

前 言

本标准是等效采用欧洲协调委员会 CECL—40—T—87“润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)”对 SH/T 0059—91《润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)》进行修订。

CECL—40—T—87 与 SH/T 0059—91 在原理上相同,但称样量、试验温度、压力范围、试验时间的控制都更精密,方法的精密度更高。另外 CECL—40—T—87 还要求用参考油标定仪器,这样可确保试验结果有较高的精密度及较强的可比性。

本标准由中国石化大连石油化工公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位:中国石化大连石油化工公司。

本标准主要起草人:宿淑箴。

本标准首次发布于 1991 年 6 月。

润滑油蒸发损失测定法
(诺 亚 克 法)

代替 SH/T 0059—91

1 范围

本标准规定了使用诺亚克蒸发损失测定仪测定润滑油蒸发损失的方法。

本标准适用于润滑油和润滑油基础油。

2 引用标准

GB/T 514 石油产品试验用液体温度计技术条件

SH 0004 橡胶工业用溶剂油

注：除非在标准中另有明确规定，上述引用标准都应是现行有效标准。

3 术语

本标准采用下列术语。

蒸发损失 evaporation loss

试样在蒸发坩埚内加热并抽出恒定气流时试样的质量损失。

4 方法概要

试样于蒸发损失测定仪中，在 250℃ 和恒定的压力下加热 1h，蒸发出的油蒸气由空气携带出去。根据加热前后试样质量之差测定试样的蒸发损失。

5 仪器与材料

5.1 仪器

5.1.1 润滑油蒸发损失测定仪(见图 1)：用铝合金制成的加热装置。加热体由底部及四周的电加热器加热，并有绝缘及绝热层保护。总功率为 1.0 ~ 1.2kW，两组电加热器之间的功率差不应大于 0.15kW。在加热体的中央有一个放置蒸发坩埚的孔座，加热体中央孔座后面中心等距离的两个附加的孔，用于安放温度计及温度传感器。

加热体与蒸发坩埚、温度计及温度传感器之间的空间填充伍德合金。加热体中心孔座周围的两个螺钉，用于阻止蒸发坩埚浮起。

加热体加热到 250℃ 时必须显示适当的报警信号。

5.1.2 蒸发坩埚(见图 2)：由不锈钢制成，在支承环上刻有安装蒸发坩埚盖的螺纹。镀镍黄铜制成的蒸发坩埚盖通过一锥形法兰紧密地盖在蒸发坩埚上。蒸发坩埚盖上有三个淬火钢制成的透气孔。向下弯曲倾斜的吸气管用螺丝紧密地固定在盖的中心。

5.1.3 天平：感量 0.01g。

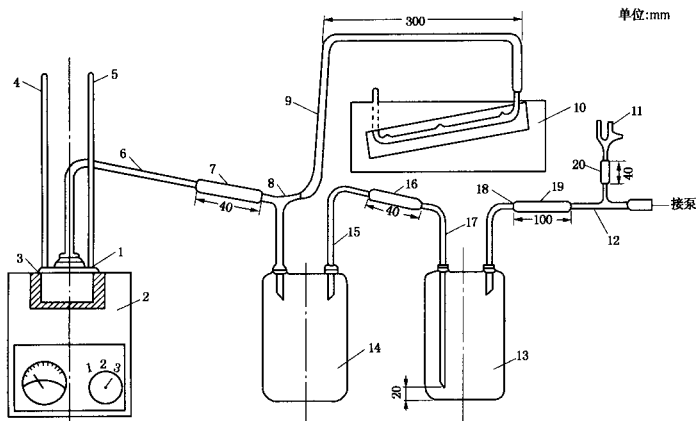
5.1.4 温度计：采用 M260(DIN 12785)技术要求，其测量范围为 40 ~ 260℃，分度值为 1℃，外径

为 $10\text{mm} \pm 0.5\text{mm}$ ，总长为 300mm ，浸入深度为 48mm ，或符合 GB/T 514 开口闪点用 1 号温度计技术条件。

5.1.5 斜管式压力计：能显示 $196\text{Pa} \pm 2\text{Pa}$ ($20\text{mmH}_2\text{O} \pm 0.2\text{mmH}_2\text{O}$) 压差，液体介质水。

5.1.6 真空泵：负压值能调整到 196Pa 的压差。

5.1.7 秒表：分度值为 0.2s 。



1—蒸发坩埚；2—加热体；3—伍德合金；4—温度计；5—温度传感器；6—坩埚盖上弯管；
7、9、16、19、20—橡胶管；8—Y型玻璃管；10—斜管式压力计；11—放气阀；12—T型玻璃管；
13、14—稳压瓶；15、17、18—玻璃管

图1 润滑油蒸发损失测定仪安装示意图

5.2 材料

5.2.1 Y型玻璃管：内径 4mm ，两段平向管各长 45mm ，其角度要求是当平向管与蒸发坩埚盖吸气管相连时应位于同一条直线上。竖向管长 60mm ，末端倾斜 45° 角。

5.2.2 玻璃管：内径 4mm ，进入瓶内的末端倾斜 45° 角。

5.2.2.1 臂长 100mm ，弯管角度大约 80° 。

5.2.2.2 臂长 100mm ，伸入瓶内长度距离瓶底 20mm ，弯管角度大约 100° 。

5.2.2.3 臂长 100mm ，弯管角度大约 90° 。

5.2.3 稳压瓶：2L 玻璃瓶两只，瓶口用橡胶塞连接进出管。

5.2.4 橡胶管：内径 4mm ，长 40mm 三根，长 300mm 一根，长 100mm 一根。

5.2.5 T型玻璃管：接放气阀。

5.2.6 绞刀：直径 2mm 。

5.2.7 球形滚珠：直径 3.5mm 。

5.2.8 坩埚扳手。

5.2.9 伍德合金：熔点约 60°C 。

5.2.10 细金刚砂粉：粒度 240。

5.2.11 仪器参考油：RL-172/2 (RL-N 参考油)。

注：加德士公司生产的仪器参考油蒸发损失范围为 $14\%(m/m) \sim 16\%(m/m)$ ，每一批仪器参考油都应提供明确的给定值。

5.2.12 溶剂油：符合 SH 0004 中合格品规格要求。

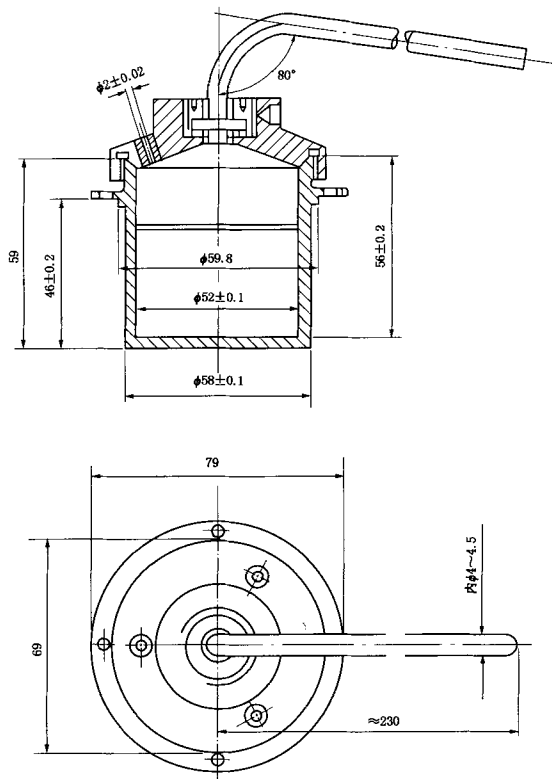


图 2 蒸发坩埚

6 准备工作

6.1 仪器的安装

6.1.1 按图 1 将仪器安装在避风处，油蒸气通过排放管引出室外。

6.1.2 在加热体的孔座和两个附加的孔里放入足够量的伍德合金，使蒸发坩埚和温度计放入后伍德合金充满空间。

6.1.3 启动电源开关，仪器开始加热，待伍德合金全部熔化后将温度计和温度传感器从加热体背面插入孔中，使其端部能触及孔底。

6.1.4 调节仪器微调控制旋钮，使温度保持在 $250^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.5 将一个空的蒸发坩埚放入加热体孔座中，拧紧周围的两个螺丝，以克服伍德合金的浮力并能从蒸发坩埚的法兰和加热体的顶部看到少许熔化的伍德合金。

6.1.6 用 40mm 长的橡胶管把吸气管与另一端 Y 型玻璃管对接起来。

6.1.7 将放气阀全部打开,启动真空泵,并慢慢关闭放气阀,用压力微调旋钮将吸气负压调整到 $196\text{Pa} \pm 2\text{Pa}$ 为止。

6.1.8 关闭真空泵,从加热体孔座中取出蒸发坩埚,粘在蒸发坩埚上的伍德合金用刷子清除干净,然后将伍德合金再放回加热体孔座中。

6.2 仪器标定

6.2.1 称量不带盖、清洁、干燥和无漆状物的蒸发坩埚,称精确至 0.01g 。

注:试验后,蒸发坩埚和蒸发坩埚盖应该用溶剂油完全清洗干净并干燥。坚硬的漆膜可浸入热的清洗溶剂中除去,或用浸湿过溶剂油的脱脂棉蘸细金刚砂粉轻轻磨掉。

6.2.2 在室温下,将 $65\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 仪器参考油注入蒸发坩埚,不带盖称量,称精确至 0.01g 。

6.2.3 用球形滚珠通过吸气管,以确保吸气管的清洁。

6.2.4 用绞刀穿过蒸发坩埚盖上的三个透气孔,使其确保 2mm 的孔径,然后用坩埚扳手将蒸发坩埚盖拧紧。

6.2.5 检查并调整斜管式压力计的水平,斜管位置及零点,使其保持正常状态。

注:斜管式压力计使用前必须清洗干净,试验中必须保持水柱流动自如,不挂壁。

6.2.6 将蒸发坩埚放入加热体孔座中,迅速转动蒸发坩埚,立即将吸气管用 40mm 长橡胶管与 Y 型玻璃管对接起来。按动测试开关,启动秒表和真空泵,拧紧加热体周围的固定螺丝。调节压力微调旋钮使压力逐渐达到 $196\text{Pa} \pm 2\text{Pa}$ ($20\text{mmHg} \pm 0.2\text{mmHg}$),并在整个试验中保持这一数值。

6.2.7 当加热体的温度达到低于试验温度 5°C 时,调整仪器微调旋钮,使温度在开始试验的 3min 内重新达到试验温度,并使试验温度恒定在 $250^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

6.2.8 试验刚开始时,要注意调整压力微调旋钮,使试验保持合适的压力。10~15min 内压力达到稳定后,周期性地检查,在整个试验过程中压力保持恒定。

6.2.9 试验时间为 $3600\text{s} \pm 5\text{s}$ 。试验结束关闭真空泵,卸下吸气管上的橡胶管,小心地取出蒸发坩埚,粘在蒸发坩埚上面的伍德合金用刷子清除干净,然后将伍德合金再放回加热体孔座中。把蒸发坩埚放入深度约为 30mm 的冷水中,30min 后从水中拿出蒸发坩埚,擦干蒸发坩埚外壁上的水分,小心地取下蒸发坩埚盖子后称重,称精确至 0.01g 。

6.2.10 试验全部结束后,关闭电源,并从伍德合金中提起温度计。清洗 Y 型管和玻璃管以防积聚冷凝物。

6.2.11 参考油蒸发损失的质量计算精确到 $0.1\%(m/m)$ 。

6.2.12 标定仪器的测试值与仪器参考油的给定值进行比较,如果在给定值 $\pm 6\%(m/m)$ 以内,则可用试样从 7.1 开始进行正式试验。

6.2.13 若测试值不在给定值的 $\pm 6\%(m/m)$ 以内,则检查仪器是否按图 1 所示安装、是否遵守试验步骤、温度计的校正情况及仪器是否密封。重新进行试验,直到符合要求。

7 试验步骤

7.1 在室温下将 $65\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 试样注入按 6.2.1 准备好的蒸发坩埚中,不带盖称量蒸发坩埚,称精确至 0.01g 。

7.2 按 6.2.3~6.2.9 所述步骤继续进行试验。

8 计算

试样蒸发损失 $X[\%(m/m)]$ 按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中： m_1 ——试验前试样的质量，g；

m_2 ——试验后试样的质量，g。

9 精密度(95%置信水平)

本精密度值是由 14 个实验室在 250℃ 下 1h 测得的试样蒸发损失为 10% (m/m) ~ 20% (m/m) 范围的试验结果，经统计试验而得到的。

9.1 重复性：同一操作者，同一台设备，在同一实验室，于短的间隔时间内得到的两个结果之间的差，应不大于 0.7% (m/m)。

9.2 再现性：不同实验室得到的两个结果之间的差，应不大于 1.3% (m/m)。

试验方法的分辨能力是两个物质之间的最小差异，它可以由不同实验室得到的每个样品的单个结果来检验。在 5% 显著水平下为：

$$\text{分辨能力} = 1.84 \times \text{再现性} = 2.4\% (m/m)$$

10 报告

试样在 250℃ 下，1h 的蒸发损失，报告精确到 0.1% (m/m)。
