

国外石油产品试验方法选编

(二)



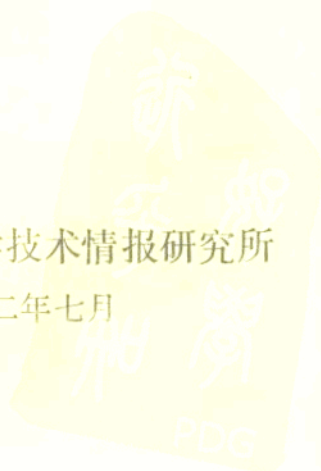
学(北京)

626

-2

石油工业部科学技术情报研究所

一九八二年七月



TE 626
003-2

31919



为了配合各炼油厂在石油产品质量上赶上国际水平，曾于《油气加工情报资料》1980年第2期出版了《国外石油产品规格指标及实际质量》汇编本，其中涉及石油产品共六十七类。为了便于开展工作，建立有关试验方法，现将至今尚未翻译出版的相应国外试验方法汇编成两册，第一册包括燃料油品、石蜡、沥青等有关性能试验方法；第二册包括各种润滑油及石油焦有关性能试验方法。此汇编本未列入的试验方法可查找《美国润滑油标准试验方法选编》、《IP石油及其产品标准分析和试验方法(一)》和《国外石油产品标准方法选编》。

参加本资料翻译工作的有石油一厂、石油五厂、石油六厂、兰州炼油厂、上海炼油厂、杭州炼油厂、胜利炼油厂、茂名石油公司、玉门炼油厂、抚顺石油研究所和石油化工科学研究院等单位，由石油化工科学研究院校核。

由于时间仓促和水平有限，本资料有错误之处希读者批评指正。



200425218



目 录

ASTM D2269-73	用紫外吸收法评价白色矿物油的标准方法	(1)
ASTM D2273-67	润滑油的微量沉淀物	(3)
ASTM D2602-75	用冷起动模拟机测定发动机油在低温下的表观粘度的 标准试验方法	(6)
ASTM D2711-74	润滑油抗乳化性能标准试验方法	(12)
Fed-Std-791B-2504	齿轮润滑油的热氧化安定性	(23)
Fed-Std-791B-3451.3	润滑油的安定性(工作因素)	(27)
Fed-Std-791B-5308	轻质油品的腐蚀及氧化安定性测定法(金属片法)	(31)
BS 2626:1975附录B	游离水的爆声试验	(34)
DIN 51352第1部分	润滑油老化特性的测定——通空气老化后 康氏残炭增量	(35)
DIN 51352第2部分	润滑油老化特性的测定——通空气并有三氧化二铁 存在下老化后的康氏残炭	(39)
DIN 51551	康拉逊残炭的测定(成焦倾向)	(41)
DIN 51593	冷冻机油稳定性的测定——菲利浦法	(45)
DIN 51595	沥青质含量的测定——正庚烷沉淀法	(49)
ГОСТ 20944-75	航空液压液热氧化安定性和腐蚀性的测定方法	(53)
ГОСТ 22898-78	低硫石油焦技术条件(试验方法部分)	(58)

用紫外吸收法评价白色矿物油 的标准方法

ASTM D2269-73

(1978年再批准)

1. 范围

1.1 本方法叙述了检验和评价NF级和USP级白色矿物油的过程。(译者注——NF为美国国家处方集; USP为美国药典。)

1.2 本方法不适用于含有能溶于二甲基亚砷的添加剂使能显示萤光或减弱萤光的油。

2. 方法概述

2.1 油样经二甲基亚砷萃取, 然后在260~350毫微米的范围内测定该萃取液的紫外消光值。并将该消光值与一个萘标准液的消光值进行比较。

3. 定义

3.1 有关吸收光谱学的术语和符号可参见ASTM定义E131关于分子光谱学的术语和符号。为了方便起见, 现将与本方法有关的术语和符号简述如下:

3.1.1 透光率T: 通过矿物油萃取液池的光线强度与通过溶剂参照物池光线强度之比。

注: 在本方法中 $T = 10^{-abc}$

即 $-\log_{10} T = abc = A$

3.1.2 消光值A: 透光率T的倒数的以10为底的对数。以符号表示即为:

$$A = \log_{10} \left(\frac{1}{T} \right) = -\log_{10} T$$

3.1.3 样品的光程长度b, 以厘米表示。

3.1.4 浓度c: 在单位数量的溶液中所含样品的量。本方法中以克/升表示。

3.1.5 消光率a: 消光值除以样品的光程长度和浓度的乘积, 即:

$$a = A/bc$$

4. 仪器

4.1 分光光度计: 可装光程为1厘米的液体样品池。该仪器在290毫微米左右的光谱范围用1毫微米或更小的频带宽度测定消光值时, 在平均消光值为0.4时应具有±1.0%或更好的重复性。

注1: 本方法所用的试验分光光度计的推荐方法可参见ASTM推荐方法E275——分光光度计的描述和测量性能。

4.2 水晶样品池：2只，具有 1.00 ± 0.005 厘米或更高精度的光程长度。

4.3 分液漏斗：带玻璃塞，容量125毫升，配有聚四氟乙烯-碳氟化合物旋塞或其它适当的旋塞，以不污染所使用的溶剂。

5. 试剂和材料

5.1 溶剂

5.1.1 标准己烷：纯级，当在1厘米样品池中测量时，小至260毫微米的紫外光消光值不超过0.02。其纯度应使6.3节规定的“溶剂参照物”和水对比的消光值曲线不显示外来杂质峰，并在260至350毫微米的任何波长时其消光值不超过二甲基亚砷和水对比的消光值。

注2：合适的异辛烷及用商业原料制备分光光度计溶剂的方法可参见ASTM D1017——用紫外分光光度计测试在 250°F (121.1°C)下的苯和甲苯以及轻质石油产品。

5.1.2 异辛烷：用作分光光度计的溶剂(注2)。

5.1.3 二甲基亚砷：用作分光光度计的溶剂(注3)。纯级，清浄，水白色，含99.9%二甲基亚砷，熔点 18.5°C 。当用光程为1厘米的样品池时，与水对比的消光值曲线在264毫微米处不超过1.0，波长范围大至350毫微米不出现外来杂质峰。

注3：此溶剂可通过一个内装40目活性炭的4英尺(1.2米)高的CAL12型柱进行提纯。柱直径1英寸(25毫米)，底部直径 $\frac{1}{4}$ 英寸(6.4毫米)，顶部有一个贮液容器。柱底铺玻璃毛，它的上面放 $\frac{1}{2}$ 英寸(13毫米)厚的25~200或100~200目的硅胶，然后用活性炭填满柱子，将分光光度计溶剂倒入贮液容器，并在大气压力作用下渗透通过活性炭。提纯后的溶剂在柱底部收集，并贮存在带玻璃塞的瓶内，因为它非常容易吸水，在有空气存在下会与某些金属容器发生反应。

5.2 萘：国家标准局材料号N0577或相同纯度的材料。

5.3 标准参比溶液：每升提纯异辛烷中含有7.0毫克萘的溶液。

5.4 标准参比光谱图：通过在260~350毫微米范围对标准参比溶液进行扫描与和制备该标准液所用异辛烷具有同样光学纯度的异辛烷对比所得的消光值曲线。

5.5 标准参比消光值：标准参比光谱图在275毫微米处的消光值。

注4：此消光值接近0.30。

6. 步骤

6.1 取25毫升矿物油和25毫升己烷，置于一分液漏斗中混合。加入5.0毫升二甲基亚砷后用力摇动至少1分钟。静置直至下层澄清。

6.2 把下层液体移至一分液漏斗，加入2毫升己烷，将此混合物剧烈摇动。静置直至下层澄清。将此下层液体放入1厘米样品池，此液称为“矿物油萃取液”。

6.3 将5.0毫升二甲基亚砷加入装有25毫升己烷的分液漏斗中，用力摇动至少1分钟，静置直至下层澄清。将此下层液体放入1厘米样品池，此液称为“溶剂参照物”。

6.4 在260~350毫微米范围内测定矿物油萃取液和溶剂参照物对比的消光值。

7. 抑制剂含量校正

7.1 如果有足够数量和样品中所含抑制剂相同的抑制剂，并有足够含抑制剂的样品以配制调合物的话，则由抑制剂引起的消光值的校正可按下述方法进行。被加至含抑制样品的外加抑制剂的浓度应等于含抑制剂样品中的抑制剂浓度。

注5：抑制剂含量通常以磅/千桶表示。 $1 \text{ 磅/千桶} \times 0.00285 = 1 \text{ 克/升}$ 。例如，3磅/1000桶 $\times$

0.00285 = 0.00855克/升。

7.2 在一个容量瓶中称取至少50毫克的抑制剂，加入含抑制剂样品至所需体积并彻底混合。必要时再用含抑制剂样品进行稀释，直至达到加抑制剂所要求的浓度。

7.3 按ASTM D2269方法试验含抑制剂的原始样品，并贴上“试验A”标签。

7.4 按ASTM D2269方法试验含已知量外加添加剂的调合物，并贴上“试验B”标签。

7.5 按下式计算在相应光谱位置“试验A”和“试验B”的消光值之差：

$$\Delta A = A_b - A_a$$

式中： ΔA = 在给定光谱位置上的消光值之差；

A_b = “试验B”在同一光谱位置的消光值；

A_a = “试验A”在同一光谱位置的消光值。

7.5.1 按下式校正每一光谱位置的消光值：

$$A_c = A_a - \Delta A$$

式中： A_c = 每一光谱位置的校正消光值。

7.6 在“试验A”光谱图上标出由于加入抑制剂而增加及减少波长的拐点。

7.6.1 画一条和连接该两点的曲线相切的基线。

7.6.2 顺着基线读出每一光谱位置的消光值 A_a 。

7.7 比较每一位置上的 A_a 和 A_c 。如果 A_c 小于 A_a ，则说明原始样品的抑制剂含量少于加入量。

7.8 用 A_c 和 A_a 中较大的消光值在260~350毫微米范围内与溶剂参照物进行对比。

8. 报告

8.1 报告在所要求的波长上矿物油萃取液和溶剂参照物的消光值之差。

9. 精确度

9.1 应用下列标准判断结果的可接受性(可靠性95%)：

9.1.1 重复性：同一操作者所作的平行结果如差别大于0.014即应认为是可疑的。

9.1.2 再现性：由两个试验室交来的结果如差别大于0.044即应认为是可疑的。

9.2 这些准确数据是在275~280毫微米波长范围内测定消光值获得的。

(杭州炼油厂供稿，杨大芬校)

润滑油的微量沉淀物

ASTM D2273-67

(1977年再批准)

1. 范围

1.1 本方法适用于测定润滑油的微量沉淀物(小于0.5%体积)。由于用所规定的溶剂沉淀出来的油溶性物质不作为测量沉淀物的一部分，所以本方法不适用于油溶性沉淀物会

2. 定义

3. 仪器

旋转头的转速计算如下:

$$\text{rpm} = 265\sqrt{\text{rcf}/d}$$

式中:

rcf = 相对离心力;

d = 旋转状态下相对两根试管顶端间的距离，即旋转直径，英寸。

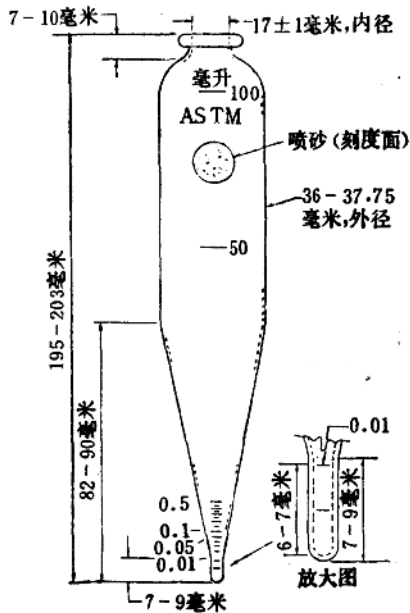


图 1 微量沉淀物离心管

3.2 离心管:锥形尺寸按图1要求,用完全退火玻璃制成。标刻度按图1所示,要清晰、明显,管口形状应能配上一个能密闭的塞子。刻度误差允许值和各标定刻度间的最小分度见表2,用再蒸馏过的水银标定到0.30毫升,余下的刻度均用蒸馏水在20℃进行标定。

4. 试剂

4.1.1 注意：石脑油是一种易燃的液体。须放置在通风良好的地方，远离明火和火源。建议使用时用防护手套和防护眼镜。

注 1: 使用前, 石脑油应不含可能会影响最终试验读数的任何外来物质。为此目的, 在使用前可用微孔漏斗进行过滤, 或用离心机分离几次并使之澄清。

5. 试样

5.1 试样应能完全代表被试材料。试验所用的部分试样应能完全代表试样本身。这就要求试样须经剧烈搅动后才可倒入离心管。本测定方法要获得有代表性的试样是困难很大的, 因此对采样的重要性不能过分强调。

表 1 各种旋转直径的离心机旋转速度

旋 转 直 径 英 寸 (毫 米)	相对离心力为 600 时的 旋 转 速 度 转/分	相对离心力为 700 时的 旋 转 速 度 转/分
19 (483)	1490	1610
20 (508)	1450	1570
21 (533)	1420	1530
22 (559)	1390	1500

表 2 微量沉淀管标定误差

范 围 毫 升	最 小 刻 度 分 值 毫 升	刻度误差, 毫升 不大于
0~0.01	0.005	0.001~0.01
0.01~0.05	0.01	0.005
0.05~0.15	0.05	0.01
0.15~0.30	0.05	0.02
0.30~0.50	0.05	0.03
0.50~50	无	1.0
50~100	无	1.0

表 3 石 脑 油 的 要 求

项 目	要 求	ASTM
比重度, 60°F, API度	70~73	D287
苯胺点	136~140°F (58~60°C)	D611
初馏点, 不小于	122°F (50°C)	D86
50%点	158~176°F (70~80°C)	D86
终馏点, 不大于	266°F (130°C)	D86

6. 步骤

6.1 在室温下, 分别在两个洁净、干燥的离心管中量取50毫升的沉淀石脑油 (见4.1.1注意和注1)。然后往每个管内注入油样到100毫升刻度, 用一个以一层能防止石油产品浸蚀的塑料薄膜裹住的木塞紧紧盖住 (不用橡皮塞子)。仔细地摇荡试样使其能完全混合, 然后将每个管子至少颠倒20次, 在每次颠倒时要让液体从管子尖端流下来。如果液体流不下

来,轻轻地用手掌敲打颠倒的管子使液体从管子的尖端流下来。将管子放在90~95°F (32~35°C)的水浴中停留5分钟。打开塞子一会儿,以解除内部压力。每个管子按上述要求至少再颠倒20次。本方法是否成功在很大程度上取决于能否完全均相混合,在颠倒管子时混合物应尽可能完全地从管子尖端流下来。

6.2 将两个(或一对)配有耳轴杯的离心管平衡至均重,把它们放在离心头两端相对的位置上。然后以足以使离心管尖端产生600~700相对离心力(见3.1节)的速度旋转管子10分钟。旋转10分钟结束后,小心地倾析混合物,使沉淀物留在管中。在每个管子中再分别注入50毫升石脑油,然后再注入油样到100毫升刻度。用塞子盖紧管子,按6.1节所述进行颠倒、加热、再颠倒。将管子放在离心机内按上述方法旋转10分钟,再重复旋转10分钟,直至每个管内沉淀物的体积连续读三次均为一恒定数值为止。低沉淀值的油样一般不多于四次旋转。记下每个管内沉淀物的最终读数。

7. 计算

7.1 将两个试样管的最终沉淀物读数取平均值,得到每100毫升油样的沉淀物体积。报告的结果要准确至0.001%。

8. 精确度

8.1 下列标准将用来判断结果的可靠性(95%置信率)。

8.1.1 同一操作者的平行结果之间的差值,大于以下数值则被认为是可疑的:

沉淀物, %	重复性
0.000~0.002	0.001
0.003~0.005	0.001
0.006~0.01	0.002

8.1.2 由两个试验室所得的结果之间的差值,大于以下数值则被认为是可疑的:

沉淀物, %	再现性
0.000~0.002	0.001
0.003~0.005	0.002
0.006~0.01	0.003

(杨大芬译)

用冷起动模拟机测定发动机油在低温下的表观粘度的标准试验方法

ASTM D2602-75^①

1. 范围

1.1 本方法适用于实验室在0°F (-17.8°C)和高剪切率条件下测定发动机油的表观

注①: 注4是1977年8月加入的, 注5是1978年8月加入的。

粘度。测定结果与发动机油的发动机起动特性有对应关系（注1、2和3）。

注1：建立本方法时研究协调委员会（CRC）所用试油的粘度范围在 0°F （ -17.8°C ）时为600～8400厘泊，在 -20°F （ -28.9°C ）时为2000～20000厘泊（毫帕·秒）。本方法的精密数据仅以 0°F （ -17.8°C ）时的数据为根据。

注2：用本方法测定的表观粘度和用研究协调委员会L-49试验测定的发动机起动性能之间的详细对应关系见D2602-67T方法的附录I和II。也可参阅CRC报告№409（可向Coordinating Research Council, Inc., 30 Rockefeller Plaza, New York, N.Y. 10020索取）。必须指出，CRC L-49试验远不如本方法标准化和精确。因此，尽管用本方法所得到的表观粘度值与发动机起动性能平均结果之间的相互关系是满意的，但并不能准确地预测个别发动机的发动机起动粘度。

注3：由于发展本方法只是为了用于了解发动机油与发动机起动特性之间的关系，因此所得到的表观粘度值不得用来预测其它性能。例如，本方法不适用于预测发动机油在低温下流入摇臂轴承或发动机其它部位的流率。

注4：汽车工程师学会（SAE）已经批准在用冷起动模拟机测定发动机油表观粘度时用 -18°C 代替 -17.78°C 的规格，已于1977年起生效。本方法中凡是出现 0°F （ -17.78°C ）的地方都可用 -18°C 代替。有关校准的第7节必须在 -18°C 下进行，包括传感器的校准（7.4节）和用已在 -18°C 下标定过的标准油对粘度测定元件的校准在内。有关精确度的第11节也适用于在 -18°C 下进行测定。

2. 方法概述

2.1 用一个交直流两用电动机驱动一个装在定子内的转子，转子与定子紧密配合。将少量发动机油试样装在转子和定子间的空间内，转子和定子的温度维持在 0°F （ -17.78°C ）。转子的转速是油品粘度的函数。由校准曲线及在试验条件下测得的转子在油中的转速，可确定油样的粘度。

3. 定义

3.1 粘度：油品所承受的剪应力和剪切率的比值。它有时被称为动力粘度系数。此系数是液体流动阻力的度量。在国际单位制中，粘度单位是帕·秒，实际使用毫帕·秒更方便。习惯上用的是厘泊，即1毫帕·秒。

3.2 牛顿油或牛顿流体：在任何剪切率下显示为恒定粘度的油或流体。

3.3 非牛顿油或非牛顿流体：随剪应力或剪切率的改变，其粘度也显示变化的油或流体。

3.4 表观粘度：在所述方法下测得的粘度。由于在低温下许多发动机油是非牛顿油，所以其表观粘度会随剪切率的不同而改变。

3.5 密度：单位体积的质量。在爱尔兰标准中，密度单位是公斤/米³，但在实际使用中用较小的单位更方便些，通常用克/厘米³，即10³公斤/米³。

3.6 运动粘度：液体粘度和密度的比值。它是在重力作用下液体流动阻力的度量。在爱尔兰标准中，运动粘度的单位是米²/秒，实际使用中用较小的单位（毫米²/秒）更方便些，通常用厘沲，即1毫米²/秒。

3.7 校准油：用来确定仪器所反映的表观粘度和速度的参考关系曲线的油，试验油样的表观粘度就由由此曲线确定。校准油基本上是牛顿液体，其粘度范围在 0°F （ -17.8°C ）时为550～9600厘泊（毫帕·秒），在 -20°F （ -28.9°C ）时为2000～23000厘泊（毫帕·秒）。

3.8 试验油样：用所述试验方法测定表观粘度的任何油。

4. 仪器

4.1 冷起动模拟机：由一台交直流两用马达驱动装在一个定子中的一个转子，有一转速计指示转子的转速，见图 1。

4.2 经过校准的热敏电阻、热电偶或其它温度敏感元件：插在靠近定子内表面的测试部位，以测定试验温度。

4.3 循环系统：用以供给定子适当的液体冷却剂，并为使冷却剂维持在所需温度提供适当的手段。

注 5：适用于 0°F 及 -20°F (-17.8°C 及 -28.9°C) 的冷却剂是甲醇。它在高湿度条件下易吸水，因此必须定期更换。在操作条件下，冷却剂温度一般要比测定粘度的温度低 20°F (11°C)。使用甲醇的操作者必须注意甲醇毒性及易燃性的预防措施。如果甲醇从循环系统泄漏出来，应立即停止操作，修好泄漏点后才能进行试验。

5. 参比材料

5.1 校准油：为已知运动粘度及密度的低浊点矿物油。将运动粘度乘以密度就可算出以厘泊（毫帕·秒）为单位的规定粘度。校准油在 0°F 及 -20°F (-17.8°C 及 -28.9°C) 下的大致粘度见表 1，准确的粘度值是随同每一种标定油样品提供的。

6. 取样

6.1 为了获得有效的结果，必须取得有代表性的试验油样，其中不得含有悬浮固体物质和水。如果容器中油样温度低于室内露点温度，则在打开容器前应使其加温至室内温度。

7. 校准

7.1 至少用五种粘度在 0°F (-17.8°C) 时为 550~9600 厘泊（毫帕·秒）试验范围的校准油，按 8.1 至 8.5 节（注 5）所述步骤测定每种校准油的转速计读数。如果在 0°F (-17.8°C) 下为 550 厘泊（毫帕·秒）的校准油得到的转速计读数不在满刻度的 0.95 左右，则应调节马达的输入，使转速计达到此读数。这时转速计发电机上的插头应插入有“CAL”标记的插口中（此操作是要确保用 550 厘泊牛顿油时的转子转速约为 930 转/分）。

注 6：如果需要测定的试验油样的粘度范围很窄，则可以只用 3 种校准油（试验油样的粘度范围应在这三种校准油粘度范围之内）。

7.2 在对数座标纸上以转速计读数为横座标，以标定油粘度为纵座标记录各点，并将其连成一条平滑的曲线。应极其小心地按各记录点来描绘此曲线，画得不好的曲线会导致极大的误差。典型的曲线见图 2。

7.2.1 在一定粘度范围内的校准值可以很好地用下式表示：

$$\eta = \frac{b_0}{N} + b_1 + b_2 N$$

式中： b_0 、 b_1 、 b_2 为至少用三种校准油确定的常数，

N 为转速计读数。

7.3 定期用校准油进行校准，以肯定在校准中没有过大的变化。过大的变化是指超出此试验重复性限度以外的值。

7.4 定期检查温度敏感元件的校准。

8. 操作步骤

8.1 对每组样品进行测定时都要制定校准曲线（见第 7 节）。在测定任何一组样品以前，

至少用一种校准油进行测定以对仪器作全面检查。其它校准油可插在试验油样之间进行测定以检查操作。

8.2 模拟机的马达可采用：(1)恒定的交流电压或(2)恒定的直流电流。在后一种情况下，应有一个与模拟机马达并联的分流电阻，以使所得速度-粘度关系曲线与用交流电时所得大致相同。然而，当用交流电操作时，马达转子速度在60赫芝下为136转/分（50赫芝下为114转/分）（相当于粘度范围4500~7000厘泊）时会出现同步运转情况而使粘度偏离10%；在上述频率的倍量情况下，则在校准曲线上也会出现一些很小的不连续区。因此，当预计表观粘度为4500~7000厘泊（毫帕·秒）时，建议马达采用直流电。

8.3 在低温情况下，试验油样在冷起动模拟机中会呈现出不同的性状，因此有必要改变操作步骤。某些粘弹性油样在转子开始转动后会盘旋移向转子轴。如果油样从剪切区爬出来，则转子的转速将明显增加。对于不表现这种性状的油样，可采用8.4节所述操作步骤。8.5节所述操作步骤既可用于粘弹性油样，也可用于非粘弹性油样；然而，8.5节比8.4节要在更短的时间间隔内进行更多的操作。由于两种操作步骤得到的校准曲线会稍有不同，故校准油必须和试验油样采用同样的操作步骤进行测定。

8.4 试验油样（用眼滴管滴入5毫升）应充满转子和定子之间的全部空隙，其油面应漫过转子并使整个油杯中充满油样。用手转动转子，以保证转子和定子的表面全部被油样浸润。

注7：某些SAE 20W油在室温下的粘度大得难以流入转子和定子之间的环形空隙。对于在室温下运动粘度超过80厘泊（毫米²/秒）的油样，可在注入粘度测定元件之前先进行加温，但温度不得超过122°F（50°C）。

8.4.1 打开温度控制开关并使冷却剂循环，使定子冷却。记录冷却剂开始循环的时间（用停表或其它以秒为单位的计时手段）。温度的控制要求在30~60秒内达到0°F（-17.8°C）的试验温度，在60~90秒内达到-20°F（-28.9°C）的试验温度。冷却剂循环180秒后启动转子。

8.4.2 对用交流电的马达，使输入电压调整在校准电压的0.2伏范围内。

注8：对用直流电的马达，电流是自动控制的，在开始时用550厘泊（毫帕·秒）的油调整至使转速计读数达到满刻度的0.95左右以后，就不需要再调整了。

8.4.3 马达启动后立即注意转速计的指针偏动情况。如果指针升起后又迅速回落至低于最高读数5%的位置，则表明在剪切区内有残余的溶剂。这种转速计偏动的反常现象在温度控制不好时也会发生（在温度表上也可显示出来），这在大多数情况下是由于热敏电阻和定子测温部位的热接触不良所致。停止运转。取出油样并按8.7节所述进行清洗。用新油样从8.2节步骤起重新开始操作。

8.4.4 转子启动后60±5秒记录转速计读数，读数准确至0.001个单位。关掉马达及冷却剂循环开关。

8.5 另一种既适用于粘弹性试验油样又适用于非粘弹性油样的操作步骤（见8.3节）如下：

8.5.1 用移液管（眼滴管）将试验油样注入油样接受管，使油样充满转子和定子之间的空隙，油面漫过转子约1毫米。用手转动转子，以确保转子和定子的表面能完全被油浸润，最后加入的那部分试验油样能流经转子的边侧。

8.5.2 用装油管所用的真空系统使油样抽出。再按8.5.1节重新装入试验油样。

8.5.3 打开温度控制开关并使冷却剂循环,使定子冷却。温度的控制要求在30~60秒内达到0°F(-17.8°C)的试验温度,在60~90秒内达到-20°F(-28.9°C)的试验温度。为了确保最佳的温度控制,冷却剂循环器上阀门系统的调节应在下述条件下进行,即在粘度测定元件中装N17L油样,启动模拟机马达控制冷却剂流量,到达粘度测定元件的冷却剂温度应比试验温度约低20°F(10°C)。温度敏感元件和定子测温部位的热接触必须良好。测温部位必须定期清洗,小汞滴要更换。

8.5.3.1 温度控制应调节为稍低于试验温度,这样当启动转子后(8.5.5),就不用再调节温度即可达到试验温度了。

8.5.4 达到试验温度后(由温度指示表及冷却剂流量闭环控制可看出)启动计时器。计时器启动 10 ± 2 秒后再往油杯中直接加入一些油样,使油杯完全装满。

8.5.5 计时器启动 30 ± 2 秒后启动转子。

8.5.5.1 马达用交流电时,使输入电压调节在校准电压的0.2伏范围内。

8.5.6 转子启动后 10 ± 2 秒,记录转速计读数,读数准确至0.001个单位。关掉马达及冷却剂循环开关。

8.6 按下下述步骤清洗冷启动模拟机。

8.6.1 将一真空软管(带有捕集器)接至注入管上正常插入注入器或滴管的位置。

8.6.2 在转子-定子组合体上倒足够的热(约65°C),使其升温至高于室温。倒热水可用一种容器,如烧杯。另一种更方便的方法是设一个高位热水容器,用带阀及喷嘴的虹吸管将水注入定子穴内。

8.6.2.1 清洗时也可用温热的(30~40°C)甲醇代替冷却剂进行循环。使热甲醇维持循环直至8.6.3节操作完成为止。

8.6.3 先用石脑油后用丙酮清洗该组合体(因这时溶剂易燃,使用时要小心),再利用真空系统使组合体干燥。必须注意丙酮的蒸发冷却不得使组合体的温度降至露点以下。最后进行真空干燥时要用手动转动转子几转,以确保转子和定子之间的空隙被清洗干净。

9. 计算

9.1 由转速计读数(8.5节)及校准曲线(7.1节)可得出试样在0°F(-17.8°F)时的表观粘度。

10. 报告

10.1 报告按第9节方法所确定的表观粘度,即0°F(-17.8°C)时的厘泊(毫帕·秒)数。因为读粘度值时用的是对数座标,应采用下述内插法规定:

粘度, 厘泊(毫帕·秒)	报告结果准确至, 厘泊(毫帕·秒)
3000以下	10
3000~6000	50
6000以上	100

11. 精确度

11.1 应采用下列标准来判断结果的可靠性(95%置信率);

11.2 重复性:同一操作者两次测定结果的比值不大于1.06(较大值除以较小值)。这种要求与下述要求大致相同;

11.2.1 同一操作者两次测定结果的差值不大于平均值的6%。

11.3 再现性：两个不同的试验室所得测定结果的比值不大于1.12（较大值除以较小值）。这种要求与下述要求大致相同：

11.3.1 两个不同的试验室所得测定结果的差值不大于平均值的12%。

注9：如果是为仲裁目的而作的粘度测定，则每个试验室应测定两次，以避免偶然差错。

表 1 校 准 油

校 准 油	大 致 的 粘 度 规 定 范 围① 厘泊（毫帕·秒）	
	0°F (-17.8°C)	-20°F (-28.9°C)
N17L	550	2000
N26L	1200	4800
N38L	2400	10000
N56L	4800	23000
N69L	7200	
N81L	9600	

① 具体粘度值要询问供应者。

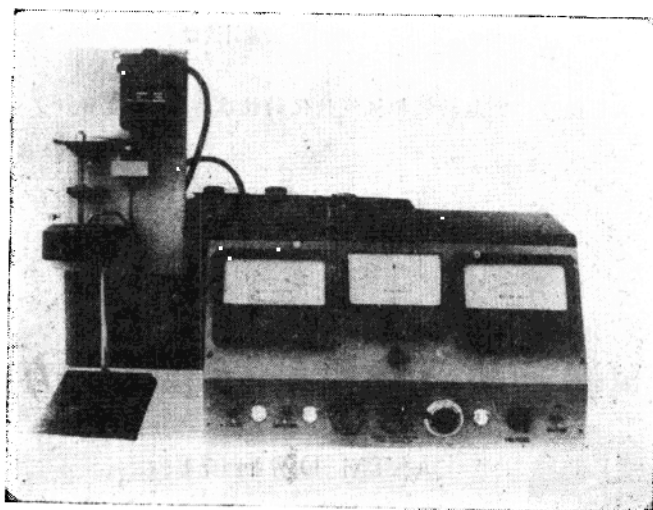


图 1 冷起动模拟机

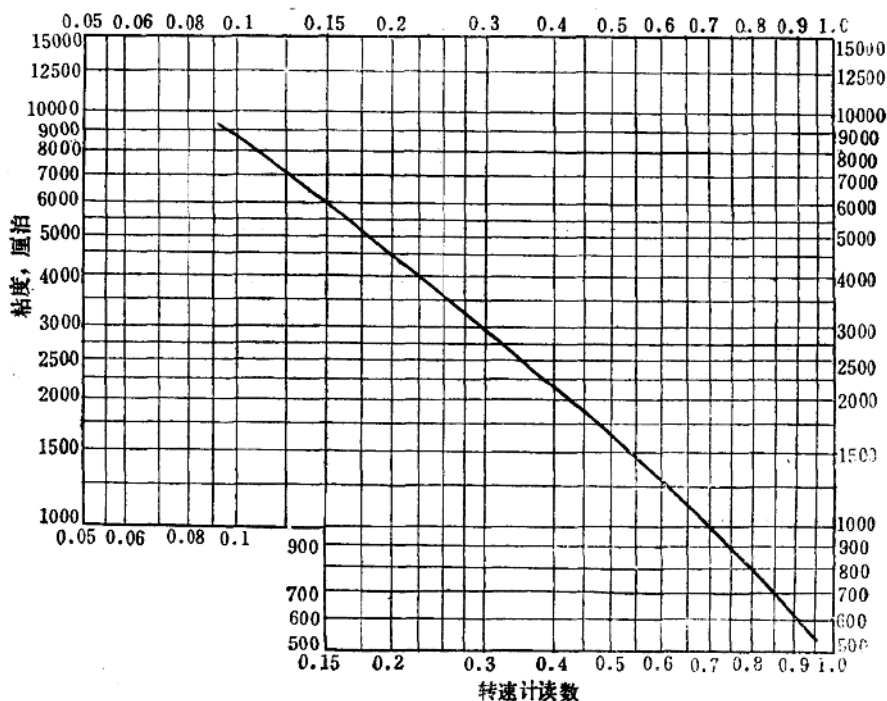


图 2 冷起动模拟机线性化的校准曲线(温度 0 °F)

(石油五厂供稿, 孙念泽校)

润滑油抗乳化性能标准试验方法

ASTM D2711-74

(1979年再批准)

1. 范围

1.1 本方法适用于测量油和水互相分离的能力。它规定用于试验中、高粘度的润滑油。

2. 引用文件

2.1 ASTM标准:

D96 原油中水和沉淀物的测定法。

D1193 试剂水规格。

D1796 原油和燃料油中水和沉淀物的离心测定法。

3.方法概述

3.1 在有刻度的专用分液漏斗中加入405毫升油样和45毫升蒸馏水,在 $82^{\circ}\text{C}(180^{\circ}\text{F})$ 下搅拌5分钟。搅拌后静置5小时,然后测量并记录从油中分离出来的水和乳化液的体积以及油的含水百分数。

3.2 为了评定含有极压添加剂的油品,已由L技术分部XI室对本方法试验步骤进行了修改,该方法见附录X 2。

4.意义

4.1 本试验对易受水污染的和可能遇到泵送及循环湍流而产生油包水型乳化液的润滑油抗乳化性能的测定具有指导意义。

5.仪器

5.1 搅拌器:由图1及图2所示部件构成。

5.2 有刻度的专用分液漏斗:如图3所示。

5.3 加热浴:其大小及深度应至少能浸入两个分液漏斗,并使加热浴液体能浸到分液漏斗500毫升刻度的标记处。此加热浴应能保持 $82\pm 1^{\circ}\text{C}(180\pm 2^{\circ}\text{F})$,其装备应能牢靠地夹住分液漏斗,并在油、水混合时能使分液漏斗的垂直中心线与搅拌器的垂直轴线相吻合。

5.4 离心机:如D96方法A和D1796方法所述。

5.5 离心管:长形,8英寸(203毫米),如D96和D1796方法图1所示。

6.材料

6.1 清洗溶剂:1,1,1-三氯乙烷(注意:吸入或口服是有害的,刺激眼睛,高浓度能引起昏厥或死亡,见附件A1.1),用以清洗搅拌器。

6.2 水:II型试剂级水,符合D1193规格。

7.仪器的准备

7.1 用清洗溶剂清洗带刻度的量筒以清除任何油膜(或液膜),接着先用丙酮洗(危险:极易燃的丙酮蒸汽能引起闪火,见附件A1.2),再用自来水洗。把量筒浸入铬酸洗液中。再先用自来水后用非仲裁试剂水彻底漂洗。

7.2 反复把搅拌器垂直地浸入清洗溶剂(6.1节),同时使搅拌器高速运转,以清洗搅拌器,再进行空气干燥,使溶剂在使用前挥发。

8.操作步骤

8.1 将加热浴中的液体加热至 $82\pm 1^{\circ}\text{C}(180\pm 2^{\circ}\text{F})$,并在整个试验过程中保持此温度。

8.2 在室温下量取油样,直接倒入分液漏斗至405毫升体积处。将分液漏斗及油放在恒温浴中,使其温度达到 82°C 。在室温下量取45毫升蒸馏水加至油中,然后把搅拌器浸入油内,仔细地将搅拌器放在适当的位置,其步骤如下:将搅拌器往下放到碰上分液漏斗的底部,然后提升1英寸(25毫米)。确保搅拌器垂直轴线与分液漏斗垂直中心线相吻合。在25~30秒时间内慢慢地将搅拌器马达转速升到 4500 ± 500 转/分,包括起动时间在内共运

转 5 分钟。然后将搅拌器从油-水混合物中取出,但不要完全从分液漏斗中取出。让搅拌器滴液 5 分钟后再把搅拌器从分液漏斗中取出并进行清洗。

8.3 停止搅拌 5 小时后,从分液漏斗中心油-水混合物液面以下 2 英寸(51毫米)处用 50 毫升移液管取 50 毫升样品。将移液管中的样品排到离心管中,用 D96 或 D1796 方法测定样品中的水含量,将结果记录为“油中水的百分数”。将小于 0.5% 的水含量记录为“痕迹”。

8.4 在为“油中水的百分数”取样后,立即从加热浴中取出分液漏斗,并将从油-水混合物中分离出来的游离水全部排至一 50 毫升带刻度的量筒内。让此水冷却至室温,测量并记录其体积。

8.5 从分液漏斗中除去游离水后,用虹吸管小心地使液体从分液漏斗上部排出(任何时候虹吸管的末端都不要伸到距液面 20 毫米以下),直到分液漏斗中的液体体积留下 100 毫升、液面降至 100 毫升刻度标记为止。将余下的这 100 毫升液体(油、水及乳化液)直接排至一离心管中。

8.6 以 700 的相对离心力将此离心管及其内含物离心 10~15 分钟。记录由离心法分离出来的水和乳化液的体积。

9. 报告

9.1 记录用离心法分离出来的“油中水的百分数”、“游离水的总毫升数”(注 1)及“乳化液毫升数”。这些是确定润滑油抗乳化性能所必需的要素。

注 1:“游离水的总毫升数”是在 50 毫升带刻度的量筒中收集的游离水毫升数和用离心法分离出来的游离水毫升数的总和。

9.2 为了一致,对每个油样至少要进行四次测定。可按表 1 所示方式记录结果。

表 1	油 样 报 告 记 录						
分 液 漏 斗	1	2	3	4	平 均	高	低
油中水, %	0.5	0.5	0.5	0.8	0.6	0.8	0.5
游离水, 毫升							
漏斗中的水	30.0	30.0	28.0	31.5	—	—	—
离心后的水	2.2	1.7	3.0	1.5	—	—	—
总游离水, 毫升	32.2	31.7	31.0	33.0	32.0	33.0	31.0
乳化液, 毫升	0.4	0.4	0.3	0.3	0.4	0.4	0.3

10. 精确度

10.1 本精确度不采用 RR: D02-1007 所要求的试验室和样品的规范。应采用下述标准判断结果的可靠性(95%置信度)。此精确度建立在 7 个实验室对三种油(编号 1E、2E 及 5E)进行试验所得结果的基础上,仅适用于 37.8°C 粘度为 215.8~431.8 厘沲(1000~2000 赛氏通用秒)的油品。

10.1.1 重复性:同一操作者两次测定的平行结果的差值如大于下列数值,就认为是可