МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32334— 2013

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ

Определение потерь от испарения на термогравиметрическом анализаторе (TGA) методом Ноак

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 октября 2013 г. № 60-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 690-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32334—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6375—09 «Метод определения потерь от испарения смазочных масел на термогравиметрическом анализаторе (TGA) методом Ноак» [«Test method for evaporation loss of lubricating oils by thermogravimetric analyzer (TGA) Noack method», IDT].

Стандарт подготовлен Комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет Подкомитет D02.06 «Анализ смазочных материалов».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Назначение и использование . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Реактивы и материалы . . . 3
8 Подготовка и калибровка термогравиметрического анализатора . . . 3
9 Проведение испытания . . . 3
10 Оформление результатов . . . 7
11 Контроль качества (QC) . . . 7
12 Прецизионность и смещение . . . 7
Приложение X1 (рекомендуемое) Контроль качества (QC) . . . 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ

Определение потерь от испарения на термогравиметрическом анализаторе (TGA) методом Ноак

Lubricating oils. Determination of evaporation loss of by thermogravimetric analyzer (TGA) Noack method

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения потерь от испарения методом Ноак с использованием термогравиметрического анализатора (TGA) и распространяется на базовые и товарные смазочные масла, имеющие диапазон потерь от испарения по Ноак от 0 % масс. до 30 % масс.

Определение по данному методу требует небольшого объема образца, и при последовательном анализе нескольких образцов испытание выполняется быстрее и безопаснее стандартного метода Ноак с использованием сплава Вуда.

1.2 Потери от испарения, определяемые по настоящему стандарту, соответствуют потерям, определяемым по стандартным методам испытаний по методу Ноак.

1.3 Значения в системе единиц СИ рассматривают как стандартные.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 5800, Test method for evaporation loss of lubricating oils by the Noack method (Метод определения потерь от испарения смазочных масел по методу Ноак)

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения методов статистического контроля качества и контрольных карт для оценки характеристик аналитической системы измерения)

ASTM D 6792, Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories (Практика системы качества испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов в лабораториях)

ASTM E 1582, Practice for calibration of temperature scale for thermogravimetry (Практика калибровки температурной шкалы для термогравиметрии)

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM: www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru же в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **эталонное масло для испытания методом Ноак** (далее — эталонное масло) (Noack reference oil): Масло, поставляемое производителями оборудования для метода Ноак, используемое для проверки работоспособности анализатора потерь от испарения.

3.2 **стандартное время испытания методом Ноак** (далее — стандартное время) (Noack reference time): Время, в минутах, необходимое для достижения эталонным маслом известного значения потерь от испарения в условиях настоящего метода испытания.

3.3 **летучесть при испытании методом Ноак с использованием термогравиметрического анализатора** (TGA Noack volatility): Потери от испарения смазочного материала, в процентах по массе, определенные по настоящему стандарту.

4 Сущность метода

4.1 Образец смазочного масла помещают в тигель термогравиметрического анализатора. Тигель устанавливают на держатель тигля термогравиметрического анализатора и быстро нагревают в потоке воздуха до температуры от 247 °С до 249 °С, затем выдерживают в течение заданного времени при установленной температуре. При нагревании термогравиметрический анализатор контролирует и регистрирует потери массы образца от испарения. Затем по термогравиметрической кривой определяют потери массы образца (%) от времени.

5 Назначение и использование

5.1 Настоящий метод определения является безопасной и быстрой альтернативной методикой определения потерь от испарения смазочных материалов методом Ноак.

5.2 Значение потерь от испарения является важным параметром смазочного материала, используемого в горячих зонах оборудования, в которых испарение смазочного материала может привести к увеличению его расхода.

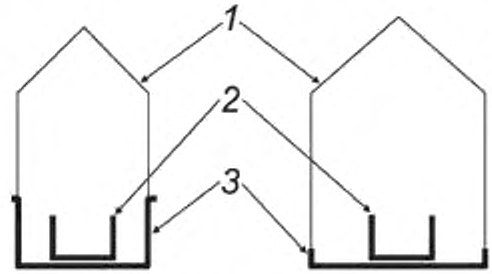
5.3 В спецификациях на смазочные материалы устанавливают значение максимально допустимых потерь от испарения.

6 Аппаратура

6.1 Термогравиметрический анализатор с программным обеспечением, соответствующий требованиям настоящего стандарта.

6.2 Алюминиевый тигель для образца

Алюминиевый цилиндрический тигель с отношением внутреннего диаметра к высоте не более 0,45, вместимостью (50 ± 3) см^3. Если тигли, поставляемые производителями термогравиметрических анализаторов, не соответствуют этим параметрам, можно использовать и адаптировать для установки в держатель термогравиметрического анализатора другие тигли. Примеры альтернативных тиглей приведены на рисунке 1.



1 — проволочная подвеска; *2* — альтернативные тигли для образцов; *3* — стандартные тигли для образцов, поставляемые в комплекте с термогравиметрическим анализатором

Рисунок 1 — Примеры альтернативных тиглей для образца

6.3 Регулятор давления, обеспечивающий поддержание требуемого давления подачи воздуха для термогравиметрического прибора.

6.4 Расходомер, обеспечивающий регулировку и измерение расхода воздуха для термогравиметрического прибора.

7 Реактивы и материалы

7.1 Стандартные образцы для калибровки температуры термогравиметрического анализатора зависят от применяемого термогравиметрического анализатора и его рабочих характеристик. Производитель термогравиметрического анализатора обычно предоставляет стандартные образцы и в руководстве по эксплуатации прибора приводит указания по их использованию.

7.2 Сжатый воздух давлением, пригодным для использования в термогравиметрическом анализаторе. Можно использовать воздух класса ч. д. а. или другой, если допустимо загрязнение внутренних деталей термогравиметрического анализатора.

7.3 Эталонное смазочное масло для испытания методом Ноак.

Масло, имеющее известное значение потерь от испарения методом Ноак, указанное производителем.

8 Подготовка и калибровка термогравиметрического анализатора

Примечание 1 — Требования настоящего раздела выполняют, если термогравиметрический анализатор не использовали в течение длительного времени или после ремонта или использовали не в соответствии с инструкциями производителя или при изменении места установки.

8.1 Проверяют корреляцию температуры программы прибора и образца в соответствии с рекомендациями производителя прибора или ASTM E 1582. Используют калибровочные стандартные образцы, которые берут в вилку значение температуры 250 °С. При необходимости выполняют повторную калибровку и проверяют корреляцию температур.

8.2 При необходимости прокаливают термогравиметрический анализатор для удаления сконденсировавшейся жидкости или отложений, которые могли образоваться на внутренней поверхности. Обычно прокаливают при температуре не менее 800 °С и продувают воздухом со скоростью от 200 до 500 $см^3$/мин, поддерживая эту температуру до прекращения дымления из трубы выхлопных газов термогравиметрического анализатора. Для удаления большинства отложений при таких условиях обычно требуется 15—20 мин.

Предупреждение — При проведении данной процедуры в термогравиметрический анализатор не устанавливают тигель для образца. Он может расплавиться и повредить весы и печь.

8.3 Проверяют работу весов термогравиметрического анализатора и при необходимости регулируют. Следуют процедуре и рекомендациям производителя.

9 Проведение испытания

9.1 Определение массы образца

9.1.1 Определяют номинальный внутренний диаметр тигля для образца, см, измеряя штангенциркулем внутренний диаметр 10 разных тиглей, и вычисляют среднеарифметическое значение.

9.1.2 Вычисляют массу образца M_s, мг, по формуле

$$M_s = 350\ (ID)^3, \qquad (1)$$

где M_s — масса образца, округленная до целого числа, мг;

ID — номинальный внутренний диаметр тигля для образца (см. 9.1.1), см.

9.2 Скорость потока воздуха

Устанавливают значение скорости потока воздуха, рекомендованное производителем термогравиметрического анализатора или более, если в процессе первых испытаний эталонного масла на любой части механизма весов или облицовке печи термогравиметрического анализатора образуется конденсат. Повторяют процедуру по 8.1 с новым значением скорости потока воздуха.

9.3 Температурная программа

Примечание 2 — Требования настоящего пункта выполняют только при первоначальной установке программы метода на термогравиметрическом анализаторе.

9.3.1 Используя корреляцию по 8.1, определяют конечную температуру программы, требуемую для получения конечной температуры образца 249 °С.

9.3.2 Программируют термогравиметрический анализатор для нагрева образца от 50 °С до конечной температуры программы, определенной в 9.3.1 при скорости (скоростях) нагрева, которая будет воспроизводить скорость нагрева образца стандартных методов Ноак (приблизительно 100 °С/мин до 220 °С и 10 °С/мин от 220 °С до 249 °С). Рекомендации по достижению приемлемых скоростей нагрева можно получить из примеров, показанных на рисунке 2. Поддерживают конечную температуру программы в течение 30 мин.

Примечание 3 — Температуру нагревания в течение 30 мин можно скорректировать после испытания эталонного масла и установления стандартного времени (см. 9.4). Время нагревания при установленной температуре можно увеличить на 2 мин относительно измеренного стандартного времени.

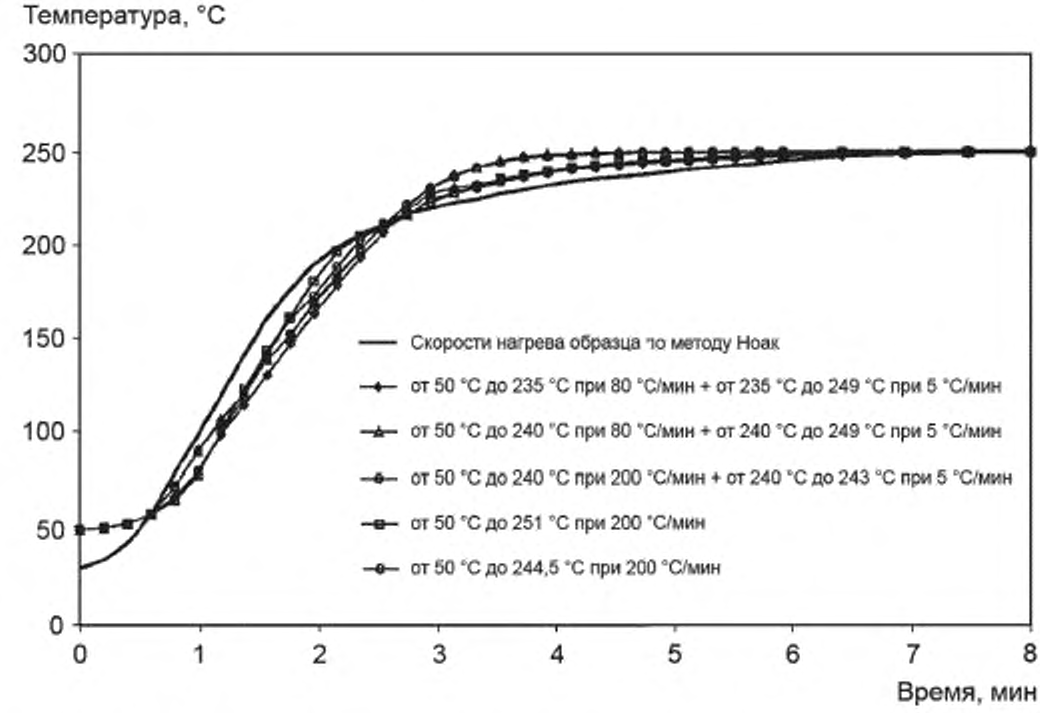


Рисунок 2 — Программы термогравиметрического анализа методом Ноак и соответствующие скорости нагрева образца

9.3.3 Взвешивают пустой тигель для образца в соответствии с руководством по эксплуатации термогравиметрического анализатора.

9.3.4 Добавляют во взвешенный тигель требуемую массу эталонного масла (как определено в 9.1) с предельным отклонением ± 3 мг.

9.3.5 Помещают тигель в держатель термогравиметрического анализатора и проводят анализ образца при температурной программе, описанной в 9.3.2.

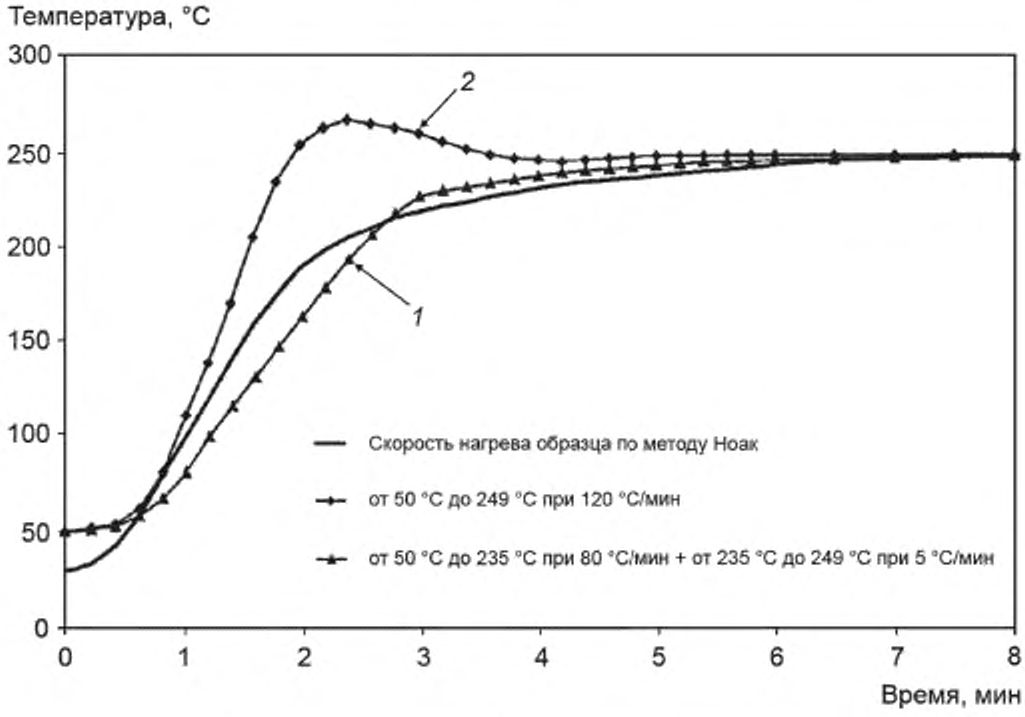
9.3.6 По данным, полученным в соответствии с 9.3.5, строят график зависимости температуры образца от времени. Измеряют температуру образца, если она превышает 249 °С, выполняют процедуры по 9.3.8, если температура ниже — по 9.3.7.

9.3.7 Температура образца не превышает 249 °С

Определяют стандартное время в соответствии с 9.4.6. Если оно не более 7 мин, возвращаются к 9.3.2 и снижают скорость нагрева для получения стандартного времени более 7 мин. Проверяют температуру образца при стандартном времени для того, чтобы убедиться, что она находится в пределах от 248 °С до 249 °С. Если температура ниже, определяют значение, на которое температура ниже 248,5 °С, и повышают конечную температуру программы на это значение. Переходят к 9.4.

9.3.8 Температура образца превышает 249 °С

Изменяют температурную программу термогравиметрического анализа для исключения превышения температуры. Обычно это выполняют, разделяя программу на два этапа: снижая скорость нагрева или уменьшая конечную температуру программы или сочетанием этих способов. Пример устранения превышения температуры в отдельном приборе приведен на рисунке 3. Повторяют операции по 9.3.3—9.3.6 до получения подходящей температурной программы.



1 — температура соответствует; *2* — температура не соответствует

Рисунок 3 — Программы термогравиметрического анализа методом Ноак и соответствующие скорости нагрева образца, показывающие изменение программы термогравиметрического анализа для устранения превышения температуры

9.4 Определение стандартного времени при испытании методом Ноак

Примечание 4 — Это определение необходимо выполнять ежедневно перед анализом любых образцов.

9.4.1 Устанавливают скорость потока воздуха в соответствии с 9.2.

9.4.2 Вводят конечную температуру программы, определенную по 9.3.

9.4.3 Взвешивают пустой тигель для образца в соответствии с руководством по эксплуатации термогравиметрического анализатора.

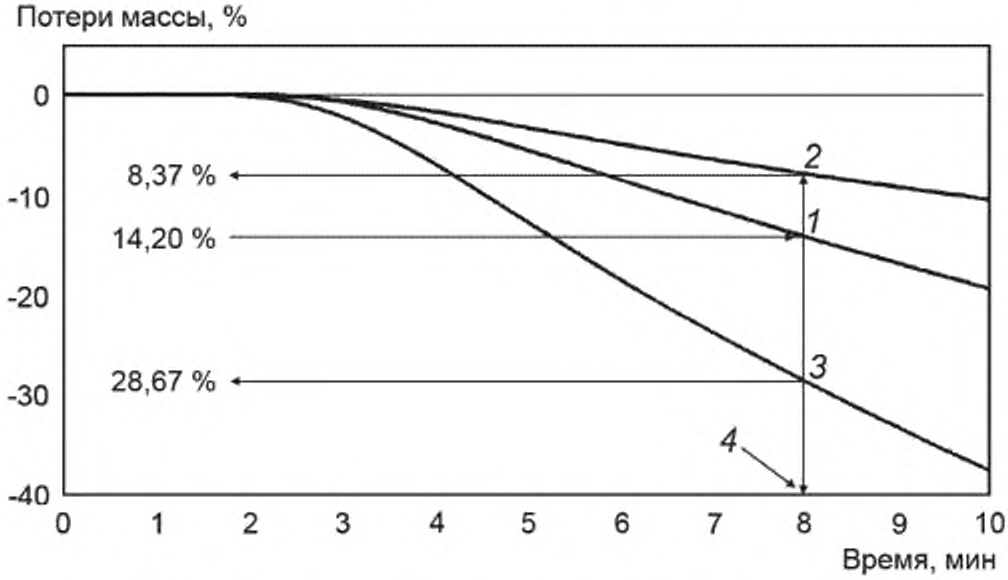
9.4.4 Помещают требуемую массу (9.1) эталонного масла во взвешенный тигель. Независимо от способа определения массы образца (волюметрически или гравиметрически), его фактическая масса

должна быть в пределах ± 3 мг от рассчитанной массы образца. Определяют массу образца в соответствии с этим требованием.

9.4.5 Устанавливают тигель в держатель термогравиметрического анализатора и проводят испытание.

9.4.6 По термогравиметрической кривой, полученной по 9.4.5, определяют время (по возможности с точностью до 0,01 мин), требуемое для достижения эталонным маслом его значения потерь от испарения. Это время является стандартным временем при испытании методом Ноак. Регистрируют это время, поскольку его используют в 9.5 для определения летучести испытуемых смазочных масел методом Ноак на термогравиметрическом анализаторе. Пример термогравиметрической кривой для эталонного масла и ее использование для определения стандартного времени приведен на рисунке 4 (кривая *1*). Изотермическую выдержку температурной программы термогравиметрического анализа можно изменить на стандартное время плюс 2 мин. Это позволит ускорить выполнение следующих определений.

9.4.7 Проверяют температуру образца при стандартном времени, которая должна быть в диапазоне от 247 °С до 249 °С. Если температура находится вне этого диапазона, прокаливают термогравиметрический анализатор в соответствии с 8.2 и повторяют процедуру по 9.4.



1 — эталонное масло методом Ноак; *2* — низкие потери от испарения испытуемого масла; *3* — высокие потери от испарения испытуемого масла; *4* — стандартное время

Рисунок 4 — Определение стандартного времени методом Ноак и потери от испарения испытуемых масел

9.4.8 Сравнивают измеренное стандартное время со значениями, полученными при предыдущих измерениях. Если разность превышает 10 %, проверяют работу термогравиметрического анализатора в соответствии с разделом 8. Если после выполнения предыдущего измерения стандартного времени термогравиметрический анализатор ремонтировали или вносили изменения в его конструкцию, например заменяли механизм весов, датчик температуры и т. д., испытание проводят повторно, начиная с раздела 8.

9.5 Определение потерь от испарения испытуемого смазочного масла на термогравиметрическом анализаторе методом Ноак

9.5.1 Повторяют процедуры по 9.4.1—9.4.5 с использованием вместо эталонного масла испытуемое смазочное масло и новый тигель для образца.

9.5.2 Используя термогравиметрическую кривую для испытуемого смазочного масла и стандартное время, определенное по 9.4.6, определяют потери массы, % масс., испытуемого смазочного масла при стандартном времени. Это значение характеризует потери от испарения испытуемого смазочного масла методом Ноак на термогравиметрическом анализаторе. Примеры определения потери от испарения

испытуемых смазочных масел методом Ноак приведены на рисунке 4 (кривые *2* и *3*). Проверяют температуру образца при стандартном времени, которая должна быть от 247 °С до 250 °С. Если температура находится вне этого диапазона, повторяют испытание, начиная с раздела 8.

9.5.3 Термогравиметрический анализатор регулярно прокаливают (см. 8.2). Прокаливание термогравиметрического анализатора проводят при получении разности стандартного времени между определениями с использованием эталонного масла более 10 %.

Количество испытаний между прокаливаниями можно увеличить, повышая скорость потока воздуха (см. 9.2).

10 Оформление результатов

10.1 Регистрируют значение потерь от испарения испытуемого смазочного масла методом Ноак на термогравиметрическом анализаторе, определенное по 9.5.2, с точностью до 0,01 % масс.

11 Контроль качества (QC)

11.1 Проверяют рабочие характеристики прибора или процедуры испытания, анализируя образец для контроля качества (QC).

11.1.1 Если соответствующий образец масла или базового масла для контроля качества отсутствует, готовят образец для контроля качества из запаса такого материала.

11.1.2 Если протоколы контроля качества/обеспечения качества (QA) для испытательного оборудования уже установлены, их можно использовать при условии, что они подтверждают надежность результата испытания.

11.1.3 Если протоколы QC/QA для испытательного оборудования не установлены, в качестве системы QC/QA можно использовать приложение X1.

12 Прецизионность и смещение[1)]

12.1 Показатели прецизионности и смещения для данного метода были определены по результатам межлабораторных круговых испытаний восьми образцов масел на термогравиметрических анализаторах пяти разных производителей, в которых принимали участие девять лабораторий.

12.2 Повторяемость *r*

Результаты двух определений, выполненных на одном и том же образце в течение короткого периода времени одним и тем же оператором с использованием одного и того же термогравиметрического оборудования при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, могут отличаться более чем на следующее значение только в одном случае из двадцати.

$$r = 0{,}31\ (\text{потери от испарения методом Ноак})^{0{,}60}. \quad (2)$$

12.3 Воспроизводимость *R*

Результаты двух определений, выполненных на одном и том же образце разными операторами или с использованием разного термогравиметрического оборудования при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, могут отличаться более чем на следующее значение только в одном случае из двадцати.

$$R = 0{,}9\ (\text{потери от испарения методом Ноак})^{0{,}60}. \quad (3)$$

12.4 Смещение

В пределах повторяемости настоящего метода испытаний не наблюдалось значимого смещения между значением потерь от испарения методом Ноак, определенным по настоящему методу испытаний, и значением потерь от испарения, определенным по ASTM D 5800.

[1)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR D02-1447.

Приложение Х1
(рекомендуемое)

Контроль качества (QC)

Х1.1 Проверяют рабочие характеристики прибора или процедуры испытания путем проведения анализа образца для контроля качества.

Х1.2 Перед контролем процесса измерения пользователь настоящего стандарта должен определить среднее значение и контрольные пределы образца для контроля качества (см. ASTM D 6299 и MNL 7[1)]).

Х1.3 Для определения состояния статистического контроля всего процесса испытания регистрируют результаты контроля качества и анализируют их с помощью контрольных карт или других статистически эквивалентных методов (см. ASTM D 6299, ASTM D 6792 и MNL 7).

Х1.4 При отсутствии в методе испытаний четких требований периодичность проверок контроля качества зависит от критичности измеряемого показателя, стабильности испытательного процесса и требований заказчика. Обычно образец для контроля качества анализируют ежедневно вместе с образцами для испытаний. При регулярных анализах большого количества образцов периодичность проверок контроля качества увеличивают. Если установлено, что испытания находятся под статистическим контролем, периодичность проверок контроля качества можно сократить. Для обеспечения качества данных прецизионность анализа образца для контроля качества должна проверяться по сравнению с прецизионностью метода испытаний ASTM.

Х1.5 По возможности рекомендуется использовать такой тип образца для контроля качества, который является представительным по отношению к регулярно анализируемому материалу. Необходимо обеспечить достаточный запас материала для контроля качества в течение определенного периода использования, этот материал должен быть однородным и стабильным при предполагаемых условиях хранения (см. ASTM D 6299, ASTM D 6792 или MNL 7 для дополнительной информации по контролю качества и методам контрольных карт).

[1)] MNL7, Руководство по представлению данных анализа с помощью контрольных карт, 6 издание, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 5800	IDT	ГОСТ 32330—2013 «Масла смазочные. Определение потерь от испарения методом Ноак»
ASTM D 6299	—	*
ASTM D 6792	—	*
ASTM E 1582	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 665.6/7:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: смазочные масла, потери от испарения, метод Ноак, термогравиметрический анализатор

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 23.09.2019. Подписано в печать 19.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru