

润滑油导热系数测定法

Standard test method for thermal conductivity of lubricating oil

2022 – 10 – 12 发布

2022 – 11 – 12 实施

陕西省市场监督管理局

发布

目 次

前言.....II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 原理..... 1

5 仪器设备..... 2

6 试剂与材料..... 4

7 试样..... 4

8 测试准备..... 4

9 试验步骤..... 4

10 数据处理..... 5

11 重复性..... 6

12 试验报告..... 6

附录 A（规范性）热线几何尺寸测量、标定..... 7

附录 B（资料性）理想导热段的选取..... 9

附录 C（资料性）甲苯、无水乙醇、纯水导热系数..... 10

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由西安交通大学中国西部质量科学与技术研究院提出。

本文件由陕西省工业和信息化厅归口。

本文件起草单位：西安交通大学中国西部质量科学与技术研究院、中国石油兰州润滑油研究开发中心、陕西省计量科学研究院、华北电力大学（保定）、西安夏溪电子科技有限公司。

本文件主要起草人：吴江涛、高建民、孟现阳、张晓露、王会娟、李晓静、付文强、王鹏、高辉。

本文件由西安交通大学中国西部质量科学与技术研究院负责解释。

本文件首次发布。

联系信息如下：

单位：中国西部质量科学与技术研究院

电话：029-82666875

地址：西安市咸宁西路28号

邮编：710049

润滑油导热系数测定法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作，本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了采用瞬态热线法测定润滑油产品导热系数的方法。

本文件适用于导热系数在 $0.05 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \sim 1.0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 之间且在测定条件下为均相的润滑油产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

导热系数 thermal conductivity

单位时间内在单位温度梯度下沿热流方向通过材料单位面积传递的热量，单位为 $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 或 $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

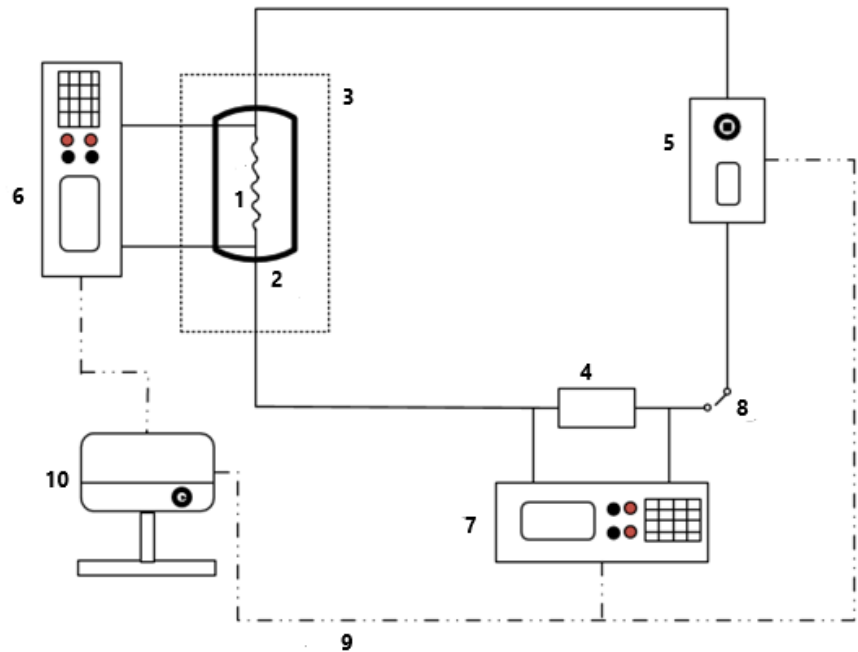
4 原理

瞬态热线法的测定原理是将一根细金属丝置于待测液体中，等其有待测液体达到热平衡后，对金属丝施加恒定功率加热，金属丝的温度很快升高，其电阻随之不断增大；此过程最初阶段的热量传递是金属丝向周围的液体通过热传导作用实现的，因此热量传递的快慢与液体的导热系数有关，通过记录金属丝电阻随时间的变化，可知金属丝温度随时间的变化关系，通过计算得到待测液体的导热系数。

5 仪器设备

5.1 测定系统

测定系统组成如图1所示，主要包括测定装置、电源、电阻、采集模块、恒温系统、电脑等。



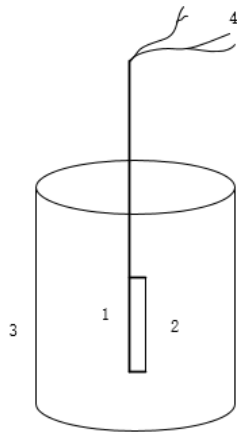
- 标引序号说明：
- 1——热线；
 - 2——样品容器；
 - 3——恒温系统；
 - 4——标准电阻；
 - 5——电源；
 - 6——采集模块 1；
 - 7——采集模块 2；
 - 8——开关系统；
 - 9——数据采集线；
 - 10——数据采集电脑。

注：压力控制系统和采集系统可根据实际需求进行配套。

图1 测定系统示意图

5.2 测定装置

测定装置主要包括热线、支撑杆、容器腔等，如图2所示。



标引序号说明：

- 1——支撑杆；
- 2——热线；
- 3——容器腔；
- 4——外部引线。

图2 测定装置示意图

5.2.1 热线

5.2.1.1 热线材料电阻温度关系线性度好，宜选用铂丝、钨丝等，直径一般在 $5\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ ，长度在 $30\ \text{mm}\sim 100\ \text{mm}$ ，长径比 ≥ 200 。

5.2.1.2 热线几何尺寸的测量、电阻-温度关系式的标定应符合附录 A。

5.2.2 支撑杆

支撑杆宜选用和热线具有相近膨胀系数的材料。

5.3 标准电阻

标准阻值为 $5\ \Omega\sim 10\ \Omega$ ，等级为0.02级。

5.4 数据采集系统

5.4.1 采集模块 1 测量热线两端的电压。

5.4.2 采集模块 2 测量标准电阻两端的电压。

5.4.3 采集模块的分辨率不低于六位半，采集速率不低于 30 次/秒。

5.5 电源

采用可调式稳定电源，在测量过程中输出值的变化应小于0.1%。

5.6 恒温系统

温度波动度需满足不确定度 $0.02\text{ }^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$ 。

注：压力控制和测量系统需根据实际需要自行配置。

5.7 测试仪表

本文件规定的测试仪表和测量方法是最低限度的要求，并不限制使用其他等同或更高精度的仪表和方法。测试仪表应在检定周期内使用。

6 试剂与材料

6.1 清洗试剂

石油醚、无水乙醇、丙酮或其他常用清洗试剂，分析纯。

警示：石油醚易挥发和着火，蒸汽与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。其蒸汽或雾对眼睛、粘膜和呼吸道有刺激性；无水乙醇易燃，具有刺激性；丙酮极度易燃，可导致闪燃，易挥发，易制毒。

6.2 标准试剂

甲苯（分析纯），无水乙醇（分析纯）、纯水（符合GB/T 6682—2008中二级水的要求）。

警示：易燃，远离热源、火花和开放火焰。蒸汽有害。甲苯有毒，应特别注意，防止呼吸到蒸汽和保护眼睛。盛放甲苯的容器应当保持密闭。使用时保证通风。应避免皮肤与其长期和反复接触。

7 试样

7.1 取有代表性样品测试。样品应干净纯净、不能含有颗粒等杂质。

7.2 防止样品中任何挥发组分的损失，应尽可能在同一容器中进行样品的吸取、转移和存放。

7.3 注入测定装置前，通过震动、搅拌使样品充分混合均匀。

7.4 为防止样品吸潮，样品暴露在空气中的时间应尽可能短，使用完毕后，对样品进行密封保存。

8 测试准备

8.1 仪器清洗

8.1.1 清洁试剂对测定装置内部清洗2~3次。

8.1.2 待测试样润洗测定装置3次。

8.2 仪器检查

采用标准试剂对测定装置进行检查，参考附录C进行数据对比，偏差不超过 $\pm 3\%$ 。

9 试验步骤

9.1 将试样注入测定装置，试样液面没过热线2 cm以上。

9.2 调节恒温系统到测定温度，等待温度达到后，稳定15 min以上。

注：如需加压测试，等温度达到后，即可调节加压系统到实验所需压力值，等待温度和压力值达到平衡。

- 9.3 不同压力导热系数测量时，压力控制精度不低于±0.25 % FS。
- 9.4 利用采集系统进行数据采集。
- 9.5 连续测量三次，每次间隔 3 min 以上，测量结果取其平均值。

10 数据处理

10.1 热线电阻的计算按公式（1）进行。

$$R_l = \frac{U_l R_{st}}{U_{st}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 R_l ——热线电阻阻值，单位为欧姆（Ω）；
 R_{st} ——标准电阻阻值，单位为欧姆（Ω）；
 U_l ——热线两端的电压，单位为伏特(V)；
 U_{st} ——标准电阻两端的电压，单位为伏特(V)。

10.2 根据标定的热线电阻和温度的关系式，将热线电阻随时间的变化转化为热线温升 ΔT_{exp} 随时间的变化（保证实验数据点在 100 个以上）。

10.3 以 ΔT_{exp} 为纵坐标，时间的对数 $\ln t$ 为横坐标，绘制实验曲线，热线的加热过程分为：热线自身物性影响段、理想导热段和自然对流段。在理想段时，实验过程最接近瞬态热线法的实验模型，从曲线中可以看出这一段内 $\Delta T_{exp}-\ln t$ 基本呈直线关系。

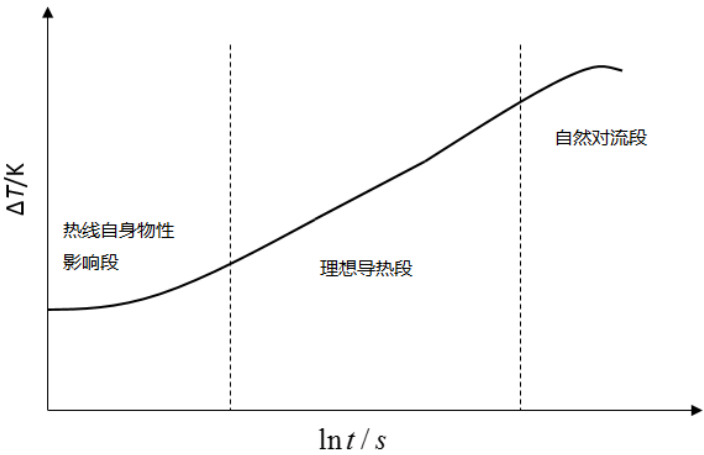


图3 实验数据曲线图

10.4 在 $\Delta T_{exp}-\ln t$ 曲线中，计算出理想导热段的斜率（参见附录 B），根据公式（2）、（3）计算得到试样的导热系数。

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \bigg/ \frac{d(\Delta T_{id})}{d(\ln t)} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

λ ——试样导热系数, 单位为瓦每米每开尔文 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$);

ΔT_{id} ——导热过程阶段的热线温升, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);

q ——单位长度热线加热功率, 单位为瓦特每米 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}$);

t ——加热时间, 单位为秒 (s);

其中 q 的计算见公式 (3)。

$$q = \frac{U_1 I}{L} = \frac{U_1 U_{st}}{L R_{st}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

q ——单位长度热线加热功率, 单位为瓦特每米 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}$);

U_1 ——热线两端的电压, 单位为伏特 (V);

I ——热线两端的电流, 单位为安培 (A);

L ——电压表两端接线点间热线的长度, 单位为米 (m);

U_{st} ——标准电阻两端的电压, 单位为伏 (V);

R_{st} ——标准电阻阻值, 单位为欧姆 (Ω)。

10.5 测定结果对应的温度按照公式 (4) 确定。

$$T_{\text{实}} = T_0 + \frac{1}{2} \Delta T_{id} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$T_{\text{实}}$ ——实验温度, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);

T_0 ——热线未加热前样品的平衡温度, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);

ΔT_{id} ——导热过程阶段的热线温升, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$)。

11 重复性

同一操作者, 在同一实验室, 使用同一仪器, 按照相同方法, 对同一试样连续测得的三个试验结果最大的差值不超过 $0.0029 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。

12 试验报告

试验报告应该包括以下内容:

- b) 报告编号;
- c) 检测依据;
- d) 样品信息 (包括产品名称、规格型号、生产厂家等);
- e) 测定仪器信息;
- f) 试验条件;
- g) 试验结果;
- h) 测定单位的相关信息, 包括人员、时间和地点。

附 录 A
(规范性)
热线几何尺寸测量、标定

A. 1 热线

A. 1. 1 热线的几何尺寸测量

热线的几何尺寸包括长度和直径两个参数，长度测量误差优于±0.05 mm，直径测量准确误差优于±1 μm。

A. 1. 2 热线电阻-温度关系式标定

A. 1. 3 实验开始前应标定热线的电阻-温度关系式。

A. 1. 4 在实验所需的温度范围内选取5个~10个温度点进行关系式标定，热线的阻值采用六位半数字万用表记录，恒温系统的稳定时间要长一些，一般在1 h以上，使热线和恒温系统达到充分的热平衡，判断的标准是数字多用表测量的电阻值是否稳定在某个值附近波动，一般热线电阻值在20 min内的变化量不超过±0.001 Ω。

A. 1. 5 将记录的温度及其对应的热线电阻值拟合为如下的二次多项式：

$$R_1 = A + BT + CT^2 \dots\dots\dots (A. 1)$$

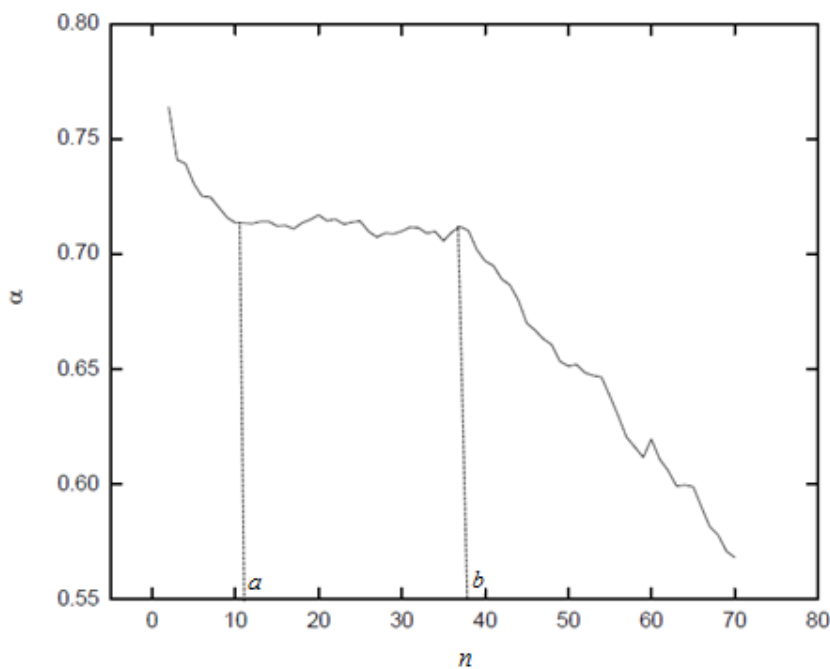
- 式中：
- R₁——热线电阻，单位为欧姆（Ω）；
 - T——温度，单位为摄氏度（℃）；
 - A——二次多项式的常数项；
 - B——二次多项式的一次项系数；
 - C——二次多项式的二次项系数。

附录 B
(资料性)
理想导热段的选取

B.1 理想导热段的选取

B.1.1 实验数据处理的关键是如何选取 $\Delta T_{\text{exp}}-\ln t$ 曲线图上的直线段，该段数据不仅是可得到斜率值的数据，也可得到导热系数的参考温度。

B.1.2 如何判断理想导热段的起始点和结束点，可参考以下方法：拟合斜率系列曲线图结合 $\Delta T_{\text{exp}}-\ln t$ 图法。其基本思想是：如果温升曲线是直线，那么其一阶导数为水平线、二阶导数为零。具体方法如下：首先绘制 $\Delta T_{\text{exp}}-\ln t$ 曲线，然后对该曲线进行分段拟合，每次取 N 个点进行拟合，从而得到一系列斜率值 $\alpha_1、\alpha_2、\alpha_3、\dots$ 。得到此系列斜率值后，绘制 α 值与点数 n 的曲线图，此时 $\alpha-n$ 曲线是一条接近水平线的曲线。



图B.1 一次系列斜率曲线图

B.1.3 从图（B.2）中可以看出开始时斜率值较大，这反映了热线开始阶段通电产生的热量主要用于加热自身，开始点在 a 点左右，而从 b 点开始，曲线开始振荡加剧，偏离水平线，此时可认为理想加热段已经结束，因此由该图可以很直观的看出开始点和结束点。

B.1.4 在取得合适的直线段后，对所选的整体直线段拟合，根据最小二乘法进行线性拟合可得到理想导热段直线的斜率，代入公式（2）即可求得导热系数结果。

附 录 C

(资料性)

甲苯、无水乙醇、纯水导热系数

C.1 甲苯导热系数

甲苯导热系数见表C.1。

表C.1 甲苯导热系数

λ 单位 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

P/MPa $T/^{\circ}\text{C}$	0.1	1	3	5	10	15	20
-30	0.1452	0.1454	0.1459	0.1463	0.1475	0.1487	0.1498
-20	0.1426	0.1428	0.1433	0.1439	0.1451	0.1463	0.1475
-10	0.1399	0.1402	0.1408	0.1413	0.1426	0.1439	0.1452
0	0.1373	0.1375	0.1381	0.1387	0.1401	0.1415	0.1428
10	0.1345	0.1348	0.1354	0.1360	0.1375	0.1390	0.1404
20	0.1318	0.1321	0.1327	0.1334	0.1350	0.1365	0.1380
30	0.1290	0.1293	0.1300	0.1307	0.1324	0.1340	0.1355
40	0.1262	0.1266	0.1273	0.1280	0.1297	0.1314	0.1330
50	0.1235	0.1238	0.1246	0.1253	0.1271	0.1289	0.1306
60	0.1207	0.1211	0.1219	0.1227	0.1246	0.1264	0.1282
70	0.1180	0.1184	0.1192	0.1200	0.1220	0.1239	0.1257
80	0.1153	0.1157	0.1165	0.1174	0.1195	0.1214	0.1233
90	0.1126	0.1130	0.1139	0.1148	0.1170	0.1190	0.1210
100	0.1100	0.1104	0.1113	0.1123	0.1145	0.1166	0.1187
110	0.1074	0.1078	0.1088	0.1098	0.1121	0.1143	0.1164
120	—	0.1053	0.1064	0.1074	0.1098	0.1121	0.1142
注：此数据来源于REFPROP10.0							

C.2 无水乙醇导热系数

无水乙醇导热系数见表C.2。

表C.2 无水乙醇导热系数

		λ 单位W·m ⁻¹ ·K ⁻¹					
P/MPa $T/^{\circ}\text{C}$	0.1	1	3	5	10	15	20
-30	0.1773	0.1777	0.1787	0.1797	0.1821	0.1844	0.1868
-20	0.1742	0.1747	0.1757	0.1767	0.1791	0.1814	0.1837
-10	0.1715	0.1719	0.1729	0.1739	0.1763	0.1787	0.1811
0	0.1689	0.1694	0.1704	0.1714	0.1738	0.1762	0.1786
10	0.1666	0.1671	0.1681	0.1691	0.1716	0.1740	0.1763
20	0.1645	0.1650	0.1660	0.1670	0.1695	0.1719	0.1743
30	0.1625	0.1630	0.1640	0.1651	0.1676	0.1700	0.1724
40	0.1607	0.1612	0.1622	0.1632	0.1658	0.1682	0.1706
50	0.1590	0.1594	0.1605	0.1615	0.1641	0.1666	0.1690
60	0.1573	0.1578	0.1588	0.1599	0.1625	0.1650	0.1674
70	0.1557	0.1562	0.1573	0.1583	0.1609	0.1635	0.1659
80	—	0.1546	0.1557	0.1568	0.1594	0.1620	0.1645
90	—	0.1530	0.1541	0.1552	0.1579	0.1605	0.1630
100	—	0.1514	0.1526	0.1537	0.1564	0.1591	0.1616
110	—	0.1498	0.1510	0.1521	0.1549	0.1576	0.1602
120	—	0.1481	0.1494	0.1505	0.1534	0.1561	0.1588
注：此数据来源于REFPROP10.0							

C.3 纯水导热系数

纯水导热系数见表C.3。

表C.3 纯水导热系数

λ 单位 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

P/MPa $T/^{\circ}\text{C}$	0.1	1	3	5	10	15	20
10	0.5788	0.5794	0.5807	0.5820	0.5851	0.5882	0.5913
20	0.5980	0.5985	0.5997	0.6009	0.6037	0.6066	0.6093
30	0.6144	0.6149	0.6160	0.6171	0.6198	0.6224	0.6250
40	0.6285	0.6290	0.6300	0.6311	0.6337	0.6363	0.6388
50	0.6406	0.6411	0.6421	0.6432	0.6457	0.6483	0.6508
60	0.6510	0.6515	0.6525	0.6536	0.6561	0.6587	0.6612
70	0.6598	0.6602	0.6613	0.6623	0.6649	0.6675	0.6701
80	0.6670	0.6675	0.6686	0.6696	0.6723	0.6749	0.6775
90	0.6728	0.6733	0.6744	0.6755	0.6782	0.6809	0.6836
100	—	0.6777	0.6789	0.6800	0.6828	0.6856	0.6883
110	—	0.6809	0.6820	0.6832	0.6861	0.6890	0.6918
120	—	0.6827	0.6839	0.6852	0.6882	0.6911	0.6941
注：此数据来源于REFPROP10.0							