部搁板作为盖子用,以防止冷凝的挥发物滴入试样中。在装配氧弹时,放一小团玻璃棉于连接压力表管底部的口内。

注:无分度值为 0.01g 天平,也可用分度值为 0.1g 天平称量,但仲裁试验时必须用分度值为 0.01g 的天平称量。

6.2 将皿架放入氧弹中，并缓慢而均匀地上紧螺栓密封氧弹。缓慢地引入氧气直到压力达到 689kPa，然后慢慢地放掉氧气以排除氧弹中的空气。重复 4 次，使氧气压力达到下列数值：

室温, °C	压力, kPa
17 ~ 20	586
> 20 ~ 23	593
> 23 ~ 27	600
> 27 ~ 30	607
> 30 ~ 33	614
> 33 ~ 37	621
> 37 ~ 40	627

让氧弹静置一夜，以查明是否漏气。

注：按上面所指出的压力，当氧弹按 6.3 条步骤放入浴中时，压力的读数正好升至 $758\text{kPa} \pm 14\text{kPa}$ 。因此，在大多数情况下不需要放出氧气。这时经过一夜试漏检查已证明是符合要求的氧弹来说，在阀门处产生漏气的机会就可减少至最小限度。

6.3 将氧弹放入保持在温度为 $99^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的油浴中，当压力上升高于 $758\text{kPa} \pm 14\text{kPa}$ 时，就间歇地从氧弹中放出氧气，直到压力稳定在 $758\text{kPa} \pm 14\text{kPa}$ ，并且至少保持 2h。如压力逐渐下降则表明氧弹在连续漏气。至少每 24h 观察并记录一次压力。在发生漏气情况时，不报告结果，但需重做试验。

6.4 把氧弹浸入到油浴中立即开始记时，并连续氧化至产品指标规定的时间周期。

注：产品指标中通常给出压力降(kPa)期限有一个或更多的时间间隔，例如 100、200h 等。

7 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

7.1 重复性：同一操作者，重复测定两个结果之差，不应大于下列数值。

平均压力降, kPa	重复性, kPa
0 ~ 34.5	13.8
> 34.5 ~ 68.9	20.7
> 68.9 ~ 138	41.4
> 138 ~ 379	68.9

7.2 再现性：不同实验室，各自提出的两个结果之差，不应大于下列数值。

平均压力降, kPa	再现性, kPa
0 ~ 34.5	20.7
> 34.5 ~ 68.9	34.5
> 68.9 ~ 138	55.2
> 138 ~ 379	138

注：这些精密度数据仅适用于吸氧速率与时间近似成正比例，在诱导期之前的部分数据。在短的时间间隔内，氧吸收速率迅速加速即表明到了诱导期。

8 报告

报告在规定的试验时间内，重复测定两个结果的平均值，作为测定结果的压力降(kPa)。

附录 A

仪 器

(补充件)

A1 氧弹,型式和尺寸如图 A1 所示。由 18%铬,8%镍的合金钢制成。氧弹在 99℃应能安全地经受工作压力 1241kPa,并装配有铅或聚四氟乙烯垫片密封。为便于清洗氧弹的内表面、盖子和压力表导管的内壁均应高度抛光。在没有血架和血时,氧弹的容积(测量到压力表的高度)应是 $185\text{mL} \pm 6\text{mL}$ 。这可通过组合氧弹,取掉压力表,并测量充满氧弹到压力表联界面液体的总量来核对。可用螺旋盖代替图 A1 所示的螺栓固定盖。

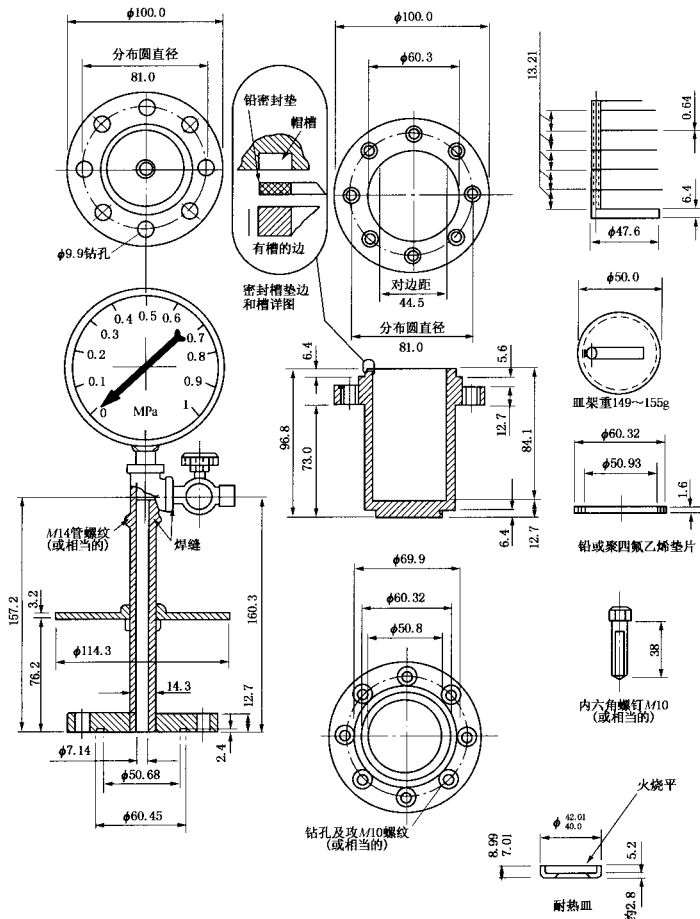


图 A1 润滑脂氧压安定性测试仪

A2 压力表：适用于氧气和矿油的指示型压力表，刻度间隔为每分度 6.89kPa，最大读数至少为 827kPa，并在 621 ~ 827kPa 范围内，精度至少为 3.45kPa。按图 A1 所示把压力表装到表管杆上。如果能满足上述规定量程和精度的要求，则可用记录压力表代替规定的指示压力表。

A3 油浴：能控制在 $99^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，在所用的油浴温度变化率应小于 0.5°C 。油浴应具有足够的深度，以使氧弹浸没到合适的深度。建议用泵或搅拌的方法使加热介质油循环。油浴应具有足够的热容量，在氧弹浸入后 60min 内使油浴获得所要求的温度。油浴有一温度计插入孔，使温度计的 96.8°C 位置与油浴盖的上表面在同一水平面。调节浴面使氧弹顶浸入在油面下约 50mm。油浴应安置在无风或压力表周围的温度没有大的波动的地方。

A4 皿架：由 18% 铬，8% 镍合金钢制成，如同氧弹材料，应符合图 A1 中规定的尺寸。

A5 玻璃试样皿：应符合图 A1 中规定的尺寸。

附 录 B 温度计规格 (补充件)

范围, $^{\circ}\text{C}$	95 ~ 103
试验温度, $^{\circ}\text{C}$	98.9
浸入深度, mm	全浸
分度值, $^{\circ}\text{C}$	0.1
长线刻度值, $^{\circ}\text{C}$	0.5
每个刻数, $^{\circ}\text{C}$	1
刻度误差(最大), $^{\circ}\text{C}$	0.1
膨胀室许可加热到, $^{\circ}\text{C}$	155
总长度, mm	270 ~ 280
棒径, mm	6.0 ~ 8.0
水银球长度, mm	25 ~ 35
水银球直径, mm	≥ 5.0 和 \leq 棒径
刻度定位, $^{\circ}\text{C}$	95
球底部到刻线距离, mm	135 ~ 150
刻度部分的长度, mm	70 ~ 100
球底到收缩室底部距离(最小), mm	—
球底到收缩室顶部距离(最大), mm	60
棒扩大部分:	
直径, mm	8.0 ~ 10.0
长度, mm	4.0 ~ 7.0
到底部距离, mm	112 ~ 116

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人李显名。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D942 - 78(84)《润滑油氧化安定性测定法》