

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0059—2010
代替 SH/T 0059—1996

润滑油蒸发损失的测定 诺亚克法

Standard test method for evaporation loss of lubricating
oils by the Noack method



2011-01-09 发布

2011-05-01 实施

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D5800 - 08《润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)》。

本标准根据 ASTM D5800 - 08 重新起草。

为适应我国国情,本标准在采用 ASTM D5800 - 08 时进行了修改。为了方便比较,在资料性附录 C 中列出了本标准的章条编号和 ASTM D5800 - 08 章条编号的对照表。本标准与 ASTM D5800 - 08 的主要技术差异如下:

——本标准仅采用 ASTM D5800 - 08 中 A 法、B 法,未采用 C 法。

——本标准的部分引用标准采用了我国相应的国家标准和行业标准。

本标准代替 SH/T 0059—1996《润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)》;SH/T 0059—1996 是等效采用 CECL - 40 - T - 87《润滑油蒸发损失测定法(诺亚克法)》制定的。

本标准与 SH/T 0059—1996 相比主要变化如下:

——本标准增加了 B 法《非伍德合金仪器诺亚克蒸发损失的测定》。

——本标准增加了部分引用标准。

——本标准增加了“加热体”、“玻璃器件”两张图。

——本标准要求从坩埚取出到入水冷却时间不超过 60s,SH/T 0059—1996 则没有要求。

——本标准 A 法要求试验后坩埚于温水中冷却,SH/T 0059—1996 要求试验后坩埚于冷水中冷却。

——本标准对重复性和再现性重新进行了规定。

——本标准删去了试验方法的“分辨能力”,增加了试验方法“偏差”的描述。

——本标准增加了附录 A、附录 B 和附录 C。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC280/SC1)归口。

本标准负责起草单位:中国石油天然气股份有限公司大连润滑油研究开发中心。

本标准参加起草单位:中国石油化工股份有限公司润滑油研发(北京)中心。

本标准主要起草人:李建新、苏江、于兵、崔海鸥、夏鹏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——SH/T 0059—1996。

润滑油蒸发损失的测定 诺亚克法

1 范围

1.1 本标准规定了测定润滑油(特别是内燃机油)蒸发损失的两种方法。A法采用伍德合金诺亚克蒸发损失测定仪, B法采用自动的非伍德合金的诺亚克蒸发损失测定仪。本标准的试验方法与操作条件相关, 但如果需要也适用于其他条件。

1.2 A法和B法的测定结果存在差异。对全配方内燃机油, A法的测定结果略低于B法的测定结果; 对基础油, A法的测定结果略高于B法的测定结果。

1.3 本标准采用[SI]国际单位制单位。

1.4 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和仪器, 但并未对此有关的所有安全问题都提出建议。因此, 用户在使用本标准之前有必要建立适当的安全和防护措施, 并确定相关规章限制的适用性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准, 然而, 鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T 1173 铸造铝合金

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv, ISO 3170:1988)

SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价 统计技术法

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法(SY/T 5317—2006, ISO 3171:1988, IDT)

3 术语

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

蒸发损失 evaporation loss

采用诺亚克方法试验时, 在有恒定气流抽出的条件下, 润滑油试样在坩埚内加热所产生的挥发性油蒸气的质量损失。

3.2

挥发性 volatility

液体形成蒸气的趋势。

4 方法概要

将一定质量的试样置于蒸发坩埚内, 在250℃和恒定气流抽送下, 经60min后测定试样的质量损失。

注: 对诺亚克蒸发损失测定(A法和B法)的帮助提示参见附录A。

5 意义和用途

5.1 蒸发损失对内燃机油尤为重要。高温时油品会有一部分蒸发。

- 5.2 蒸发能使内燃机油油耗增加，并能导致油品性能的变化。
- 5.3 许多内燃机制造商规定了可允许的蒸发损失的最大值。
- 5.4 一些内燃机制造商在规定了最大蒸发损失允许值时，规定了这个指标采用本试验方法进行测定。

A 法 伍德合金诺亚克蒸发损失的测定

6 仪器

6.1 诺亚克蒸发损失测定仪，由下面几部分组成：

6.1.1 电加热元件：由具有可煅性的铝合金制成(符合 GB/T 1173)。加热体由壳体和底部加热器组成，并装有隔热层防止热损失。采用电加热，总功率为 1kW ~ 1.2kW，两组独立的加热器之间功率差不应超过 0.15kW。在加热体的中间部位有一个放置蒸发坩埚的孔座，在加热体孔座和坩埚之间的缝隙添满伍德合金或其他与伍德合金有相同作用的物质。壳体加热器上有两个螺钉，用于阻止坩埚从熔化金属浴中浮起，壳体加热器上另两个与中间孔座同距离的圆形孔，用于放置温度计(见图 1)。

警告：加热体被加热至 250℃。

6.1.2 蒸发坩埚：带有螺旋盖的蒸发坩埚由不锈钢制成(见图 2)，支撑环上部带有用于安装坩埚盖的螺纹，镀镍黄铜的坩埚盖有一锥形面与坩埚形成密封(见图 3)，坩埚盖上有三个淬火钢制成的透气孔，向下倾斜的吸气管用螺丝紧密地固定在坩埚盖的中心。

6.2 天平：量程不少于 200g，感量为 0.01g。

6.3 坩埚钳和扳手。

6.4 绞刀：直径 2mm。

6.5 球型滚珠：直径 3.5mm。

6.6 温度测量装置：测温范围为 0 ~ 360℃，符合 GB/T 514 中 GB-4 号温度计，或测量精度为 0.1℃ 的温度传感器。温度测量装置应定期进行校准。

6.7 接点温度计(用于手动)。

6.8 Y 型玻璃管：其内径为 4mm，上臂每根管臂长 45mm，应形成一个角度以便于与坩埚吸气管连接时位于同一条直线上。垂直臂长 60mm，末端倾斜 45°。

6.9 玻璃传送管：其内径为 4mm，每根臂长 100mm，末端倾斜 45° 伸入并留在瓶内。

6.9.1 玻璃弯管：角度大约 80° 的弯管。

6.9.2 玻璃弯管：角度大约 100° 的弯管距瓶底长度 20mm。

6.9.3 玻璃弯管：角度大约 90° 的弯管。

6.10 玻璃瓶：两个容积约 2L 的玻璃瓶，瓶口装橡皮塞以固定出入口管(见图 4)。

6.11 斜管式压力计：用水填充，精确度为 0.2mm 水柱或可测量 20mm ± 0.2mm 水柱压力的相应的压力传感器(推荐量程为 0 ~ 50mm 水柱)。

注：有些压力计用水做参考液，有些为了能读到水柱的毫米数，使用密度更低的液体，操作者应保证压力计中填入合适密度的参考液。

6.12 T 型玻璃管：接有排气阀。

6.13 真空泵。

6.14 计时器：精确到 0.2s。

6.15 硅胶管：内径为 4mm，尺寸为长 40mm(三根)、300mm 和 100mm。

注：允许使用自动仪器，但要保证所得的结果与本标准的结果相当。所有的仪器尺寸，包括加热体、坩埚、热容量以及玻璃件都应与本标准中给出的规定相一致。

单位为毫米

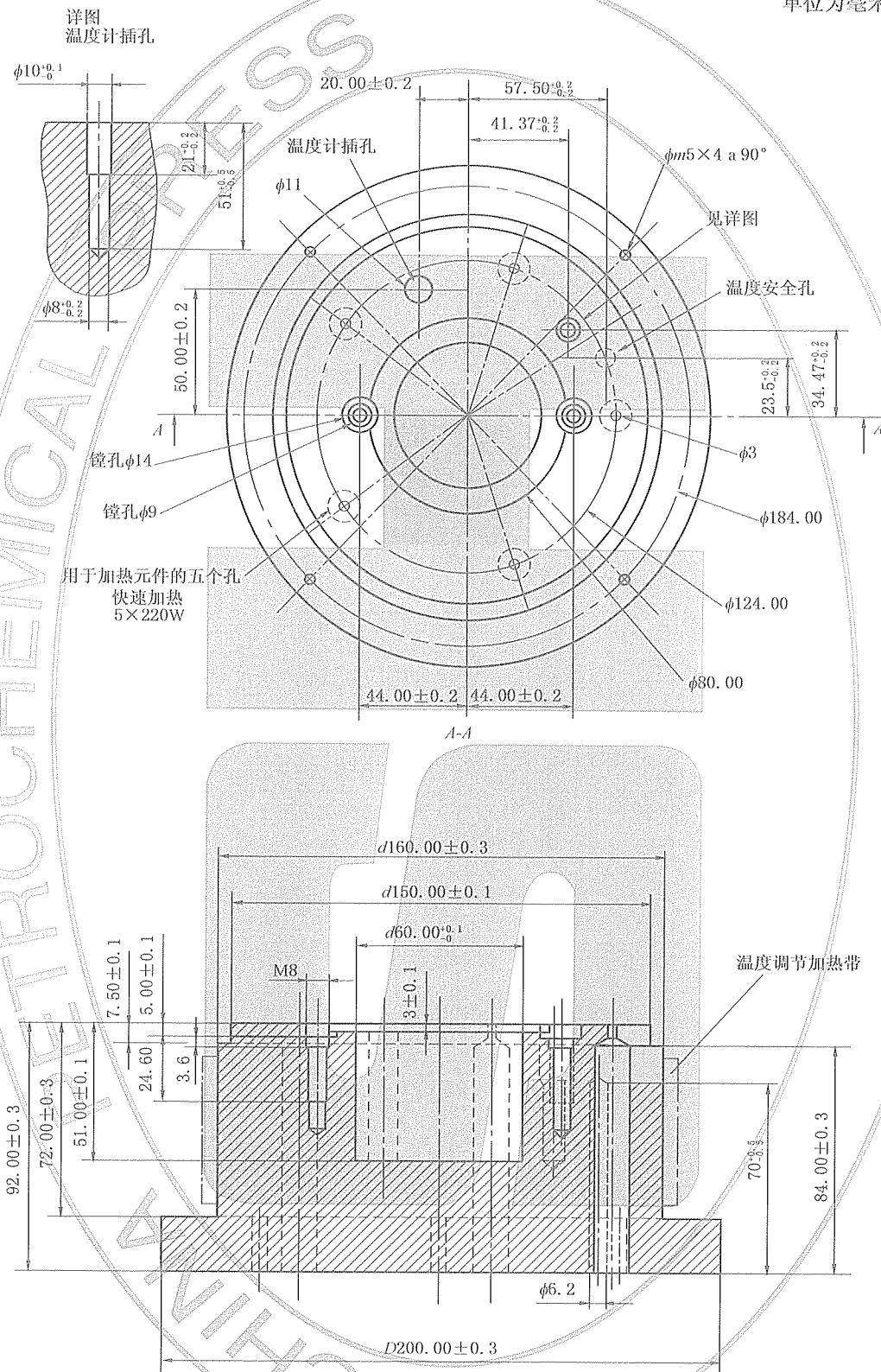


图1 加热体

单位为毫米

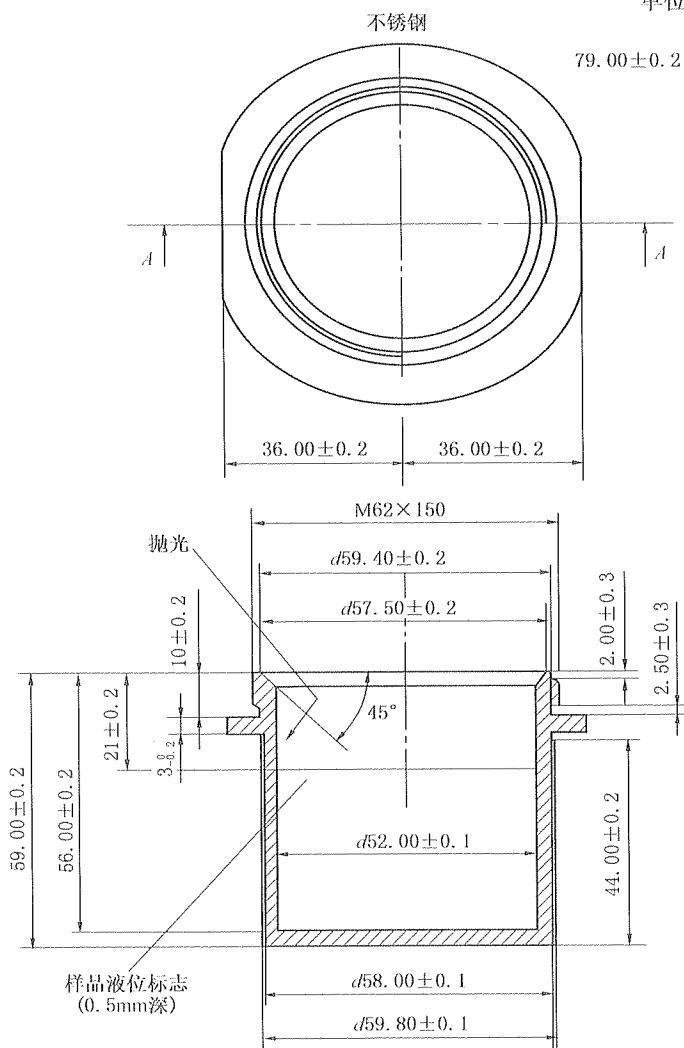


图2 蒸发坩埚

7 试剂和材料

7.1 清洗剂：使用石脑油和甲苯的混合溶液清洗坩埚，必要时可过夜浸泡。

警告：易燃，蒸气有害。

7.2 由供应商提供的已知蒸发损失的标准油，如 CEC 提供的 RL-N、RL172 以及 RL223，其他供应商提供的标准油也可使用。

7.3 绝缘手套。

7.4 油漆刷子：耐酸刷子(15mm ~ 25mm 宽)。

7.5 伍德合金或合适的传热材料。

警告：伍德合金含铅(25%)、铋(50%)、锡(12.5%)、镉(12.5%)，这些金属均有害健康，避免接触皮肤。

8 安全事项

8.1 本标准的使用者要经过充分的培训，并且熟悉所有的常规实验室操作，或在具备这种资质人员的监督下使用本标准，并且应遵守当地的所有法规和法令。

警告：尽管本试验要求在避风的地方进行，但油品蒸发产生的烟气一定要排放到室外，应采取一定的措施预防着火或爆炸。

注：附录 B 描述了一种可以获得无风的环境，以及采用本试验仪器操作的安全性更高的方法。

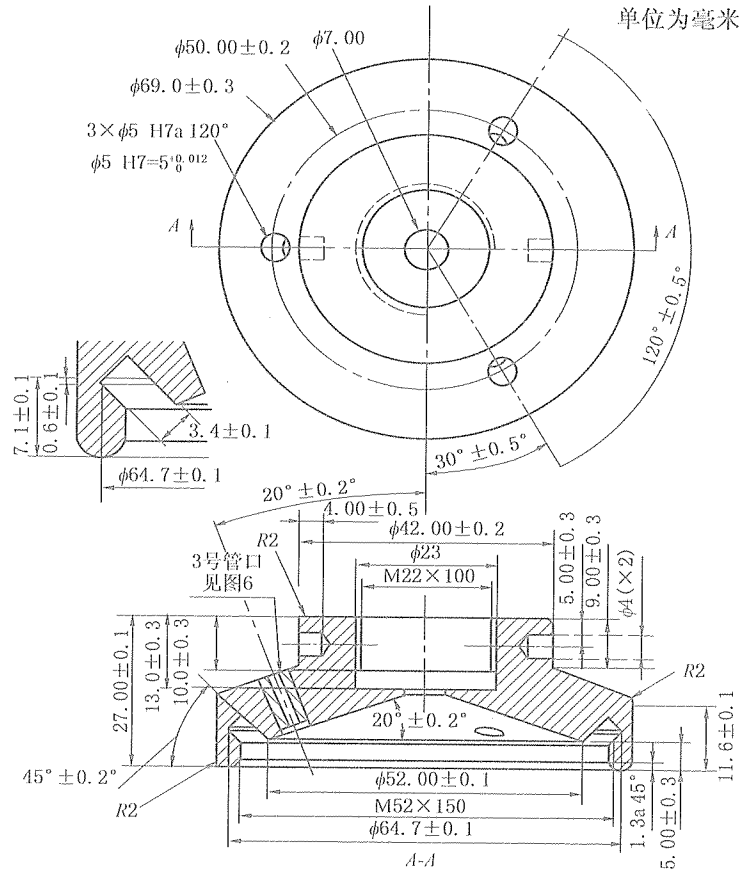


图3 坩埚盖

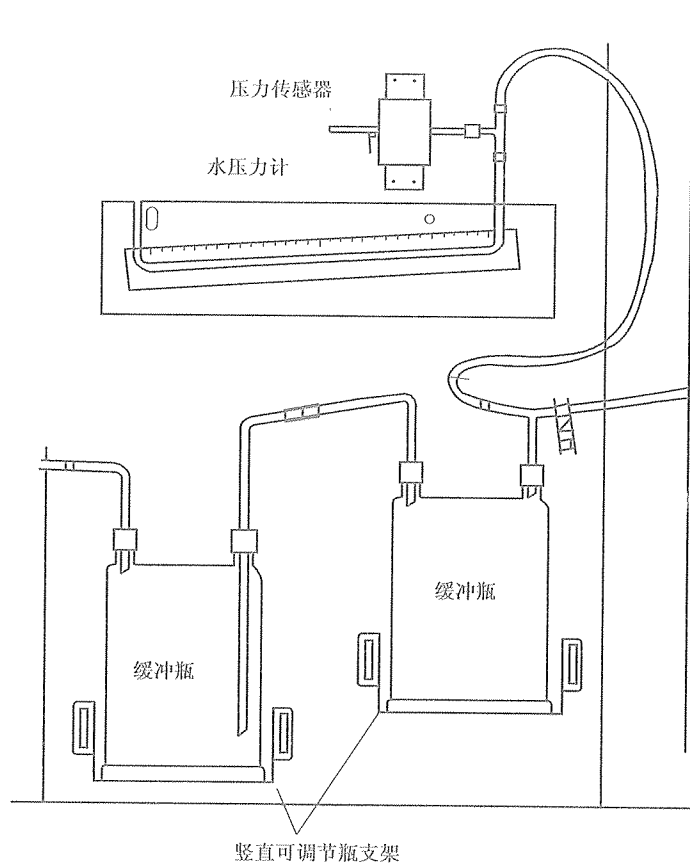
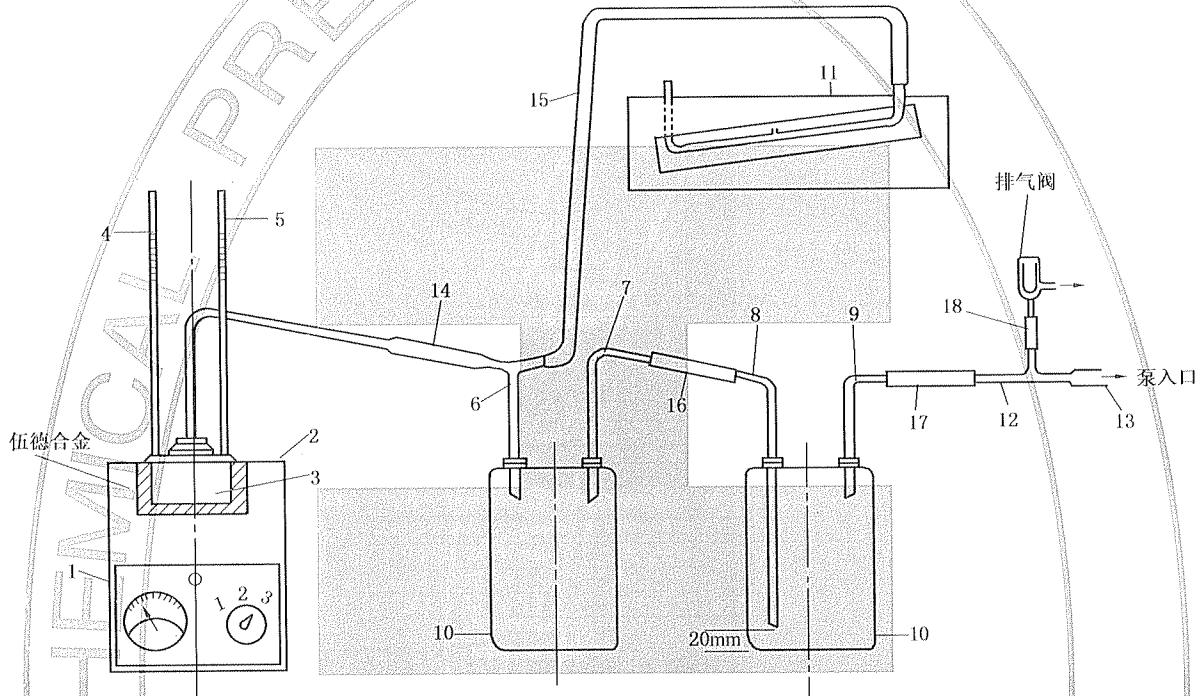


图4 玻璃器件

8.2 本方法精密度考察时未使用附录 B 中所述的避风方法。

9 仪器的准备

9.1 标准装配的仪器如图 5 所示，为了避免打破热平衡，仪器应放在无气流波动的地方，并符合图 5 所示尺寸的要求(见 8.1)。



- | | |
|----------------------|------------------------|
| 1—诺亚克蒸发损失测定仪(见 6.1); | 10—玻璃瓶(见 6.10); |
| 2—加热元件(见 6.1.1); | 11—斜管压力计(见 6.11); |
| 3—带盖坩埚(见 6.1.2); | 12—T 型玻璃管(见 6.12); |
| 4—温度计(见 6.6); | 13—真空泵(见 6.13); |
| 5—接点温度计(见 6.7); | 14—硅胶管: 40mm(见 6.15); |
| 6—Y 型玻璃管(见 6.8); | 15—硅胶管: 300mm(见 6.15); |
| 7—玻璃弯管(见 6.9.1); | 16—硅胶管: 100mm(见 6.15); |
| 8—玻璃弯管(见 6.9.2); | 17—硅胶管: 40mm(见 6.15); |
| 9—玻璃弯管(见 6.9.3); | 18—硅胶管: 40mm(见 6.15)。 |

图 5 蒸发损失测定装置示意图

9.2 在加热体的孔座和两个温度计孔内加入足量的伍德合金或同等材料，使坩埚或温度计放入后，熔化的金属充满剩余空间。

9.3 使用最高的加热速度提升加热体的温度，直至伍德合金熔化。温度计从加热体背面插入，使水银球触及孔底，调整加热体的电功率，使温度保持在 $250^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

9.4 按图 5 将除坩埚外的其他部件组装好。

9.5 将一个空蒸发坩埚放在加热体的孔座里，扣紧螺钉，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上部看到熔化的伍德合金。

9.6 将安装好的蒸发坩埚连接到仪器上，检查压力计或其他测量装置，读数应达到 $20\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ 水柱。

9.7 将蒸发坩埚与仪器断开，并移走蒸发坩埚。

9.8 关闭泵、加热体，并从仪器上移走坩埚、温度计，用刷子将粘在坩埚上的伍德合金刷回到加

热体中。

9.9 清洗 Y 型管和玻璃管以防止聚集冷凝物。

10 校正

10.1 接通泵和加热体，并确保仪器除坩埚外均按图 5 所示组装好。

10.2 检查坩埚和盖子上有无漆状物。

10.2.1 在每次试验后，用溶剂清洗坩埚和坩埚盖，晾干，用细砂纸将不易除掉的漆膜磨掉。

10.3 用绞刀穿过盖子上的三个透气孔，以确保其干净。

警告：使用绞刀的直径若大于 2mm，将使透气孔变大，空气流量增加，导致蒸发损失增大。

10.4 将球型滚珠通过吸气管，以确保其干净。

10.5 称不带盖子的坩埚重，精确到 0.01g。

10.6 称量装有 $65.0\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 标准油的坩埚重量。

10.7 用坩埚钳和扳手拧紧盖子。

10.8 确保加热体温度在 $250^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ ，将坩埚放入加热体的孔座中，确保加热体上两个螺钉下的法兰能克服伍德合金的浮力。打开加热体的开关，以补偿坩埚的热容量，立即（少于 5s）将坩埚的吸气管与 Y 型玻璃管对接，同时打开泵和秒表并调节排空阀，使之给出 $20\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ 水柱的压力差。

注：当蒸发坩埚处于试验位置时，其边缘应和加热体顶端齐平，蒸发坩埚边缘在加热体上的凸起会使此处的伍德合金形成熔渣，壳体加热体的孔座和温度计的插孔都应是清洁的，并且伍德合金应均匀放置，以避免熔渣的累积，已氧化的伍德合金将影响坩埚的热传导，可能对获得的结果产生不利影响。

10.9 当加热体温度低于试验温度 5°C 时，调节加热体的控制按钮，使试验温度在开始试验的 3min 内恢复到 250°C 。

注：当使用自动仪器时，温度和压力是自动控制的。

10.10 在试验开始时，时刻注意保持合适的压力，通常在 10min ~ 15min 之内达到稳定，稳定后需周期性检查温度和压力差，使其在试验过程中保持恒定。

10.11 在试验进行 $60\text{min} \pm 5\text{s}$ 后，从加热体上拿出坩埚，除去所有附着的合金，并把坩埚放入至少 30mm 深度的温水中，从试验结束至蒸发坩埚浸入水中的时间不应超过 60s。

10.12 30min 后，从水中拿出坩埚，擦干坩埚外壁，并小心取下坩埚盖子。

10.13 重新称量不带盖子的坩埚重，精确到 0.01g。

10.14 计算标准油蒸发损失，精确到 0.1%（质量分数）。

10.15 把测得的结果与标准油的给定值进行比较，若结果在给定值的 $\pm 6\%$ 之内，用试样从 11.1 条开始重复此步骤。

10.16 若结果不在 $\pm 6\%$ 之内，检查仪器是否如图 5 所示及是否遵循试验步骤，检查温度计和压力传感器的校准情况。

10.17 重新测定标准油的蒸发损失。

注 1：不允许凝聚物堵塞 2L 玻璃瓶，在收集的凝聚物最多达到 1cm 高时，应用溶剂油清洗干净。

注 2：如果测试的频率较高，则大约每测定 10 次，应该标定仪器。如果测试不频繁，那么在每次测试前都应标定仪器。

11 试验步骤

11.1 取有代表性试样 $65\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 放入空的坩埚中，称量精确到 0.01g。

注：取样依照 GB/T 4756 或 SY/T 5317 进行。

11.2 按 10.7 条 ~ 10.13 条所述步骤进行。

11.3 计算试样蒸发损失，精确到 0.1%（质量分数）。

12 计算

12.1 根据在 250℃ 的条件下, 试样在 1h 前和 1h 后质量的不同, 用式(1)计算试样的蒸发损失值 $m, \%$ (质量分数)

$$m = \frac{(B - A) - (C - A)}{B - A} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——空坩埚质量, g;

B ——坩埚及试样的质量, g;

C ——坩埚及试样加热 1h 后的质量, g。

13 报告

报告蒸发损失, 精确到 0.1% (质量分数)。

14 精密度和偏差

用下述规定判断试验结果的可靠性(95% 置信水平)。

14.1 精密度: 本精密度是使用了手动、半自动和自动仪器, 通过多个实验室所得试验结果统计得到的。

14.1.1 重复性 r

在同一实验室, 由同一操作者, 使用同一仪器, 按相同的试验方法, 对同一试样测得的两个连续试验结果之差不大于式(2)的值:

$$r = 5.8\% \overline{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

\overline{m} ——两个试验结果的平均值, % (质量分数)。

14.1.2 再现性 R

在不同实验室, 由不同操作者, 使用不同仪器, 按相同的试验方法对同一试样测得两个单一、独立试验结果之差不大于式(3)的值:

$$R = 18.3\% \overline{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

\overline{m} ——两个试验结果的平均值, % (质量分数)。

14.2 偏差

由于蒸发损失值由本试验方法测定, 所以本标准无偏差。

B 法 非伍德合金诺亚克蒸发损失的测定

15 介绍

B 法, 与 A 法采用同一原理、同一坩埚, 差异仅限于样品的热传递不同, 它不用伍德合金, 直接监控样品的温度, 属于自动化的试验方法。

16 仪器

16.1 诺亚克蒸发损失测定仪, 组成如下:

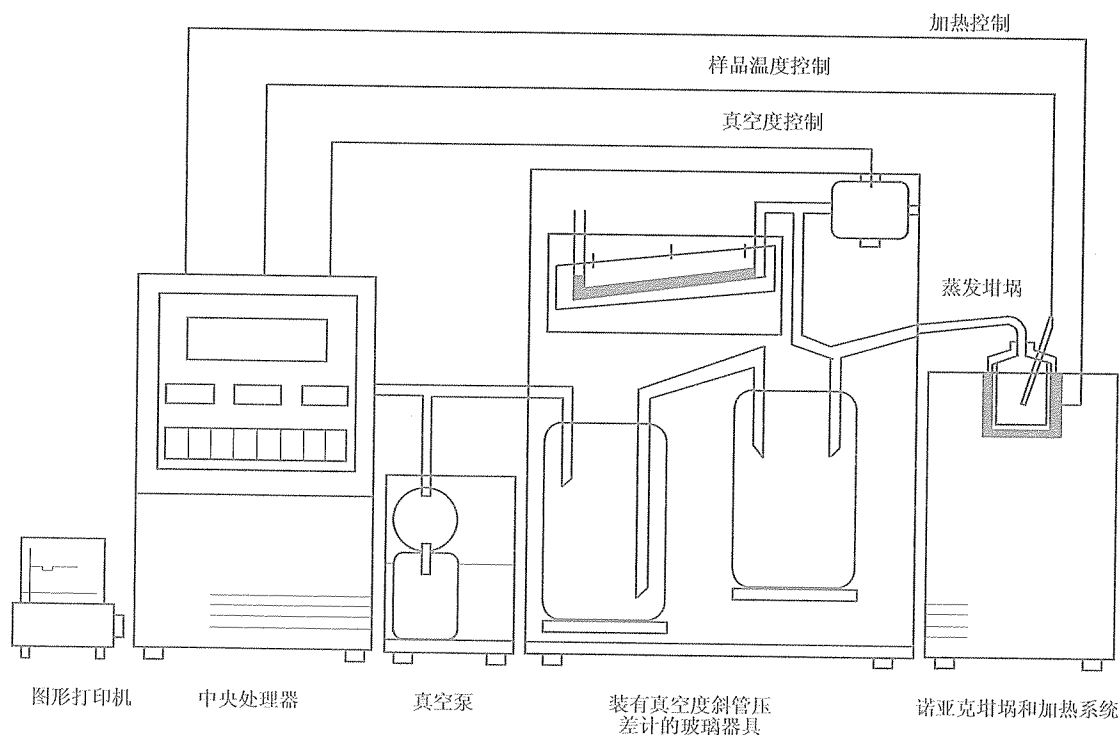


图6 全自动非伍德合金诺亚克蒸发损失测定仪

16.1.1 电加热元件：通过底部加热器和壳体加热器加热，总的功率消耗能确保试样每一个部位的温度与记载的用伍德合金仪器试验的试样温度相一致。在壳体加热器的中间部位有一个用来放置蒸发坩埚的孔座，壳体设计加热器能确保与蒸发坩埚紧密接触；配备用于打开放置蒸发坩埚孔座口的机械装置。加热体上两个防止坩埚浮起的螺钉；确保与坩埚直接接触的底部加热器。

16.1.2 蒸发坩埚：带有螺旋盖的蒸发坩埚(见图7)由不锈钢制成(见图8)，支撑环上部带有螺纹。镀镍黄铜的坩埚盖(见图9)有一锥形面与坩埚上的螺纹形成密封。盖上有淬火钢制成的三个透气孔(见图10)让气流通过坩埚盖子。向下倾斜的吸气管(见图11和图12)用螺丝紧密地固定在坩埚盖中心。

16.1.3 温度传感器：试样的温度测量装置，准确度为 0.5°C 或更高。分辨率为 0.1 或更高。温度传感器用来校准温度为 250.0°C ，精度为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 的温度传感装置。它的直径为 4mm ，图10标出了准确的位置。温度传感器应定期采用适当的程序进行校准(最少一年一次)。

16.2 天平：量程不少于 500g ，感量为 0.01g 。

16.3 与6.3条相同。

16.4 与6.4条相同。

16.5 球型滚珠：直径 $3\text{mm} \sim 5\text{mm}$ 。

16.6 玻璃器具：与6.6条~6.12条和6.15条相同。

16.7 与6.13条相同。

16.8 中央处理器(CPU)：用于控制试样的温度、真空度、试验时间、试样的加热和打印试验报告。试验样品加热到 $245.2^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，记录的温度曲线与已记载的采用带有试验持续周期补偿的伍德合金仪器(250°C ， 1h)的温度曲线相一致。带有试验持续周期补偿设置的原因为：当试验开始进行时，加热器处于室温状态；或者当几个试验进行后，加热器处于热高温状态，没有冷却的阶段。CPU能自动地微调压力差 $20\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ ，并通过打印报告检查这些试验条件。

16.9 打印机：打印试验中试样的温度曲线和压力曲线。

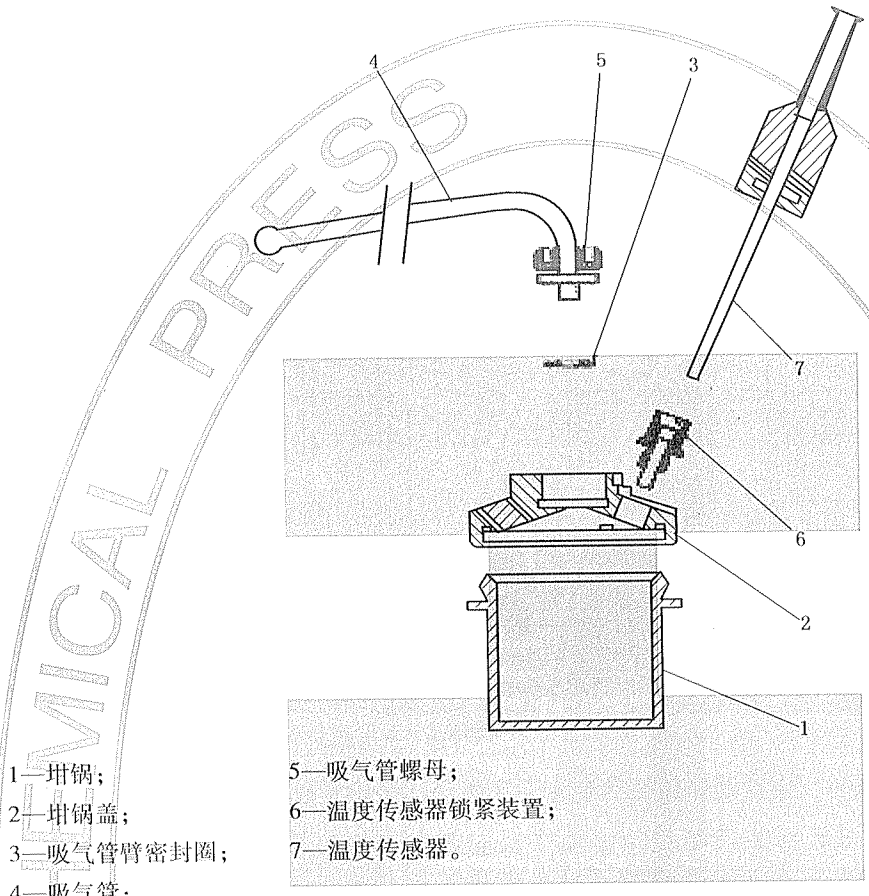


图7 带有温度传感器的坩锅

17 试剂和材料

- 17.1 清洗剂：与 7.1 条相同。
- 17.2 标准油：与 7.2 条相同。
- 17.3 与 7.3 条相同。
- 17.4 工业擦拭纸。

18 安全事项

- 18.1 与 8.1 条相同。
- 18.2 与 8.2 条相同。

19 仪器的准备

- 19.1 仪器的安装如图6所示，为了避免打破热平衡，仪器应安装在避风处，并满足图6的尺寸和仪器要求(见 18.1)。
- 19.2 根据仪器制造商的有关仪器的校准、检查和操作说明书，进行自动仪器的操作准备。
- 19.3 清洁玻璃瓶、玻璃管和 Y 型管以防止生成凝聚物。

注：不允许凝聚物堵塞 2L 玻璃瓶，当收集的凝聚物最长达玻璃瓶上 2cm 刻线之前时，应用溶剂清洗并烘干。

20 校准

- 20.1 在试验前至少 30min，打开仪器开关，以使测量线路的温度稳定。

单位为毫米

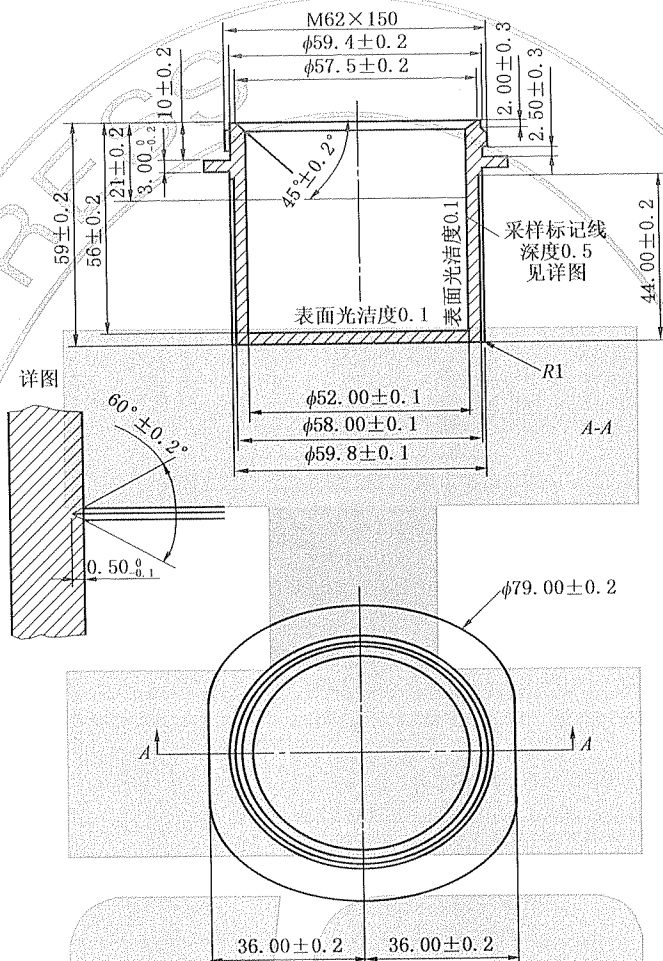


图8 坩埚(图7中部件1的详图)

- 20.2 确保安装的玻璃组件和真空泵清洁,并且所有的连接处是密封的。
- 20.3 在试验开始前,彻底地清洁和干燥试验用的蒸发坩埚和坩埚组件,检查蒸发坩埚和盖子上有无漆膜,用浸透溶剂的脱脂棉蘸细金刚砂粉末轻轻地磨掉坚硬的凝聚物或用含纤维的棉布处理,接着用溶剂冲洗。
- 20.4 重复 10.3 条操作。
- 20.5 重复 10.4 条操作。
- 20.6 经过 30min 仪器稳定期后,根据仪器制造商的说明书,校准温度测量仪器。
- 20.7 根据仪器制造商的说明书,校准真空测量仪器。
- 20.8 重复 10.5 条操作。
- 20.9 称入标准油 $65.0\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 于坩埚中,精确到 0.01g ,此时的质量称为 M_1 。
- 20.10 用蒸发坩埚钳和扳手拧紧坩埚盖,在此过程中,要确保试样不溅到坩埚盖内,如果发生此现象,即使发生一次,本试验将从 20.3 条重新开始。
- 20.11 将温度传感器连接到仪器上。
- 20.12 按下加热器面板上的控制杆,将坩埚放入加热体的孔座中,旋转坩埚,将坩埚的圆形边缘置于螺钉下方,旋紧螺钉,调整吸气管的最终位置,使其正对 Y 型玻璃管臂,接着放松控制杆。
- 20.13 将吸气管连接到 Y 形玻璃管臂上,连接处用夹具夹住。确保吸气管和 Y 形玻璃管右臂的插入式连接合理排列。
- 20.14 按压 CPU“ON”键开始试验,在默认的设置下,打印机是激活的,否则,参照仪器的说明

单位为毫米

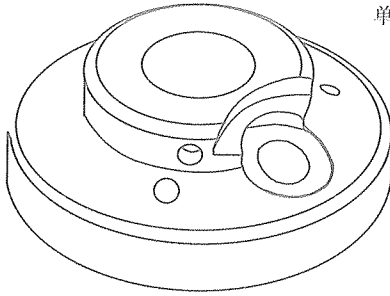


图7中部件2的详图

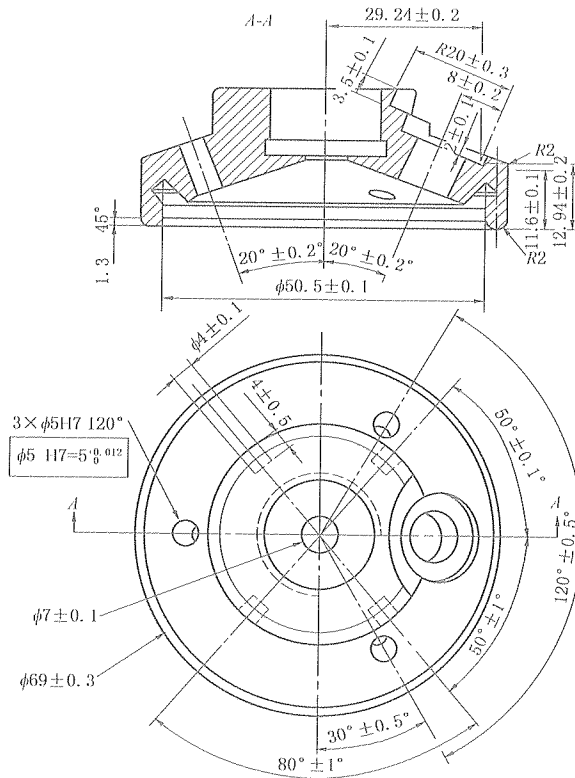
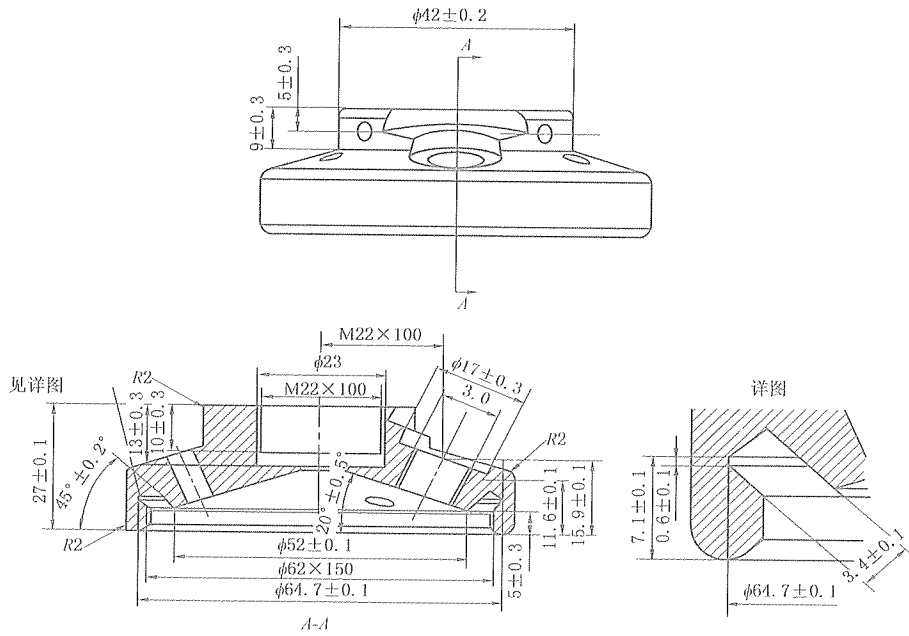


图9 塔锅盖

单位为毫米

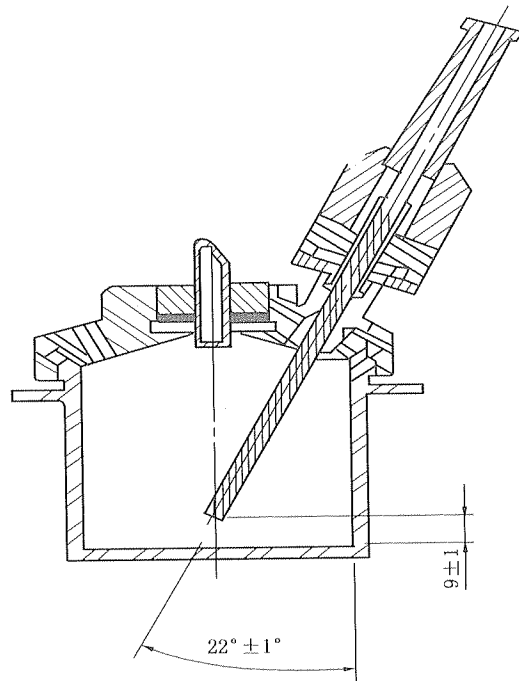


图 10 温度传感器安装位置

单位为毫米

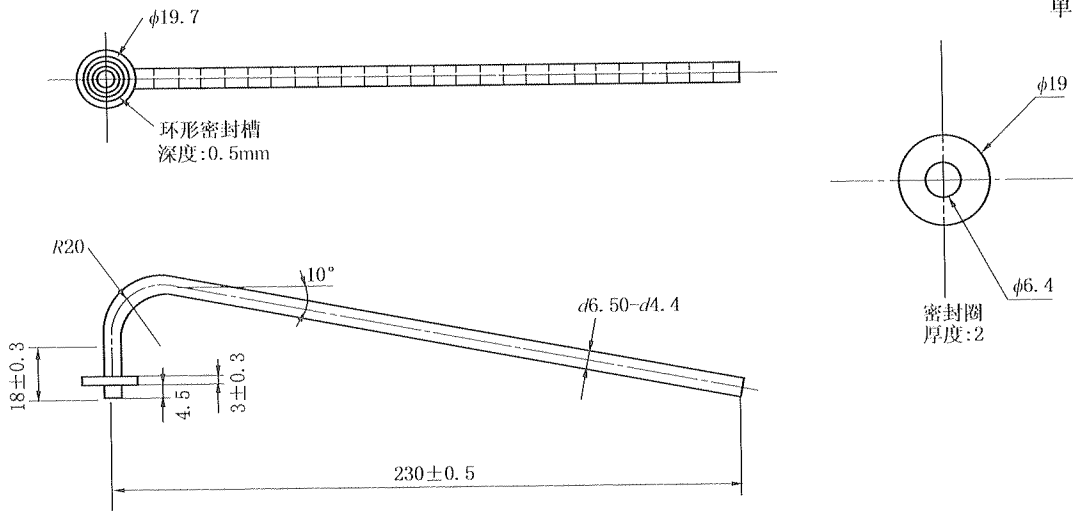


图 11 吸气管(不锈钢)及密封圈(图 7 部件 3、4 的详图)

书，激活试样的温度和压力曲线的适时打印。

- 20.15 离试验结束 3min 时，声音报警，按压“OFF”键。操作人守在仪器前，准备断开吸气管。
- 20.16 在试验进行 60min 之后，试验自动停止，仪器声音报警，提示试验结束。移开试样的温度传感器，在 15s 内断开吸气管，按压控制杆，移开坩埚，按压“OFF”键，停止报警。
- 20.17 将蒸发坩埚立即放入深度至少 30mm 的冷水中。
- 20.18 检查打印报告，确保试样的温度和压力曲线在指定的界限之内，如果有一条曲线不在指定的界限内，检查仪器和操作步骤是否与仪器制造商的说明书一致，检查后，从 20.2 条重新开始试验。
- 20.19 在 30min 后，将坩埚从水中取出，擦干外壁，小心地打开坩埚盖，该步骤要求十分严格，确保试样没有接触坩埚盖内部。

注：在试验的开始和试验的结束时，坩埚的处理都非常重要，坩埚内的试样不能溅到坩埚盖内表面，当这种情况出现时，将导致蒸发损失结果偏高，试验应重新做。

d3.2

单位为毫米

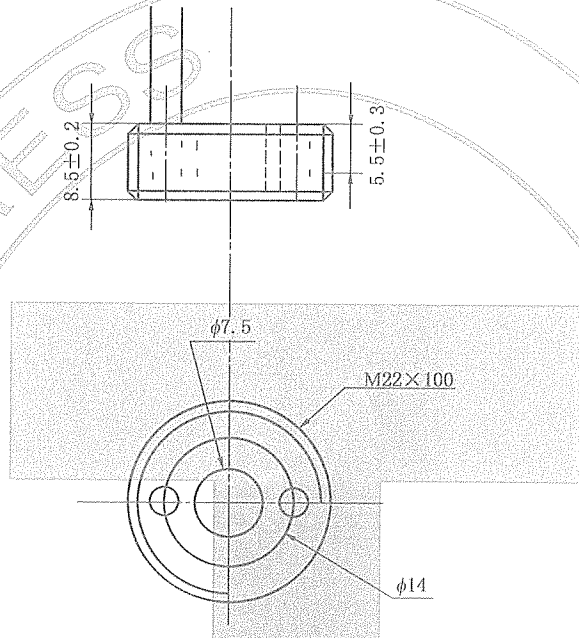


图 12 吸气管螺母(不锈钢)(图 7 中部件 5 的详图)

- 20.20 重新称量不带坩埚盖的坩埚重, 精确到 0.01g。
- 20.21 从 20.20 条的测量结果中扣除空坩埚重, 就是 M_2 的质量。
- 20.22 用式(4)计算标准油的蒸发损失 $m\%$ (质量分数), 精确到 0.1%。

$$m = [(M_1 - M_2) / M_1] \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中:

- M_1 ——试验前的标准油质量, g;
- M_2 ——试验后的标准油质量, g。

- 20.23 将校准仪器的测定值与标准油的给定值进行比较, 如果在规定范围之内, 继续进行第 21 章。
- 20.24 如果试验结果未在规定范围之内, 检查仪器是否按照仪器制造商的说明书安装, 试验步骤是否满足制造商的要求。
- 20.25 从 20.2 条开始继续试验, 重新检测标准油的蒸发损失。

21 试验步骤

21.1 称入试样 $65.0g \pm 0.1g$ 于坩埚中, 精确到 0.01g。

注: 取样应按 GB/T 4756 或 SY/T 5317。

- 21.2 继续进行 20.3 条 ~ 20.20 条的内容。
- 21.3 用式(4)计算试样的蒸发损失, 精确至 0.1% (质量分数)。

22 计算

22.1 蒸发损失是试样在试验前后的质量差值。试验样品是根据已记载的采用带有试验持续周期补偿的伍德合金仪器(250℃, 1h)的温度曲线进行加热的。带有试验持续周期补偿设置是因为: 当试验开始进行时, 加热器处于室温状态; 或者当几个试验进行后, 加热器处于高温状态, 没有冷却的阶段。打印报告来检查试验条件, 用式(5)计算蒸发损失 $m\%$ (质量分数)。

$$m = [(M_3 - M_4) / M_3] \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

式中:

M_3 ——试验前的试样质量, g;

M_4 ——试验后的试样质量, g。

22.2 根据试验样品的不同类型,一些采用 A 法和 B 法的试验结果有差异,采用其中一个方法的结果,可以通过如下的方式换算成另一个估计的结果。

22.2.1 全配方内燃机油

全配方内燃机油的诺亚克蒸发损失值范围在 10.5% ~ 21.5% 之间,在统计试验的基础上,结果有如下的相关性:

$$L_{Bn} = 1.030L_{An} \dots\dots\dots (6)$$

$$L_{An} = 0.970L_{Bn} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

L_{Bn} ——B 法测定内燃机油的蒸发损失;

L_{An} ——A 法测定内燃机油的蒸发损失。

式(6)95%的置信率的回归系数从 1.021 ~ 1.033;

式(7)95%的置信率的回归系数从 0.968 ~ 0.980。

22.2.2 基础油

基础油的诺亚克蒸发损失值范围在 4% ~ 25% 之间,在统计试验的基础上,结果有如下的相关性:

$$L_{Bj} = 0.962L_{Aj} \dots\dots\dots (8)$$

$$L_{Aj} = 1.039L_{Bj} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

L_{Bj} ——B 法测定基础油的蒸发损失;

L_{Aj} ——A 法测定基础油的蒸发损失。

式(8)95%的置信率的回归系数从 0.950 ~ 0.959;

式(9)95%的置信率的回归系数从 1.043 ~ 1.053。

注:诺亚克蒸发损失结果在用式(6)~(9)修正之前不能修约。

23 报告

23.1 报告 B 法的蒸发损失的测定结果,精确至 0.1% (质量分数)。

23.2 无论本试验 A 法的测定值或 B 法的测定值,都可以进行换算。

23.2.1 当试样的性质已知时,无论是基础油还是全配方内燃机油,根据 22.2.1 和 22.2.2, A 法或 B 法计算的蒸发损失都能等量换算为其他方法的结果,要根据试样的类型(基础油或全配方内燃机油)选择上述适当的计算公式。

23.3 当试样的蒸发损失是从原方法换算到以计算为基础的方法结果时,报告从 A 法换算为 B 法的结果,或者从 B 法换算为 A 法的结果,精确至 0.1% (质量分数)。

23.4 如果不知试样是内燃机油或基础油,采用 B 法报告试验结果,应确认是 B 法的试验结果,并要求提供试样性质,以计算用 A 法试验产生的标准值。

23.4.1 A 法的结果是 B 法换算得出的,或者 B 法的结果是 A 法换算得出的,都需要报告。

24 精密度和偏差

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

24.1 精密度

24.1.1 重复性 r

在同一实验室,由同一操作者,使用同一仪器,按相同的试验方法,对同一试样测得的两个连续试验结果之差小于下式的值:

$$r = 0.095X^{0.5} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X ——两次测定结果的平均值,%(质量分数)

24.1.2 再现性 R

在不同实验室,由不同操作者,使用不同仪器,按相同的试验方法对同一试样测得两个单一、独立试验结果之差不大于下式的值:

$$R = 0.26X^{0.5} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

X ——两次测定结果的平均值,%(质量分数)。

24.2 偏差

由于蒸发损失值由本试验方法测定,所以本标准无偏差。

25 质量控制

25.1 A法和B法需要通过分析质量控制样品(QC样品)来确定设备的性能。

25.2 监控测试过程之前,该标准的使用者应确定QC样品的平均值和控制范围(SH/T ××××和ASTMMNL7)。

注:SH 0843石化行业分析测试系统的评价统计技术法;ASTM MNL7分析数据控制图处理手册。

25.3 记录QC样品结果并且通过控制表或者其他相当的统计技术确定整个测试过程的统计控制水平(SH/T 0843和ASTMMNL7)。对任何超出范围数据的根本原因应进行调查。调查结果可能会需要对设备的重新校验。

25.4 QC样品测试的频率取决于测试过程稳定性的论证,可按客户要求和设备厂家的推荐。QC样品的精度应该根据测试方法精度的要求定期重新检查,以确保数据的质量。

25.5 如果可能,推荐定期测试的QC样品的类型应能代表常规分析样品的类型。QC样品在规定的使用期内供给充足,且在规定的存储条件下应保持均匀和稳定。

26 关键词

润滑油蒸发损失;Noack挥发度;润滑油挥发度。

附录 A

(资料性附录)

对诺亚克蒸发损失测定法的实用建议

- A. 1 确定压力计中注入正确的压力计液体。液体的密度要求苛刻，并且必须是压力计的设计材料(见 6.11 条下注)。毫米水柱(在 1 个重力加速度下)是压力单位。可以读取毫米水柱的压力计并不一定都使用水作为压力计液体。查阅手册或咨询制造商以获得正确的压力计液体的性质。
- A. 2 确定压力计的贮液槽被充满，使得压力计在内外压力一致的情况下能够精确的读零。每次测定前都要检验该步骤。蒸发可能导致压力计的贮液槽要经常地重新填充液体。保持该组件的水平也是很重要的。
- A. 3 对倾斜的压力计，要确定读取在 1mm 水柱和 20mm 水柱处的相同位置的凹液面。
- A. 4 用于连接的橡皮管应定期更换，因为长期使用，油渍会使橡皮管膨胀。
- A. 5 定期清洗附在抽出系统部件上的物质，特别是 Y 型玻璃管更需要定期清洗。
- A. 6 当样品放入金属浴时，金属浴温度会有一些降低。在约 3min 内恢复到规定温度。
- A. 7 压力传感器或加热坩埚周围强烈的空气流动或湍动将会对测试精度产生不利影响。将仪器放在避风处；但由蒸发产生的气体一定要由通风装置排到户外。
- A. 8 每次试验之后用溶剂彻底清洗坩埚和盖子，晾干。用热的清洗溶剂浸泡以除去坚硬的漆膜，或用金刚砂粉轻轻刮掉。
- A. 9 真空度设定并保持在准确的位置，否则诺亚克的数值可能有很大的改变，试验开始前 30min 打开泵。真空泵应该使用烃类溶液清洗(咨询生产商推荐合适的溶剂)。进行压力测试，保持真空泵运转直到压力稳定。
- A. 10 管子内部和连接处聚集的冷凝液体也是产生问题的原因。
- A. 11 每天分析样品时应先分析 CEC 标准油 RL-172，并确保所使用标准油证书的正确，因为有些供应商可能没有及时更新其标准油证书。应注意 A 法和 B 法蒸发损失结果的不同。
- A. 12 在试验前，吸气管、玻璃管、硅胶管及空气透气孔，应确保清洁。
- A. 13 经常观察传感器上可能存在的残渣和伍德合金，并在一系列试验后，定期检查并清除。
- A. 14 试验前检查所有的连接处，确保密封，应保证所有的连接处没有任何阻碍。所有管子要能够使流体向下流入真空泵(没有低点)。
- A. 15 确保温度传感器支撑弹簧运转正常，正确地固定传感器。温度传感器应该洗掉漆膜。
- A. 16 在自动仪器上，如果测试前压力偏离零位，则需重新校正压力。
- A. 17 如果吸气管松动，检查衬垫，并加固。
- A. 18 坩埚和热传感器周围的伍德合金必须充满并溢出。
- A. 19 操作样品坩埚时，应始终小心不要让试样溅到坩埚盖子上，尤其是取盖子时更要注意。使用带有装配面的固定器固定坩埚有助于避免操作坩埚时试样的溅起。
- 坩埚盖子不要上得过紧，不要使用吸气管作为把手来拧紧或松开盖子。
- A. 20 计时：坩埚放入孔座中，连接真空泵并启动计时。
- A. 21 试验时在打开秒表前打开泵。首次测试前，装置的电子器件应通电至少 30min 以预热真空传感器。推荐电子器件整夜通电。
- A. 22 试验过程中，经常检查记录温度和标准温度计的一致性。温度回路电子器件要用校准好的温度传感器模拟器进行校验，至少每月进行一次。
- A. 23 试验结束时，关闭真空泵，在 1min 之内把坩埚放入冷浴中。

- A. 24 试验过程中切勿将坩埚倾斜，特别是结束时。
- A. 25 坩埚处于常温时才能称量，不要借助外部力量(如锤子)打开或盖上坩埚盖。
- A. 26 试验结束时，检查由自动机器扫描到的压力和温度，确认已定的参数在试验过程中一直都保持不变。



附录 B

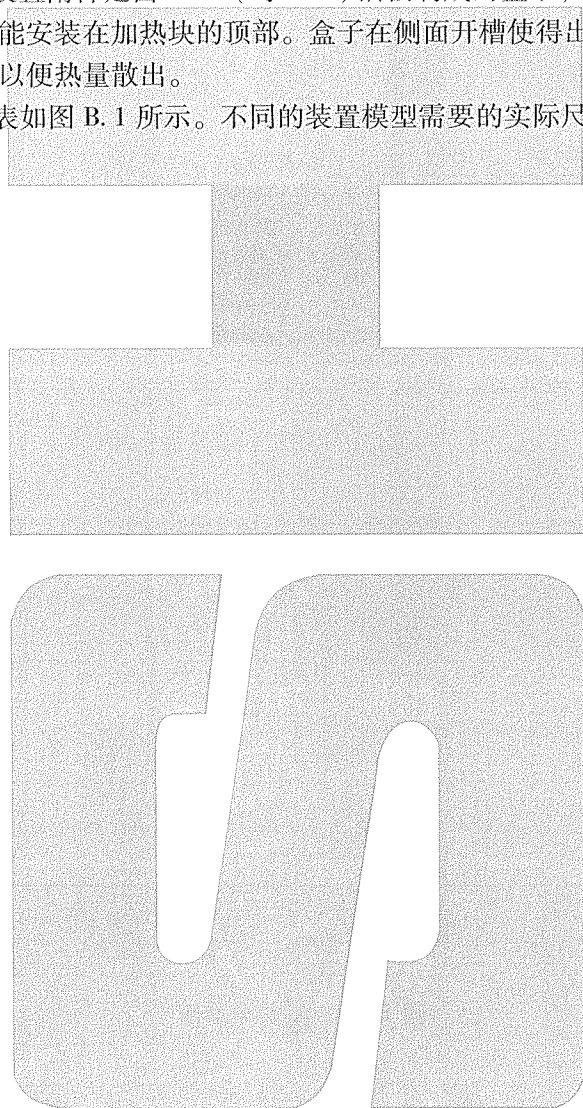
(资料性附录)

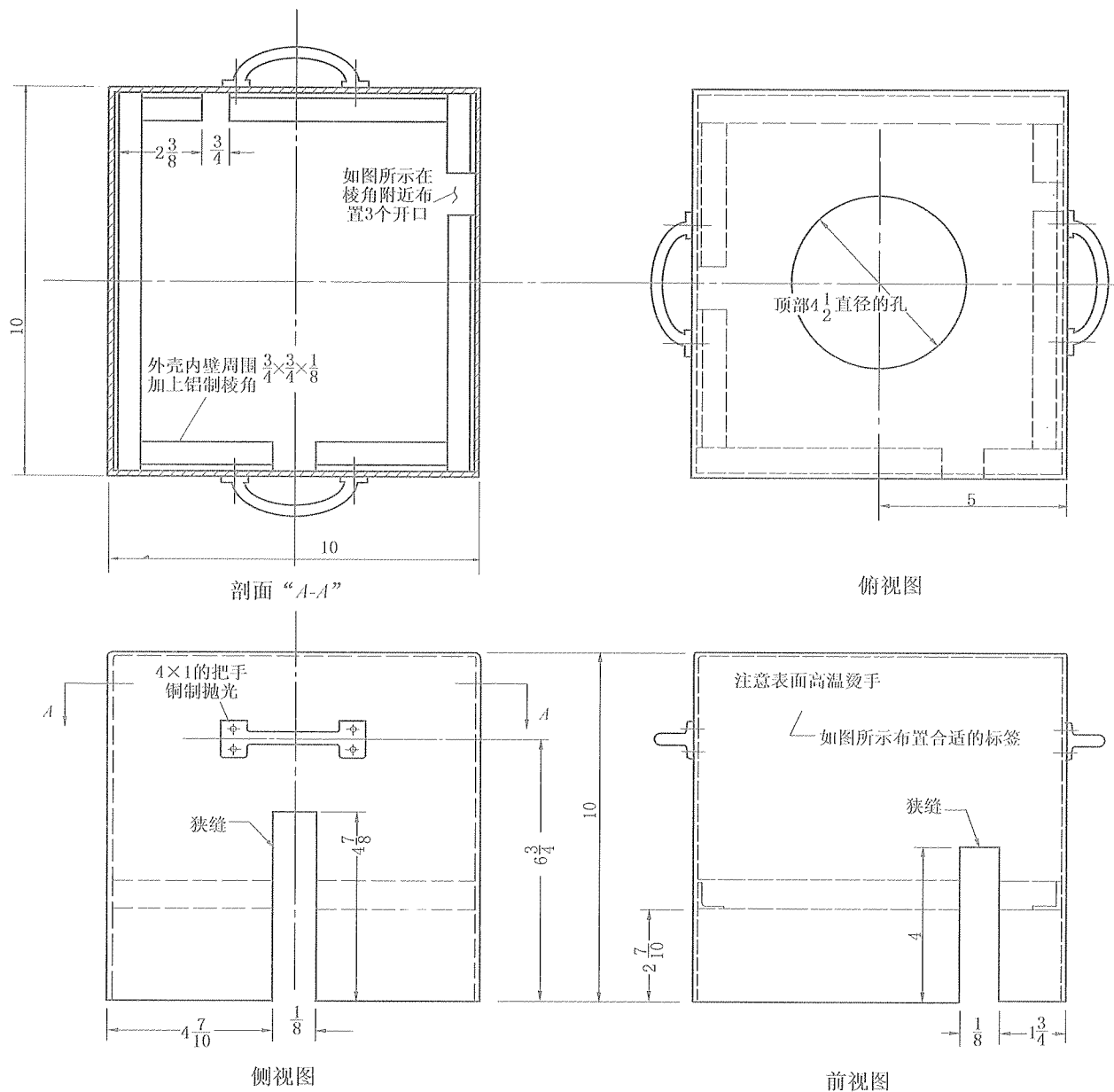
诺亚克避风装置的挡风板

B.1 在实验室操作，诺亚克装置对避风环境的要求很苛刻。本附录中描述的附件能够较好地保证避风环境，因为这些装置是在避风罩下运转。该附件用一个金属盒隔绝仪器的加热环境，因此在保证充分热量交换的同时迅速而显著地减少试样周围的空气流动。

B.2 在本标准中使用的装置附件是由 14GA (约 2mm) 铝板制成的盒子，它的长度和宽度要比加热体顶端的尺寸略大以使其能安装在加热块的顶部。盒子在侧面开槽使得出口管和温度传感器电线可以通过，并且在顶部开孔以便热量散出。

B.3 该附件的总形状图表如图 B.1 所示。不同的装置模型需要的实际尺寸会略有不同。





注1：按图示合适的尺寸制造外壳。

注2：外壳材料为14GA(约2mm)铝。

注3：制作把手并固定在距棱角19mm处。

图 B.1 盖支撑装置

附录 C
(资料性附录)

本标准的章条编号与 ASTM D5800 - 08 的章条编号对照表

C.1 本标准的章条编号与 ASTM D5800 - 08 的章条编号对照表见表 C.1。

表 C.1 本标准的章条编号与 ASTM D5800 - 08 的章条编号对照表

本标准的章条编号	ASTM D5800 - 08 的章条编号
—	4.2
—	4.5
8.1	8.1、8.2
8.2	8.3
13	13.1、13.1.1
18.1	18.1、18.2
—	23.1
23.1	23.1.1
24.1	24.3.1
24.2	24.3.2
24.3	24.4
25	34
26	35
附录 A	附录 X1
—	附录 X2
附录 B	附录 X3
附录 C	—
—	方法 C

注：表中章条编号以外的本标准的其他章条编号与 ASTM D5800 - 08A 法和 B 法的章条编号均相同且内容相对应。

中华人民共和国石油化工
行业标准
润滑油蒸发损失的测定 诺亚克法
NB/SH/T 0059—2010

*

中国石化出版社出版发行
地址：北京市东城区安定门外大街 58 号
邮编：100011 电话：(010)84271850
石化标准编辑部电话：(010)84289937
读者服务部电话：(010)84289974
<http://www.sinopec-press.com>
E-mail:press@sinopec.com.cn
北京金明盛印刷有限公司印刷
版权专有 不得翻印

*

开本 880 × 1230 1/16 印张 1.75 字数 48 千字
2011 年 4 月第 1 版 2011 年 4 月第 1 次印刷

*

书号：155114 · 0237 定价：23.00 元
(购买时请认明封面防伪标识)