

JIS

UDC 665.76

K 2514

潤滑油—酸化安定度試験方法

JIS K 2514¹⁹⁹⁶

平成 8 年 9 月 20 日 改正

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

潤滑油—酸化安定度試験方法

K 2514-1996

Lubricating oils—Determination of oxidation stability

1. 適用範囲 この規格は、内燃機関用潤滑油、タービン油などの酸化安定度試験方法について規定する。

備考1. この規格は危険な試薬、操作及び装置を使うことがあるが、すべてにわたって安全な使用方法を詳細に規定しているわけではないので、使用に先立って、適切な安全及び健康上の禁止事項を決めておかねばならない。

2. この規格の引用規格を、付表1に示す。

3. この規格の対応国際規格を、表1に示す。

表1 対応国際規格

試験方法	対応国際規格
タービン油酸化安定度	ISO 4263 : 1986 Petroleum products—Inhibited mineral oils—Determination of oxidation characteristics
全酸価試験	ISO 7537 : 1989 Petroleum products—Determination of total acid number—Semi-micro colour-indicator titration method

4. この規格の中で「」を付けて示してある単位及び数値は、従来単位系によるものであって、参考として併記したものである。

2. 用語の定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

- (1) 粘度比 酸化試験を行ったときの試験後の油の未酸化油に対する粘度の比。
- (2) 全酸価 試料1 g中に含まれる全酸性成分量を中和するのに要する水酸化カリウムのミリグラム (mg) 数で、JIS K 2501に規定する測定法による。
- (3) ラッカー度 ワニス棒に対するラッカー状物質又はスラッジの付着状態の程度を表したものの。

3. 試験方法の種類 試験方法は、表2に示す3種類とする。

表2 試験方法の種類

試験方法	試験方法の略称	適用油種類(例)	国条番号
内燃機関用潤滑油酸化安定度	ISOT	内燃機関用潤滑油(エンジン油)	4.
タービン油酸化安定度	TOST	タービン油, 油圧作動油	5.
回転ボンベ式酸化安定度	RBOT	タービン油, 油圧作動油, 空気圧縮機油	6.

備考 少量の試料で全酸価を測定する全酸価試験方法(セミマイクロ法)を附属書に規定する。

参考1. 試験方法の略称は、次に示す英語名称を簡略化したものである。

(1) ISOT……英語名称: Indiana Stirring Oxidation Test

(2) TOST……英語名称: Turbine oil Oxidation Stability Test

(3) RBOT……英語名称: Rotating Bomb Oxidation Test

2. タービン油の酸化安定度を油溶性金属触媒を使って試験する方法を参考[タービン油酸化安定度試験方法(油溶性触媒法)]に示す。

4. 内燃機関用潤滑油酸化安定度試験方法

4.1 試験の原理 試料中に触媒及びワニス棒を浸し、165.5℃で24時間⁽¹⁾かき混ぜ棒で試料をかき混ぜて酸化させた後、酸化油の動粘度と全酸価とを測定して、未酸化油のそれらと比較し、粘度比及び全酸価の増加を求める。

また、ワニス棒については、ラッカー状物質又はスラッジの付着状態を調べる。

試験は、同一試料を入れた2個の試験容器を一組として行う。

注⁽¹⁾ 個別製品規格に規定がある場合は、その温度及び時間とする。

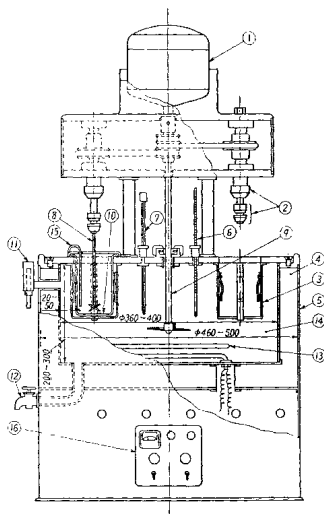
4.2 試験機器及び試験材料

4.2.1 内燃機関用潤滑油酸化安定度試験器 次の(1)～(6)から構成される。

その組立図の一例を、図1に示す。

図1 内燃機関用潤滑油酸化安定度試験器 (6個掛けの一例)

単位 mm



番号	部品名
1	電動機
2	回転子
3	試験容器保持具
4	保温材
5	保温壁
6	温度計
7	温度調節器
8	試料かき混ぜ棒
9	かき混ぜ機
10	試験容器
11	オーバーフロー
12	排出コック
13	電熱器
14	浴槽
15	ワニス棒
16	操作盤

- (1) 恒温槽 恒温槽は、かき混ぜ機、電熱器及び温度調節器を備え、浴温度を 165.5 ± 0.5 °C に保つことができるもので、恒温槽のふた上面から約120 mm下方の位置に試験容器の底を設置し、浴液中に試験容器を90 mm以上浸すことができるもの(図1参照)。

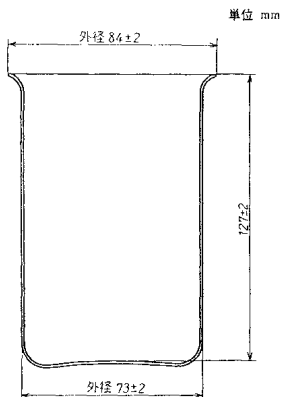
注(7) 個別製品規格に規定がある場合は、規定温度 ± 0.5 °Cとする。

- (2) 温度計 JIS B 7410に規定する温度計番号73 (ISO) のもの。
 (3) 試験容器及び試験容器ふた

(a) 試験容器 図2に示す構造・寸法のほうけい酸ガラス製のもの。

備考 JIS K 2839に規定する図108のものがこれに相当する。

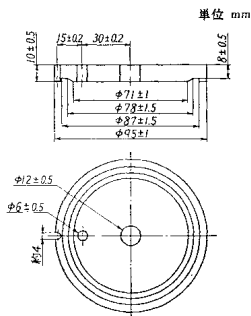
図2 試験容器



- (b) 試験容器ふた 図3に示す形状・寸法のフェノール樹脂製などのもので、試料かき混ぜ棒及びワニス棒の挿入孔を備えたもの。

備考 変形又は破損したふたは、内部空気の置換割合を変化させるため、試験結果のばらつきに影響する場合がありますので注意する。

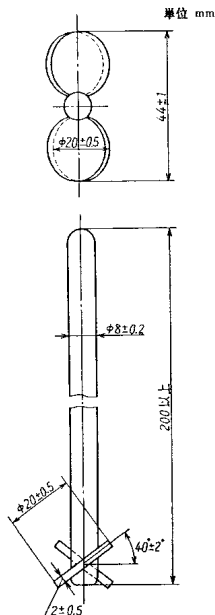
図3 試験容器ふた (一例)



- (4) 試料かき混ぜ棒 図4に示す形状・寸法のほうけい酸ガラス又はステンレス鋼 (SUS304) 製のもの。

備考 JIS K 2839に規定する図113のものかこれに相当する。

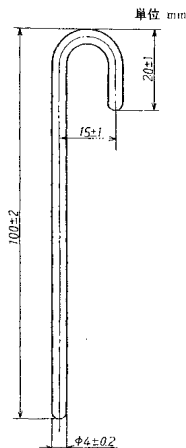
図4 試料かき混ぜ棒



- (5) 回転子 図1に示す形状で下方から試料かき混ぜ棒を挿入し、チャックによって試料容器の底部から10 mmの位置に保持し、振れを生じないで試料を押し下げる方向に、毎分1300±15回転で回転できるもの。
- (6) ワニス棒 図3に示す形状・寸法のほうけい酸ガラス製のもの。

備考 JIS K 2839に規定する図114のものがこれに相当する。

図5 ワニス棒



4.2.2 触媒、その他の試験材料 触媒、その他の試験材料は、次による。

(1) 触媒

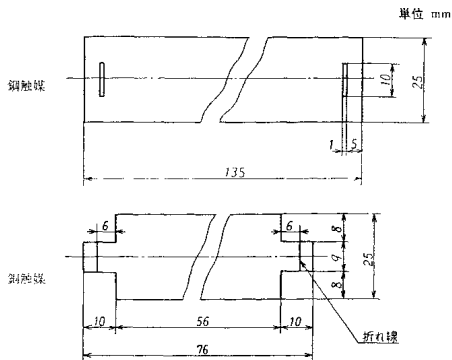
- (a) 鋼 JIS G 3141に規定するSPCCの厚さ0.5 mm、幅26 mm、長さ121.4 mmのもの。
- (b) 鋼 JIS H 3100に規定するC1100Pの厚さ0.5 mm、幅26 mm、長さ60.4 mmのもの。

備考 図6に示すように、鋼及び鋼触媒の両端に固定用のあな(孔)(φ1.0 mm)をあける。

参考 参考図1に示す形状の鋼及び鋼触媒を用いてもよい(解説参照)。

鋼触媒の両端に折れ線(折り曲げるための傷)をつけたつめを出し、鋼触媒の両端につめが入る溝穴をあけたもの。両触媒を組み立てるとき、鋼触媒のつめを鋼触媒の溝穴に入れ、折れ線の部分を深く曲げて固定する。

参考図1 つめ及び溝を付けた触媒



- (2) 研磨布 JIS R 6251又はJIS R 6252に規定する研磨剤の材質がアルミナ質研磨材又はガーネット研磨材で、粒度がP400又は#400の研磨布又は研磨紙。

備考 4.2.2 (2) の規定の中で“ ”内の#の付いた数値は、JIS R 6251及びJIS R 6252の付表7に規定する粒度であって、平成9年3月31日まで適用する。

- (3) 脱脂綿 日本薬局方脱脂綿
(4) カラースケール ワニス棒の着色程度を9段階に分けたもの。

参考 石油学会規格JP1-5S-13-80 (陸用ディーゼル機関ピストン評価法) に規定する付図2のものがある。

4.2.3 試薬 試薬は、次による。

- (1) ヘプタン JIS K 2280に規定するもの。
(2) 沈殿用ナフサ JIS K 2503に規定するもの。
(3) 水 JIS K 0557に規定するA3のもの。

4.3 試料の採取及び調製方法 試験用試料は、JIS K 2251に規定する一次試料採取方法及び二次試料調製方法、又はそれに準じた方法によって採取・調製する。

4.4 試験の準備 試験の準備は、次による。

- (1) 試験容器、試料かき混ぜ棒^(a)及びワニス棒をクロム酸混液又はこれと同等の洗浄剤^(a)に2時間以上浸し、水道水で十分にすすいだ後、水で数回洗って乾燥する。

注^(a) ステンレス鋼製の場合は、適切な溶剤で洗浄した後、乾燥する。

^(a) クロム酸混液を廃棄する場合は、廃液の無害化処理を行わなければならない。

- (2) 両触媒を適切な溶剤（ヘプタン、沈殿用ナフサなど）で湿した脱脂綿でよくぬぐった後、研磨布又は研磨紙で新しい面が出るまで磨き、さらに、乾いた脱脂綿で研磨粉を完全に取り除いて、図6に示すように組み立てる。研磨した触媒は、できるだけ短時間のうちに試験に用いる。

なお、この研磨した触媒は、常に洗浄・乾燥した脱脂綿又は木綿手袋を用いて取り扱い、直接、手を触れないようにする。

- (3) 恒温槽の温度を 165.5 ± 0.5 ℃^(a)になるように調節する^(a)。

注(2) 個別製品規格に規定のある場合は、その温度とする。

(2) 温度計は、温度が読み取れる範囲で、できるだけ深く挿入する。

4.5 試験の手順 試験の手順は、次による。

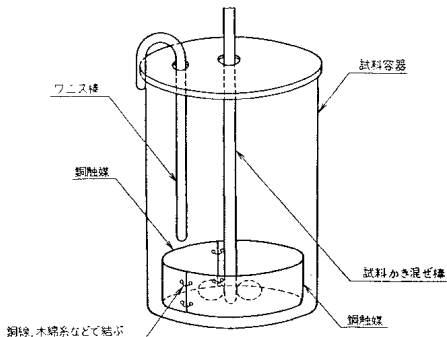
- (1) 図6に示すように触媒を入れた2個(7)の試験容器に、室温でそれぞれ試料250 mLを入れ、これらを恒温槽の試験容器保持具に固定する。次に、試験容器ふたに、試料かき混ぜ棒を通してふたをし、試料かき混ぜ棒、その羽根の下端が試験容器底部から10 mm上になるように回転しに取り付けた後、ワニス棒を取り付ける。この際、試料かき混ぜ棒及びワニス棒の試料に浸る部分には、直接、手を触れてはならない。

注(7) あらかじめ、2個の試験結果が4.6(1)の動粘度の比の差が平均値の14 %を超えなく、4.6(2)の試験前後の全酸価の差が表3の許容差以下で、かつ、ラッカー度が同一であることが分かっている場合は、1個でよい。

この場合、4.6の計算方法は、次のようにする。

- (1) 粘度比は、1個の試料の酸化前後の動粘度の比とする。
- (2) 全酸化の増加は、1個の試料の酸化前後の全酸価の差とする。
- (3) ラッカー度は、1個の試料の結果とする。

図6 試験容器及び触媒の組立て方(一例)



- (2) 試料かき混ぜ棒を毎分1300と15回転で試料を押し下げる方向に回転させて、試料をかき混ぜる。試料かき混ぜ棒を回転させたときを試験開始時間とし、その時刻を記録する。
- (3) 24時間(8)経過後、試験容器を恒温槽から取り出して、ワニス棒を取り外し、触媒を清浄なビンセットで取り出した後、試験容器内の試料(以下、酸化油という。)を室温まで放冷する。

注(8) 個別製品規格に規定のある場合は、その時間とする。

- (4) 酸化試験前の試料(以下、未酸化油という。), 室温になった酸化油及びワニス棒について、速やかに次の試験を行う。

- (a) 未酸化油及び酸化油の40 °Cにおける動粘度をJIS K 2283の規定によって測定する。
- (b) 未酸化油及び酸化油の全酸価をJIS K 2501の規定によって測定する。
- (c) ワニス棒を洗剤用ナフサですすぎ、酸化油を除いた後、乾燥する。ラッカー状物質又はスラッジの付着の有無を調べ、付着物がある場合は、カラースケールと比較して、ワニス棒の着色程度に相当するカラーNo.を

求め、記録する。

4.6 計算方法 計算方法は、次による。

- (1) 粘度比 酸化前後の試料の動粘度から、次の式によって動粘度の比を算出し、JIS Z 8401の規定によって小数点以下2けたに丸める⁽⁷⁾。

$$R = \frac{D_2}{D_1}$$

ここに、 R ：動粘度の比

D_1 ：未酸化油の40℃における動粘度 (mm²/s) {cSt}

D_2 ：酸化油の40℃における動粘度 (mm²/s) {cSt}

2個の試験結果の差が平均値の14%を超えない場合はその平均値を粘度比とする。

2個の試験結果の差が平均値の14%以上の場合はJIS Z 8402の規定によって処理する。

- (2) 全酸価の増加 酸化前後の試料の全酸価の差を算出し、JIS Z 8401の規定によって有効数字3けたに丸める。ただし、1 mgKOH/g未満の場合には、JIS Z 8401の規定によって小数点以下2けたに丸める⁽⁷⁾。2個の試験結果の差が表3の許容差を超えない場合、その平均値を全酸価の増加とする。2個の試験結果の差が表3の許容差を超える場合はJIS Z 8402の規定によって処理する。

表3 許容差 単位 mg KOH/g

全酸価の増加		許容差
0.05以上	1.0以下	0.3
1.0を超え	5.0以下	1
5.0を超え	20以下	4

- (3) ラッカー度 ワニス体に対するラッカー状物質又はスラッジの付着状態を表4に従って分類し、結果をラッカー度として表す⁽⁷⁾。

なお、2個の試験結果が一致しない場合は、カラースケールNo.の大きい方の結果をとる。

表4 ラッカー度の分類基準

ラッカー度	摘要
付着物なし	ワニス棒に付着物を認めない。又は、ワニス棒の着色程度がカラースケールNo.1よりも小さい。
付着物(薄)	ワニス棒の着色程度がカラースケールNo.1～2に相当する。
付着物(中)	ワニス棒の着色程度がカラースケールNo.3～5に相当する。
付着物(濃)	ワニス棒の着色程度がカラースケールNo.6～9に相当する。

4.7 試験結果の報告 試験結果には、次の事項を記載する。

- (1) 試料名、採取場所及び採取年月日
- (2) このJISの規格番号
- (3) 表2に示す試験方法の略称及び4.6によって得られた結果。
- (4) 特記事項

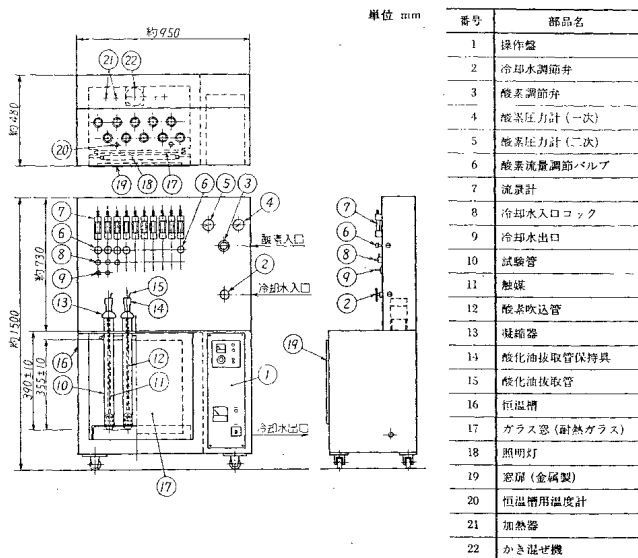
5. タービン油酸化安定度試験方法

- 5.1 試験の原理 無酸及び水の存在下で試料に酸素を通じて95℃の温度で酸化させ、規定試験時間後の全酸価、又はあらかじめ定めた全酸価に達するまでの試験時間で評価する。

5.2 試験機器及び試験材料

5.2.1 タービン油酸化安定度試験器 (1)~(9) から構成する。その組立図の一例を図7に示す。

図7 タービン油酸化安定度試験器 (10本掛けの一例)



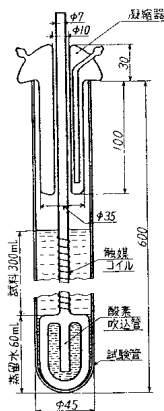
(1) 恒温槽 図7に示すもので、かき混ぜ機、電熱器及び温度調節器を備え、酸化器内の試料の温度を、 95 ± 0.2 °C に保つことができ、試験管を恒温槽内に垂直に 390 ± 10 mm 挿入でき、試験期間中、試験管を溶液に 355 ± 10 mm の深さに試験期間中浸すことができるもの。

備考 試験時間が長時間のため、溶液が水道水の場合は溶液の液面が試験管を規定の深さに維持できる液面調節器を、油浴の場合は加熱安全装置を取り付けるとよい。

(2) 酸化器 (a)~(c) から構成する。その組立図を図8に示す。

図8 酸化器

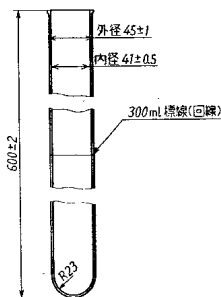
単位 mm



- (a) 試験管 図9に示す形状・寸法のほうけい酸ガラス製のもの。
備考 JIS K 2839に規定する図116のものがこれに相当する。

図9 試験管

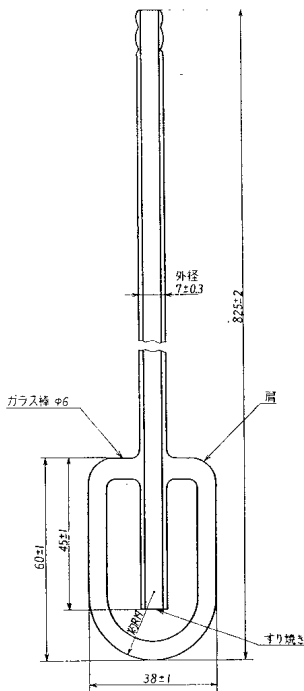
単位 mm



- (b) 酸素吹込管 図10に示す形状・寸法のほうけい酸ガラス製のもの。
備考 JIS K 2839に規定する図117のものがこれに相当する。

図10 酸素吹込管

単位 mm

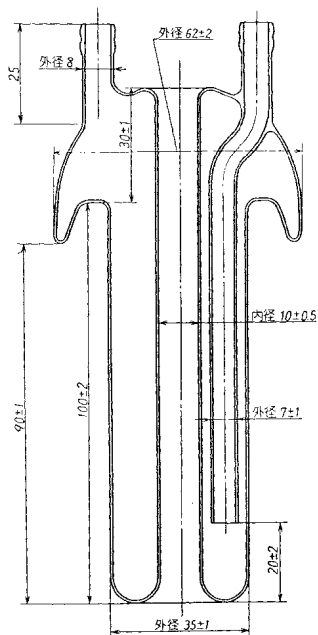


(e) 凝縮器 図11に示す形状・寸法のほうけい酸ガラス製のもの。

備考 JIS K 2839に規定する図118のものがこれに相当する。

図11 凝縮器

単位 mm



(3) 流量計 酸素の流量を3 L/hに調節できるもので、 ± 0.1 L/hの精度をもつもの。

(4) 温度計

(a) 恒温槽用 JIS B 7110に規定する温度計番号46 (TOS) のもの。

(b) 試料用 表5に規定するもの。

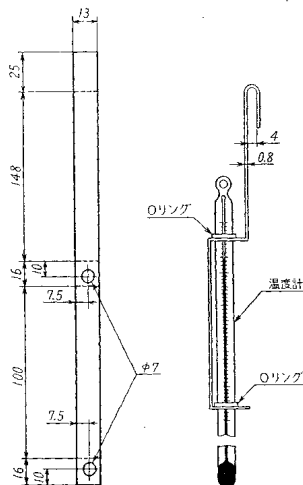
表5 試料用温度計

目盛範囲 $^{\circ}\text{C}$	80~100
試験温度 $^{\circ}\text{C}$	95.0
浸没 mm	76
目盛 $^{\circ}\text{C}$	0.1
全長 mm	250
直径 mm	6.0~7.0

- (5) 試料用温度計保持具 図12に示す構造・寸法のステンレス鋼 (SUS304) 製のもので、温度計を内径約5 mmのふっ素ゴム製Oリングで取り付けられるもの。

図12 試料用温度計保持具

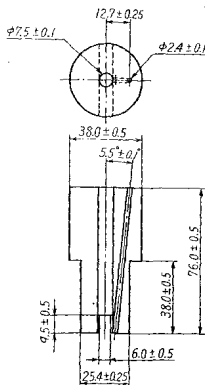
単位 mm



- (6) シリンジ 容量10 mL (酸化油採取用) 及び50 mL (水添加用) のガラス製のもので、ロック形連結部を備えたもの。
- (7) 酸化油抜取管 外径2.0 mm、長さ 610 ± 2 mmのステンレス鋼管 (SUS304) で、先端を90°に仕上げ、他端にはロック形連結部を備え、酸化油採取時及び水補充時にはシリンジに連結でき、通常は四ふっ化エチレン樹脂又は塩化ふっ化ビニル樹脂製栓ができるもの。
- 備考 酸化油抜取管の栓には、赤外分光分析計用固定セルの栓 (JIS K 0117参照) を用いるとよい。
- (8) 酸化油抜取管保持具 図13に示す構造・寸法のメタクリル酸メチル樹脂製のもの。

図13 酸化油抜取管保持具

単位 mm



- (9) スペーサ 長さ51 ± 1 mm、内径約3 mmのプラスチック管(塩化ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン又は四ふっ化エチレン樹脂製)で、酸化油抜取管保持具の上に酸化油抜取管の端を支えるのに用いる。

5.2.2 触媒、その他の試験材料

(1) 触媒

- (a) 銅 焼なまし処理をした低不純物銅線で、直径1.60 mmのもの^(*)。

注^(*) 次のような成分のものを用いる。

C : 0.10 質量%以下

Mn : 0.30 ~ 0.50 質量%

P : 0.040 質量%以下

S : 0.050 質量%以下

備考 JIS G 3505に規定するSWRM6又はSWRM8を線材として製造されたJIS G 3532に規定するSWM-A(なまし鉄線)で、直径1.60 mmのものが適切である。

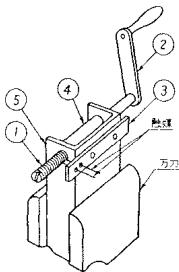
- (b) 銅 純度99.99 %以上の電解銅線で、直径が1.60 mmのもの。

備考 JIS C 3102に規定する直径1.60 mmのものが適切である。

- (2) 触媒巻線器 図14に示す構造・寸法のもの。

图14 触媒卷線器 (一例)

單位 mm



部品番号	材質
①	黄銅
②	鋼(ただし、取っ手は木製)
③	黄銅
④	黄銅(管)
⑤	溝形鋼

