

前 言

本标准等效采用美国材料与试验协会标准 **ASTM D5293—1998**《使用冷启动模拟机在-5~-30℃测定发动机油表观粘度的标准方法》，对 **GB/T 6538—1986(1991)**《发动机油表观粘度测定法(冷启动模拟机法)》进行了修订。

结合国情，本标准与 **ASTM D5293—1998** 的主要差异如下：

按照原标准的使用习惯，仍沿用原标准的名称《发动机油表观粘度测定法(冷启动模拟机法)》；未全部采用第 2 章中的引用标准；未采用第 6 章中图 1，图 2 和图 3。

根据 **ASTM D5293—1998** 对 **GB/T 6538—1986(1991)** 主要进行了如下修订：

增加了附录 A 作为标准的附录，提供了有关高粘弹性试样的测试程序；按照 **ASTM D5293—1998** 对精密度及结果的报告方式进行了修改；提供了自动仪器的操作步骤；对操作过程中可能接触到的有毒有害的试剂进行了注释；增加了第 5 章“意义和用途”；增加了第 8 章“告诫”。

本标准附录 A 为标准的附录。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由中国石油化工集团公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：北京燕山石油化工有限公司炼油事业部。

本标准主要起草人：郑 光、于铁柱。

本标准首次发布于 1986 年 6 月，1991 年曾复审确认。

中华人民共和国国家标准

发动机油表观粘度测定法 (冷启动模拟机法)

GB/T 6538—2000

代替 GB/T 6538—1986

Engine oils—Determination of apparent viscosity—Using the
cold-cranking simulator

1 范围

- 1.1 本标准规定了发动机油表观粘度的实验室测定方法。
- 1.2 本标准适用于测定发动机油在剪切应力约为 50 000~100 000 Pa, 剪切速率为 $10^5 \sim 10^4 \text{s}^{-1}$ 的条件下, $-5 \sim -30^\circ\text{C}$ 的表观粘度。测定范围为 500~10 000 mPa·s。其结果与发动机油的启动性能有关。
- 1.3 本标准提供了用冷启动模拟机测定发动机油表观粘度的手动和自动两种测定方法。
- 1.4 对于具有高粘弹性的试样, 可按附录 A 中给出的专用手动方法测定。
- 1.5 本标准中的数值采用国际单位制。
- 1.6 本标准并未阐述所有的安全问题。用户在使用本标准之前, 应建立适当的安全和防护措施并制定相应的制度。

2 引用标准

下列标准包含的条文, 通过引用而构成本标准的一部分, 除非在标准中另有明确规定, 下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 4756 石油液体手工取样法

3 方法概要

一个电子马达驱动一个与定子紧密配合的转子, 在转子和定子的空隙间充满试样, 通过调节流过定子的冷却剂流量来维持试验温度, 并在靠近定子内壁处测定这一温度。校正转子的转速使之作为粘度的函数。由校正的结果和转子的转速来确定试样的粘度。

4 术语

本标准采用下列术语。

4.1 牛顿油或牛顿液 Newtonian oil or fluid

在任何剪切速率下其粘度均为一恒定值的油或液体。

4.2 非牛顿油或非牛顿液体 non-Newtonian oil or fluid

粘度值随剪切应力或剪切速率的变化而改变的油或液体。

4.3 粘度 viscosity

在一定的应力下液体流动的内部阻力, 可以表示为:

$$\eta = \tau/\dot{\gamma} \dots\dots\dots(1)$$

式中: η ——粘度;

τ ——单位面积上的应力；

γ ——剪切速率。

注：有时称其为动力粘度系数。该系数用来衡量液体流动阻力的大小。在国际单位制中粘度的单位是帕斯卡·秒 ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)；在实际中，更方便通用的是毫帕斯卡·秒 ($\text{mPa}\cdot\text{s}$)，1 毫帕斯卡·秒 ($\text{mPa}\cdot\text{s}$) = 1 厘泊 (cP)。

4.4 表观粘度 apparent viscosity

应用本标准方法测定得到的粘度。

注：由于许多发动机油在低温条件下是非牛顿液体，其表观粘度会随剪切速率而变化。

4.5 校准油 calibration oils

具有已知粘度和粘温函数的油品，用于确定粘度与冷启动模拟机之间的校正关系。

4.6 试验油 test oil

使用本方法测定其表观粘度的任何油。

4.7 粘弹性油 viscoelastic oil

在转子转动时，会沿转子轴爬升的非牛顿油或非牛顿液。

5 意义和用途

5.1 汽车发动机油的冷启动模拟机 (CCS) 表观粘度与低温下发动机的启动性能有关。CCS 表观粘度不适合于预测发动机油泵和润滑油分配系统中润滑油的低温流动性。发动机启动性的数据是通过协调研究委员会 (CRC) L-49 试验使用一系列参考油测得的，该参考油在 -17.8°C 下的粘度介于 $600 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 和 $8\,400 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之间，在 -28.9°C 时的粘度在 $2\,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 和 $20\,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之间。这种发动机启动性试验结果与 CCS 表观粘度之间更为详细的关系在 1967 年版的 ASTM D2602 试验方法的附录 X1 和附录 X2 及 CRC 报告 409 中可以见到。因为 CRC L-49 试验远不如 CCS 程序精确和标准，所以 CCS 表观粘度无需精确地预测一个油品在特定的发动机中的启动性能。然而，CCS 表观粘度与平均的 L-49 发动机启动性试验结果基本吻合。

5.2 CCS 表观粘度与发动机启动性之间的关系是通过在 -1°C 到 -40°C 温度下对 17 个商品油的研究得出的。(这些油的 SAE 粘度等级分别为 5W, 10W, 15W 和 20W)。研究中同时评价了合成型与矿物型的润滑油产品。参见 ASTM STP 621。

6 仪器^{1]}

6.1 此试验方法有两类仪器可供使用：手动冷启动模拟机 (参见 6.2) 和自动冷启动模拟机 (参见 6.3 和 6.4)。

6.2 手动 CCS：包括一个驱动定子中转子的直流 (d-c) 电子马达；一个转子转速传感器或测定转子速度的转速计；一个直流安培计和微电流控制调节器；一个定子温度控制系统和一个与温度控制系统配合使用的冷却剂循环器。

6.3 自动 CCS：包括 6.2 中描述的 CCS，以及计算机，计算机接口和进样泵。由于采用新试样顶替原有试样的方法，故未采用甲醇 (或乙醇) 循环器。

6.4 全自动的 CCS：包括 6.3 中描述的 CCS，并带有在计算机控制下无须操作者参与就可以连续测定多达 30 个试样的自动试样台。

6.5 校正过的热电偶：置于定子内壁附近，用于测量试验温度。

6.6 制冷系统：为冷却剂提供冷量，使其温度低于试验温度至少 10°C 。最好使用机械制冷，但干冰制冷系统也可以取得满意的效果，CCS 与制冷机之间的连接管要尽可能的短，且要有良好的隔热措施。

采用说明：

1] 本标准未全部采用 ASTM D5293—1998 第 6 章中图 1, 图 2, 图 3。

6.6.1 温度探头与定子上的热偶插孔之间要有良好的传热性；定期清洗热偶插孔并更换一小滴含银的导热介质或水银。由于毒性的原因，一些试验室不允许使用水银；那么就只有使用含银的导热介质。冷却剂的温度应控制在至少低于试验温度 10℃。

6.6.1.1 在粘度池中放一个低粘度的试样并开启模拟机马达，然后调节安装在冷却系统上的阀门来确定使用干冰制冷系统的最佳温度控制效果。

6.7 冷却剂：无水甲醇（或乙醇）。如果在高湿度条件下使用而使甲醇（或乙醇）含水，就要用无水的甲醇（或乙醇）来替换，以确保温度控制的可靠，尤其是用干冰冷却时。

6.8 可选用的甲醇（或乙醇）循环器：使用该配件（仅对手动 CCS 而言）给定子提供热的甲醇（或乙醇）有利于试样的替换和溶剂的挥发。

7 试剂与材料

7.1 丙酮：分析纯。

注：丙酮为易燃试剂，使用中应注意安全。

7.2 无水甲醇：分析纯。用做冷却剂，无水甲醇（或乙醇）如果由于在高湿度条件下使用而含水时，就要用新的无水甲醇（或乙醇）来替换，以确保温度控制的可靠。

注：甲醇为易燃试剂，其蒸气有害，使用中应注意安全和防护。

7.3 无水乙醇：分析纯。用做冷却剂，无水乙醇如果由于在高湿度条件下使用而含水时，就要用新的无水乙醇（或甲醇）来替换，以确保温度控制的可靠。

注：乙醇为易燃试剂，使用中应注意安全和防护。

7.4 石油醚：分析纯，60~90℃。

注：石油醚为易燃试剂，使用中应注意安全。

7.5 校准油：具有已知粘度和粘温性能的低倾点牛顿油。在规定温度下的近似的粘度值列于表 1 中，准确粘度值见具体校准油。

7.6 水银

注：在 6.6.1 中提到水银的选择使用，作为一种危险的化学品，在使用中应注意对其毒性的防范。

表 1 校准油

校准油	近似 ¹⁾ 的粘度, mPa·s					
	-5℃	-10℃	-15℃	-20℃	-25℃	-30℃
CL-12					800	1600
CL-14					1 600	3 250 ²⁾
CL-19				1 800	3 500 ²⁾	7 400
CL-22			1 300	2 500	5 100	
CL-25			1 800	3 500 ²⁾	7 400	
CL-28		1 200	2 500	5 000		
CL-32		1 800	3 500 ²⁾	7 300		
CL-48	2 300	4 500 ²⁾	9 500			
CL-60	3 500	6 800				
CL-74	6 000 ²⁾					

1) 具体精确数值从校准油供应商处得到。
2) 用于校正检查的校准油

8 告诫

8.1 在水银、甲醇、乙醇、丙酮和石油醚的使用中应注意防范毒性和易燃性。

8.2 如果甲醇（或乙醇）从仪器中泄漏出来，在继续试验前应对泄漏进行修理。

9 取样

9.1 按照 GB/T 4756 方法进行取样,以获得有代表性的无悬浮固体物质和水的试样。当在低于室内的露点温度从容器中取样时,允许在打开容器之前将试样加热到室温。如果试样中有悬浮的固体物质则需使用过滤器或离心机以除去大于 5 μm 的固体颗粒。如振动试样将会导致空气的夹带而产生错误的粘度结果。

10 仪器校正

10.1 手动 CCS 的校正

10.1.1 在启用一台新的仪器或更换一些粘度池的驱动部件(马达、皮带、转速计等)时,均要求测定驱动电流。最初,要每个月重复检查驱动电流(在 10.1.2 中具体讲述),直到驱动电流的改变量在连续的几个月里小于 0.020 A,此后的每三个月检查一次。

10.1.2 测定驱动电流:将转速计的插头接在与之相吻合的“CAL”(校正)插口上,按照第 11 章所讲述的那样在 -20℃ 的温度下运行 3 500 mPa·s 的粘度标准样。当马达转动时,通过调节电流调节器,使速度表上的读数达到 0.240±0.010。在尔后任何温度下的所有的校正和试验都要保持这一电流常数。当为了保持 0.240±0.010 的读数而必须改变电流值时,仪器要按照 10.1.3 中描述的那样重新校正。

10.1.3 校正步骤:在每一个温度下按 11 章的内容使用表 1 规定的校准油进行校正。

10.1.3.1 当通常测定的试样的粘度值集中于一个很窄的粘度范围时,可以最少使用三个包括被测试样粘度范围的校准油。

10.1.4 校正曲线的准备:在双对数坐标纸或专用的线性图形纸上绘制转速读数与其函数校准油粘度的光滑曲线。尽可能使已建立的各点达到最佳的拟合。绘制得不好的曲线将会导致大量的错误。图 1 为一条典型的曲线。也可以使用 10.1.4.1 中的方程作为绘图法的一个替代方法。

10.1.4.1 作为替代方法的方程计算表达式:在一个有限的粘度范围之内内的校正数据能够很好地遵从如下方程

$$\eta = b_0/N + b_1 + b_2N \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: η ——粘度;

b_0, b_1, b_2 ——至少用三个校准标样测得的常数;

N ——观察到的速度计读数。

10.1.4.2 当有三组以上的数据可供使用时,将这些数据代回到下面的方程计算常数 b_0, b_1 和 b_2 的值:

$$\eta N = b_0 + b_1 N + b_2 N^2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

10.1.5 当用一个参考油检查时,如果与由校正曲线计算的数值相差大于 ±5%,要重新检查温度探头的校正并重新运行校准油。

注:在每个温度下都应有独立的曲线和方程。然而,如果在两个或更多个温度下校正的数据适合于一条曲线或方程而没有偏差,该曲线或方程就可用于这些温度。

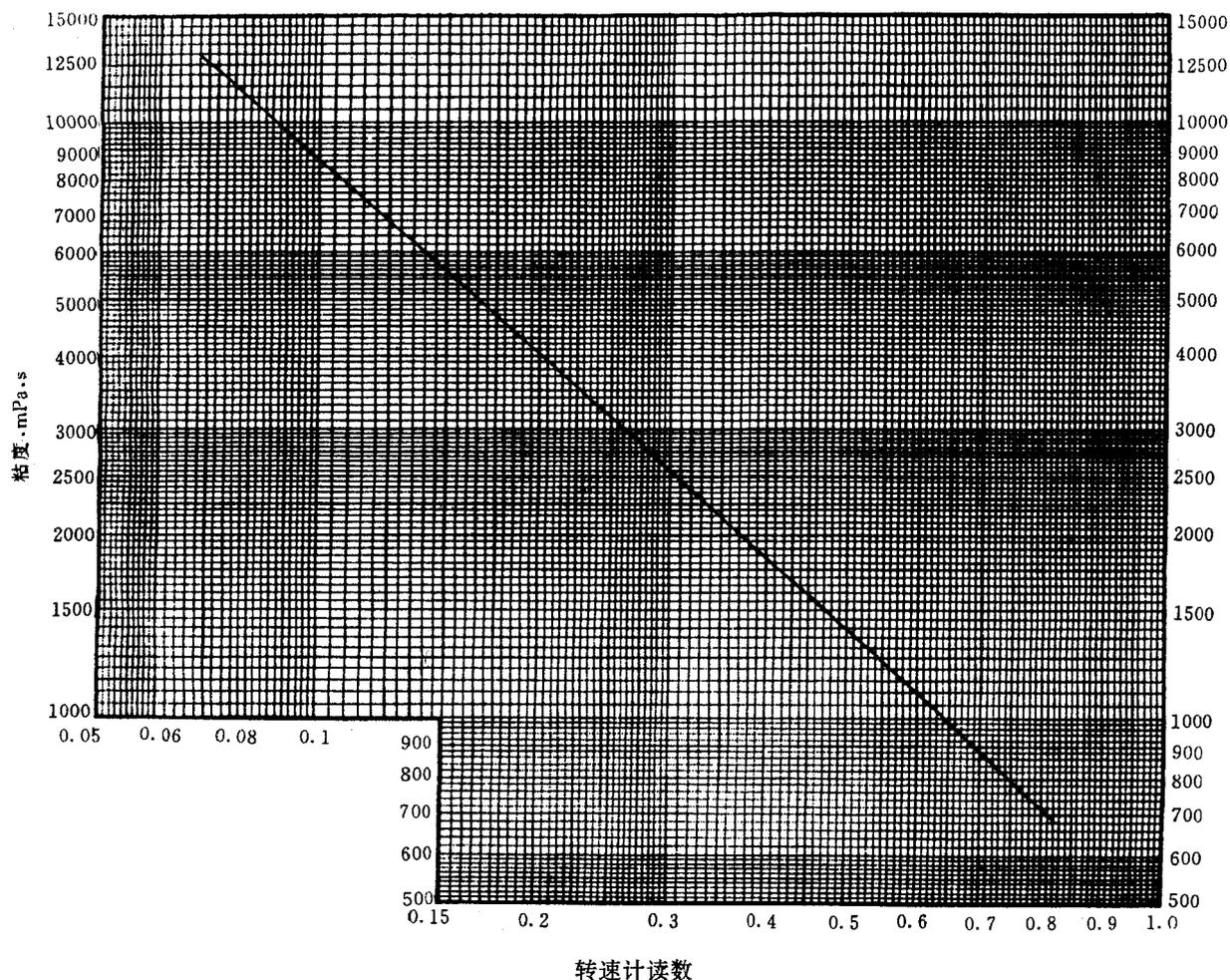


图1 典型的校正曲线

10.2 自动 CCS 的校正

10.2.1 在启用一台新的仪器或更换一些粘度池的驱动部件(马达、皮带等)时,均要求测定驱动电流。最初,要每个月重复检查驱动电流(在 10.1.2 中具体讲述),直到驱动电流的改变量在连续的几个月里小于 0.020 A ,此后的每三个月检查一次。

10.2.2 驱动电流的测定:在 -20°C 条件下按照 11 章中的步骤运行在 -20°C 时粘度为 $3\,500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的校准油。当打开马达时,用电流调节器将转子的转速调节到 0.240 ± 0.010 (在计算机显示器上以速度显示出来)。在尔后任何温度下的所有的校正和试验都要保持这一电流常数。当使用 $3\,500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的粘度校准油在 -20°C 条件下为了保持 0.240 ± 0.010 的读数而必须改变电流值时,要按照 10.2.3 中描述的那样重新校正仪器。

10.2.3 校正步骤:按照第 12 章的步骤,在每一个温度下,使用表 1 中相应温度下的校准油进行校正。

10.2.3.1 当通常测定的试样的粘度值集中于一个很窄的粘度范围时,可以最少使用三个包括被测试样粘度范围的校准油。

10.2.4 校对方程:按照 10.1.4.1 中描述的那样,计算机程序将每一个校正温度下粘度范围内至少三组以上的数据(粘度和速度)进行回归。

10.2.5 当运行一个校准油进行检查时,如果与储存的校对方程计算的数值相差大于 $\pm 5\%$,要重新检查温度探头的校正或重新运行校准油。

11 手动 CCS 操作步骤

11.1 建立校正曲线或方程(参见第 10 章),在进行一系列的测定之前,应使用少量校准油对仪器进行全面的检查,并对每一个需要的温度进行校正。当运行作为校正检查(见表 1 角注 2)的试样时的驱动电流与在 10.1.2 中确定的电流相差大于 0.005 A 时,需对原先按 10.1.2 步骤确定的电流值进行重新的设定;在运行 15 s 之后观察并校对对电流值。当测定的粘度校准油数值与标称值之差大于 $\pm 5\%$ 时,需重新运行一次以确认观察的正确性。确认后,按 10.1.2 步骤重新校正。

注:建议每隔 6 个月使用参考盲样对仪器性能进行全面的检查。

11.2 用一只滴管将试样注入注油管。一定要确保试样充满转子和定子的间隙并将转子以上部分完全充满。用手转动转子确保试样流过时完全浸过了转子和定子的表面。将注样管完全注满,并在管子的一头插一个橡胶塞。对于粘弹性的试样来说,当马达启动时(参见 11.2.2),为了阻止试样将橡胶塞从管子中挤出而使粘度池剪切区的试样排空,必须压紧此橡胶塞。见附录 A 为高粘弹性试样提供的专用步骤。

注:有些试样在室温条件下有足够大的粘度,以致于无法流入转子与定子之间的环形面。允许将那些在室温条件下运动粘度超过 $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) 的试样加热后(不要超过 50°C)再注入到粘度池中。

11.2.1 打开温度和冷却剂流动控制开关,将定子冷却。确保最佳的温度控制。见 6.6.1 和 6.6.1.1。记录冷却剂流出的时间(使用秒表或其他以秒为单位的计时器)。控制在 30~60 s 内达到 -20°C 的试验温度, -30°C 的试验温度应在 60~90 s 内达到。如果没有达到这些要求,应更换甲醇(或乙醇)(见 6.7)或调节甲醇(或乙醇)的冷却温度。温度指示仪表和仪器对冷却剂流动的循环控制表明温度已经到达。调节用于温度指示的示零仪表的设置钮,使仪表的读数略在零点的左边一点,这样,当在试验温度下启动马达时,无需做太多的调节。

11.2.1.1 如果达到设定温度的时间过慢满足不了如上的要求,要更换冷却甲醇(或乙醇)(见 6.7)或降低冷却甲醇(或乙醇)的温度(见 6.6)。

11.2.1.2 如果达到设定温度的时间快于上面所要求的时间,应升高冷却甲醇(或乙醇)的温度以获得更满意的控温效果。

11.2.2 在冷却剂流动 180 s 后启动马达。

11.2.3 将转速计插头接在标有“CAL”字样的接插口上,在马达打开后立即记录转速计的读数。如果转速计的读数升高然后又很快降低到比最高读数小至少 5% 的位置,说明在剪切区域可能有残存的溶剂。在温度控制不好(温度计显示表明)时也会发生数字速度计非正常的变化或模拟仪表表针的偏移。最通常的情况是热电偶与定子上的测温孔之间的接触不好。此时应终止运行,抽去试样并按 11.3 的步骤清洗,用新试样按 11.2 的步骤重新运行。

11.2.4 在马达启动后 $60 \text{ s} \pm 5 \text{ s}$ 记录转速,在没有使用数字仪表的情况下,模拟仪表的读数估至最小分度的十分之一。关闭马达和冷却剂控制开关。

11.3 按如下步骤清洗冷启动模拟机。

11.3.1 清洗时开启热甲醇(或乙醇)循环器加热定子($35\sim 45^\circ\text{C}$),保持热甲醇(或乙醇)的流动直到 11.3.2 完成。见 11.3.3 替代方法。

11.3.2 先用石油醚然后用丙酮清洗转子/定子块(溶剂易燃应小心使用),用真空泵干燥粘度测定池。在干燥的最后阶段,用手转动转子几圈以确保转子和定子的间隙是清洁干燥的。

11.3.3 可以象 11.2 中的那样,使用 30 mL 以上的下一种试样冲洗粘度池中原有的试样并将其充满,作为 11.3.1 和 11.3.2 用溶剂清洗的一个替代方法。

11.4 为了防止仪器因偶然开启而造成损坏,完成全部的试验之后应在仪器中保留最后的试样。该试样也可以作为在仪器停用一段时间后第一个运行的试样。这样可使仪器中电子元件和马达达到预热。在没做新的试样之前,不记录此试样的转速计数据。

12 自动 CCS 操作步骤

12.1 按 10.2 的步骤建立校对方程。

12.2 将试样装在 60 mL 的玻璃瓶中,把玻璃瓶放在适当的位置,在计算机上标示试样编号。

12.2.1 对于全自动的 CCS,将玻璃瓶放在试样架上,在计算机程序中标注每一个试样在试样架上的位置和试验温度。建议把校正试样或二级标准样放在试验架上并标注,做为校正检查样用。

12.2.2 当运行校正试样或二级标准样其结果超出预期值的 $\pm 5\%$ 时,此结果应值得怀疑。

12.3 计算机程序运行后,新的试样将自动冲洗掉粘度池中原有的试样而不使用溶剂。温度和 CCS 马达的运行将由计算机来控制。转子速度的测定和试样粘度的计算可从计算机屏幕上看到。

12.3.1 无需对粘度池进行加热和溶剂清洗即可进下一试样。

13 报告

13.1 手动 CCS 报告

13.1.1 从 10.1.4 的曲线或 10.1.4.1 的式(2)中以毫帕斯卡·秒(mPa·s)为单位计算试样的表观粘度。准确到 10 mPa·s。

13.2 自动 CCS 报告

13.2.1 在计算机显示器上显示出计算的粘度。准确到 10 mPa·s。

14 精密度与偏差

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

14.1 精密度:该试验方法的精密度是通过多个不同试验室的统计结果测定的。所使用的试样的温度范围为 $-5\sim-30^{\circ}\text{C}$,粘度范围为 1 560~10 200 mPa·s。

14.1.1 重复性:由同一试验者使用同一台仪器对同一试样所获得的两个结果之差不应超过平均值的 5.4%。

14.1.2 再现性:由不同试验者在不同试验室对同一试样所得两个单一和独立的结果之差不应超过平均值的 8.9%。

14.2 偏差:由于低温下发动机油表观粘度仅被定义在这个试验方法中,故测定发动机油低温表观粘度的程序没有偏差。

14.3 自动仪器的精密度:没有发现自动的和全自动的 CCS 与手动的 2 型 CCS 存在偏差,且具有和手动仪器一样好的精密度。

15 关键字

15.1 表观粘度;冷启动;启动;发动机油;石油和石油产品;粘度。

附录 A

(标准的附录)

使用手动 CCS 仪器测定高粘弹性试样的专用步骤

A1 在低温条件下冷启动模拟机上的试样能表现出不同的特性,进而要求在试验步骤上作相应的变化。在转子启动后,一些高粘弹性的试样会沿着转子轴的方向盘旋。如果试样从剪切区中爬升,转子的速度则会明显地增加。通常使用在注样管(参见 11.2)上加橡胶塞的办法就能保证第 11 章中试验步骤顺利进行;然而,具有很高粘弹性的试样一定要使用专用的试验步骤。**A2~A7** 的试验步骤既可以用于粘弹性试样也可以用于非粘弹性试样。在很短的时间里 **A5** 比 11.2 的操作步骤要繁琐。由于校正曲线会有轻微的差别,故必须以相同的步骤运行校准油。

A2 用一只滴管向注样管加入试样,使其充满转子和定子的间隙,让液面漫过转子约 1 mm。当试样从转子的两边溢出时,用手转动转子以确保试样完全浸透了转子和定子的表面。

A3 将温度和冷却剂控制开关打开,将定子冷却,试验温度在 -20°C 以上时控制在 30~60 s 达到试验温度;试验温度在 -30°C 以上时控制在 60~90 s 达到。确认好选择的试验温度,开动模拟器马达运行一个低粘度的试样来设定冷却剂循环器的温度设定值;提供给粘度池的冷却剂的温度应低于试验温度约 10°C 。温度探头与定子上的测温孔之间必须有良好的传热性。测温孔必须定期清理(见 6.6.1)。

A4 将调零旋钮设在略低于试验温度的位置,这样当转子在试验温度下启动时不必过多地调节温度。

A5 当试验温度到达时,启动计时器(以温度指示仪表和冷却剂循环器的动作为根据),在计时器启动 $10\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 以后,直接向粘度池中加入补充样,以使粘度池完全充满。

A6 在计时器启动后的 $30\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 启动马达。

A7 从马达启动后的 $10\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 记录转速计的读数,准确到 0.001 个单位。关闭马达和冷却剂循环控制开关。

A8 按 11.3 到 11.3.3 的步骤清洗冷启动模拟机。

A9 测定高粘弹性发动机油表观粘度的精确度没有确定,预计比 14.1 和 14.2 中所确定的要低。