

〈熱測定応用研究の頁〉

TG法によるエンジン油蒸
発損失量の測定Determination of Engine Oil Evaporative
Loss by a TG Method

神保幹夫

1. はじめに

最近における自動車燃料経済の向上と、その排気ガスの低減の必要性のために、低温下にて良好な潤滑機能を保持し、その上、蒸発性の低いエンジン油の開発改良が引続いて要求されている。そのため、北米自動車製造業界は、自動車技術者協会(SAE)の粘度等級による5W-30油¹⁾を軽用ガソリン自動車油として、その使用を指定推薦している。

このエンジン油の低粘度化への傾向は、その蒸発損失量に関して、新たな品質管理の問題を提起する。最近の米国石油協会(API)のSG部類油²⁾の保障使用耐性項目にも、エンジン油許容蒸発損失量の規定がなく、それは、エンジン製造各社によって規定される様になって来ている。

ところで、エンジン油蒸発特性の評価法には、ASTMとかその他の測定法があるが、フォード社は、西独で開発されたノアック法(NOACK法³⁾)を、1985年に新車エンジン油許容蒸発量の測定法として世界的に採用⁴⁾した。例えば、フォード社のノアック法による5W-30と10W-30油の最高許容蒸発量は、それぞれ、25%と20%である。

1987年に多少改良されたノアックの“ルツボ蒸留”測定法は、欧州のCEC⁵⁾によって、統一エンジン油蒸発損失量の暫定測定法として採用された。しかし、その試料油量(65±0.1g)は依然として多く、測定時間(1h, 250°C)も比較的長い。その上、測定装置の組み立てと、実験条件の制御が簡易でなく、系統的誤差と測定者への依存度が高いという欠点がある。

TG法は、英国のIP⁶⁾によっても提案されているが、

Ford Motor Company, Scientific Research Laboratories,
P. O. Box 2053
Dearborn, Michigan 48121 U. S. A.

各種熱天秤の試料熱電対による試料温度の直接的検定が難しく、TG測定装置間の正確さの再現性が良くないと考えられる。ここでは、各種熱天秤に应用可能な、間接的標準試料温度検定による、エンジン油の相対的蒸発量の測定法を既報⁷⁾にもとづいて述べる。

2. 実験方法

2.1 TG測定装置の標準検定

標準試料の取扱いを容易にするため、一度80°Cで溶融した後、室温で固化したテトラコサン(純度98+)の細片所定量(12-14mg)を、あらかじめデュボン社製951型熱天秤にて対重した径6mm、深さ1.5mmのアルミパンに採取する。試料アルミパンは、Fig. 1に示す様に、扁平底にした白金製バスケットの中央に水

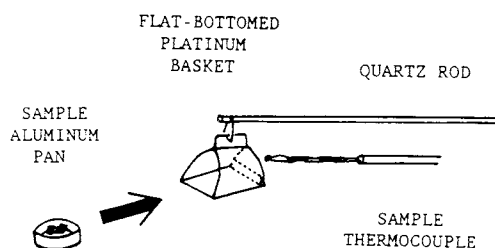


Fig. 1 Placement of TG sample aluminum pan in the platinum basket.

平に置く。

標準試料を精秤後、初温度(25±2°C)から最高温度X・200-205°C迄、25°C/minの昇温速度にて加熱、最高温度(X±1.5°C)にて30分間保つ。雰囲気は空気で、その通気量Y(95-105ml/min)はY±2 ml/minに制御する。

2.2 エンジン油のTG測定

所定試料油(12-14mg; 約15μl)を上記アルミパンに採取する。測定条件は標準試料による装置検定条件と同じく、また、試料熱電対の位置、試料アルミパンの白金製バスケット内の位置、白金製バスケットの形状等も標準検定条件と同じに保つ。

3. 結果の考察

既採用のノアック法の代替法として、それに対応するエンジン油蒸発量をTG法によって得るのと、間接的試料温度の検定のため、本法は、標準検定物質の30%減量点時間における未知試料油の減量値をもって、そのエンジン油蒸発損失量とした。

TG 測定装置の検定標準物質の選択のために、一連の高級脂肪族飽和炭化水素(C₂₀—C₃₀)の酸化雰囲気下での TG 曲線を得た。その一例を Fig. 2 に示す。同じ TG 条件下で得た種々のエンジン油と上記炭化水素の蒸発減量曲線を比較して、一定加熱時間内にて、広範囲な直線蒸発減量性と、適度な減量度を示す、テトラコサンが装置検定標準物質として選択された。

エンジン油の相対蒸発損失量の測定過程を Fig. 3 に示す。二つの 5W-30油の TG 測定値は19.4と5.9%であり、それに対するノック法の値は、それぞれ、20.3と6.2%であった。提案した TG 法は、標準検定物質の30%減量時間を基礎とするため、測定装置の標準検定後、未知試料油の測定条件は標準検定条件と同じく保つことが必要である。特に、試料熱電対の位置に変動のないこと、試料上流部にての雰囲気ガス洩

れのないこと等を注意したい。

三つの 5W-30油の残溜試料量と加熱温度の関係を図. 4 に示す。この関係は最高恒温継続温度の精度の良否の判断に供することが出来る。本法での、5W-30油について求めた相関標準偏差値は4.1% (n = 8) であった。

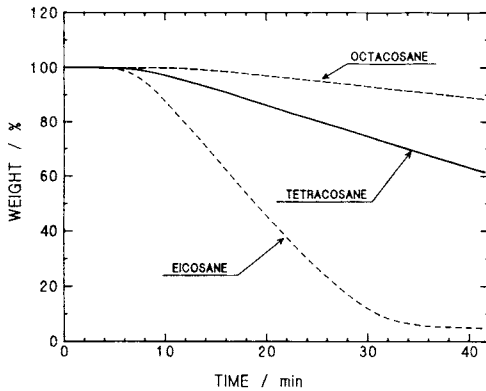


Fig. 2 TG curves of eicosane, tetracosane, and octacosane obtained under a TG system standardization condition.

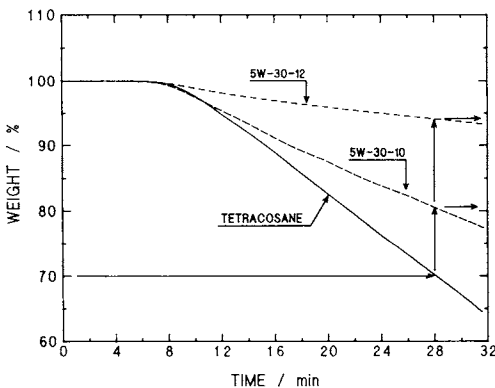


Fig. 3 Determination of the relative evaporative loss of two SEA 5W-30 oils.

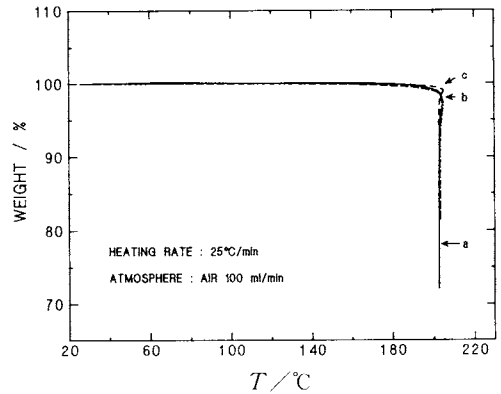


Fig. 4 TG heating profiles obtained for three SAE 5W-30 oils.

4. おわりに

本法によるエンジン油蒸発量の測定は、既用のノック法に比して、少量の試料にて精度の高い測定値が得られ、また、その代替法として十分満足に使用できる。その上、一定温度に於ける一定時間後の蒸発量のみならず、エンジン油の加熱重量変化曲線より、個々のエンジン油の蒸発特性の情報も得られる。

文 献

- 1) J300 SEP80-SAE Viscosity Grades for Engine Oils, effective March 1982.
- 2) J183 Gasoline Engine Oil Categories : API Engine Service SG Description, March 1988.
- 3) DIN 51581, Prüfung von Schmierstoffen : Bestimmung des Verdampfungsverlustes von Schmierölen nach Noack, January 1958.
- 4) Ford Engineering Material Specifications, Initial Fill : WSE-M2C 901-A1 for SAE 5W-30, -A2 for SAE 10W-30, and -A3 for SAE 15W-30, December 1985.
- 5) Co-ordinating European Council for the Development of Performance Tests for Lubricants

- and Engine Fuels (CEC) L 40-T-87, Noack
Evaporative tester : Evaporation Loss of Lu-
bricating Oils, 1988.
- 6) Institute of Petroleum (IP) Proposed Method,
Volatility of Automotive Lubricating Oils by
Thermogravimetry, IP Book, 1988.
- 7) M. Zinbo, L.M. Skewes, *Thermochim. Acta* **154**,
367 (1989).