

发动机油表观黏度的测定

冷启动模拟机法

1 范围

1.1 本标准规定了发动机油表观黏度的实验室测定方法。

1.2 本标准适用于在 $-5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,剪切应力约为 $50\ 000\ \text{Pa}\sim 100\ 000\ \text{Pa}$,剪切速率为 $10^5\ \text{s}^{-1}\sim 10^4\ \text{s}^{-1}$,黏度在 $500\ \text{mPa}\cdot\text{s}\sim 25\ 000\ \text{mPa}\cdot\text{s}$ 的发动机油。仪器的测定范围取决于仪器的型号和所安装的软件版本。本标准提供了用冷启动模拟机(CCS)测定发动机油表观黏度的手动和自动两种步骤。

1.3 附录 A 是用于测定高黏弹性样品的专用步骤。

1.4 本标准采用[SI]国际单位制单位。

1.5 本标准涉及某些有危险的材料、操作和设备,但并未对与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 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3710:1988)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

牛顿油 **Newtonian oil**

牛顿液 **Newtonian fluid**

在任何剪切速率下其黏度均为一恒定值的油或液体。

3.2

非牛顿油 **non-Newtonian oil**

非牛顿液 **non-Newtonian fluid**

黏度值随剪切应力或剪切速率的变化而改变的油或液体。

3.3

黏度 **viscosity**

在一定的应力下液体流动的内部阻力,可用式(1)表示为:

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

式中:

η ——黏度;

τ ——单位面积上的应力;

$\dot{\gamma}$ ——剪切速率。

注:有时称其为动力黏度系数。该系数用来衡量液体流动阻力的大小。在国际单位制中黏度的单位是帕斯卡·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)。

3.4

表观黏度 apparent viscosity

应用本标准方法测定得到的黏度。

注：由于许多发动机油在低温条件下是非牛顿液，其表观黏度会随剪切速率而变化。

3.5

校准油 calibration oils

具有已知黏度和黏温性的油品，用于确定黏度与 CCS 转子速度之间的校正关系。

3.6

试验油 test oil

使用本方法测定其表观黏度的油品。

3.7

黏弹性油 viscoelastic oil

在转子运转期间，会沿转子轴向上爬的非牛顿油或非牛顿液。

4 方法概要

用直流电机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样品，通过调节流过定子的冷却剂的流量来维持试验温度，并在靠近定子内壁处测定这一温度。校正直流电机的转速使之作为黏度的函数。由校正的结果和直流电机的转速来确定样品的黏度。

5 仪器

5.1 本方法采用两类仪器：手动 CCS(见 5.2)和自动 CCS(见 5.3)。

5.2 手动 CCS：包括一个驱动定子中转子的直流电动机；一个转子转速探测器或测定转子速度的转速计；一个直流安培计和微电流调节旋钮；一个可将温度控制在设定温度上下 0.05 °C 范围内的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。

5.3 自动 CCS：包括 5.2 中描述的 CCS，以及计算机，计算机接口和自动进样系统。在自动 CCS 中因为采用了新样品冲洗黏度池的方法来顶替原有样品，故未采用手动 CCS 用溶剂清洗样品池时用于加热热乙醇(或甲醇)循环器。

注：在一些 CCS 仪器中，采用固态电子温控制冷系统。

5.4 校正过的热电偶：置于定子内表面的附近，用于测量试验温度。

5.5 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隔热措施。

注：也可采用热电制冷取代机械制冷。

温度探头与定子上的热电偶插孔之间要传热良好；定期清洗热电偶插孔并更换一小滴高含银的导热介质。调节冷却剂的温度使黏度池的温度至少低于试验温度 10 °C。

注：若使用装有热电冷却系统的仪器制冷，循环系统(冷却器)中使用的水或其他合适的液体的冷却温度应当设定到 5 °C 左右，以保持试样的试验温度不变。

在使用干冰制冷系统时，应先在黏度池中放一个低黏度的样品并启动 CCS 马达，调节安装在冷却剂循环系统上的阀门，来确保使用干冰系统的最适宜的温度控制。

5.6 冷却剂：无水乙醇(或无水甲醇)如果由于在高湿度条件下使用而使无水乙醇(或无水甲醇)吸水，就要用新的无水乙醇(或无水甲醇)来替换，以确保温度控制的可靠，尤其是用干冰冷却时。

5.7 可选用的冷却剂循环器：使用该配件(仅对手动 CCS 而言)给定子提供热的乙醇(或甲醇)有利于试样的替换和溶剂的挥发。

6 试剂与材料

6.1 丙酮:分析纯。

警告:丙酮为易燃试剂,使用中应注意安全。

6.2 无水乙醇:分析纯。用作冷却剂。

警告:乙醇为易燃试剂,其蒸气有害,使用中应注意安全和防护。

6.3 无水甲醇:分析纯。用作冷却剂。

警告:甲醇为易燃试剂,使用中应注意安全和防护。

6.4 石油醚:分析纯,60℃~90℃。

警告:石油醚为易燃试剂,使用中应注意安全。

6.5 校准油:具有已知黏度和黏温性能的低浊点牛顿油。在规定温度下的近似的黏度值列于表1中,准确黏度值见具体校准油。

表1 校准油

校准油	近似 ^a 的黏度/(mPa·s)						
	-5℃	-10℃	-15℃	-20℃	-25℃	-30℃	-35℃
CL-10							1 700
CL-12					800	1 600	3 200
CL-14					1 600	3 250 ^b	7 000 ^c
CL-16					2 500	5 500	11 000
CL-19				1 800	3 500 ^b	7 400 ^c	17 000
CL-22			1 300	2 500	5 100	11 000	
CL-25			1 800	3 500 ^b	7 400 ^c	17 200	
CL-28		1 200	2 500	5 000	9 300		
CL-32		1 800	3 500 ^b	7 300 ^c	15 900		
CL-38		2 900	5 800 ^c	13 000			
CL-48	2 300	4 500 ^b	9 500	21 000			
CL-60	3 700	7 400 ^c	15 600				
CL-74	6 000 ^b	12 000					

a 具体精确数值从校准油供应商处得到。
b 用于 CCS-2B 或 CCS-4/5 仪器及 3. X 或 5. X 版本的软件进行校正的校准油。
c 用于 CCS-4/5 仪器及 4. X 或 6. X 版本的软件进行校正的校准油。

7 安全注意事项

7.1 在无水乙醇(或无水甲醇)、丙酮和石油醚的使用中应注意防范毒性和可燃性。

7.2 如果无水乙醇(或无水甲醇)从仪器中泄漏出来,在继续试验前应对泄漏进行修理。

8 取样

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样品。当容器中的样品温度低于室内的露点温度时,应在打开容器前将样品加热到室温。如果样品中有悬浮的固体物质则应使用过滤器或离心机以除去大于 5 μm 的固体颗粒。不可振动样品,否则会导致空气的进入,产生错误的黏度结果。

9 校正

9.1 手动 CCS 的校正

9.1.1 在启用新仪器或更换黏度池部件及驱动部件(马达、皮带、转速计等)时,均要求测定马达的电流。最初,要每个月重复检查马达的电流(在 9.1.2 中具体讲述),直到马达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。

9.1.2 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,并按照第 10 章中所讲述的那样在 -20 °C 的温度下运行 3 500 mPa·s 的黏度标准样。当驱动马达转动时,通过调节电流微调旋钮,在速度表上获得 0.240±0.010 的读数。后续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 9.1.3 中描述的那样重新校正。

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

当被测液体的黏度范围很窄时,最少可以使用三个包括被测样品黏度范围的校准油。

9.1.4 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校准油黏度对应关系的光滑曲线。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产生。图 1 为一条典型的曲线。也可使用 9.1.4.1 中的方程作为绘图法的一个替代方法。

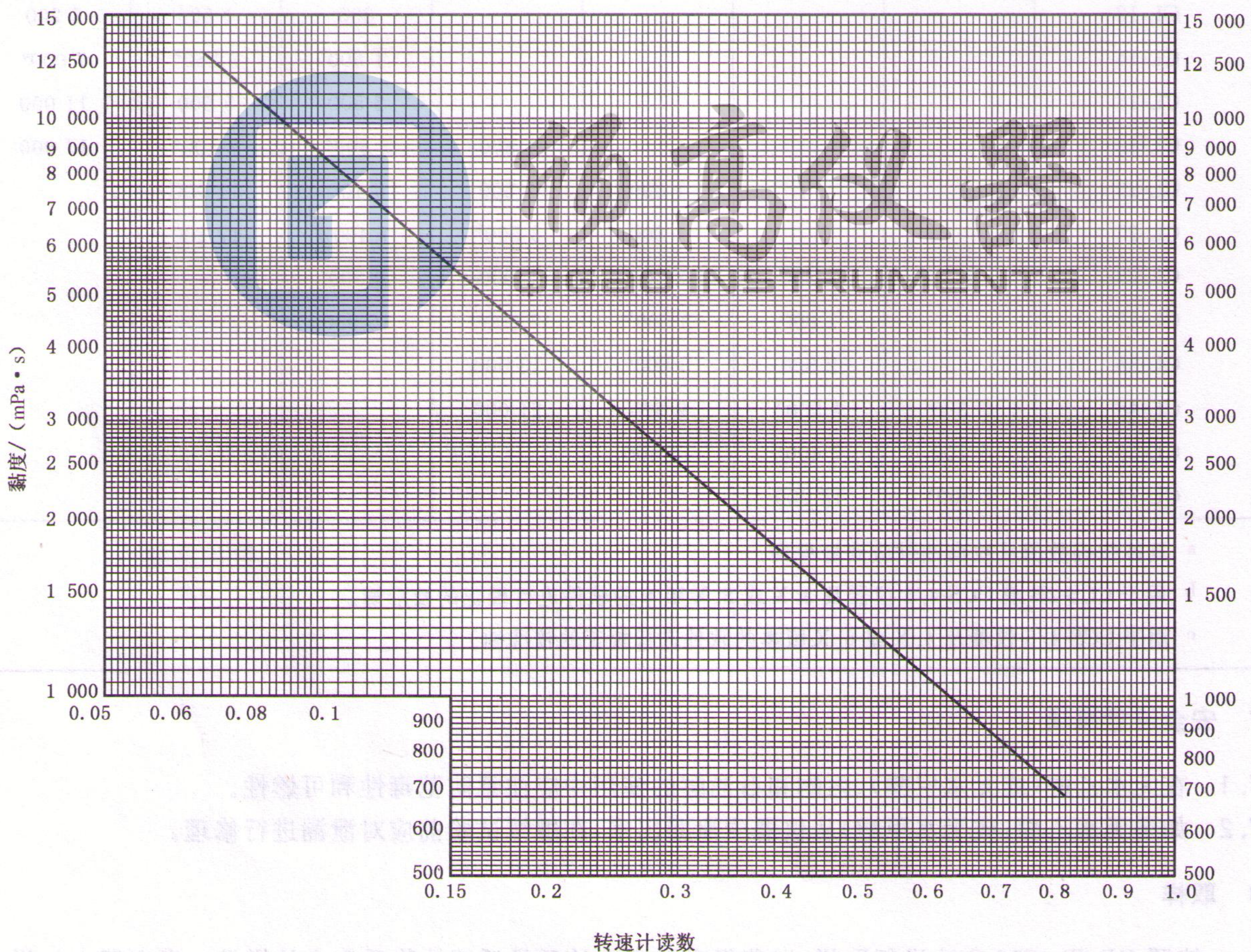


图 1 典型的校正曲线

9.1.4.1 作为替代方法的方程计算表达式:在有限的黏度范围之内的校正数据能够很好地遵从式(2)。

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

式中:

η ——黏度;

b_0, b_1, b_2 ——用不少于 3 个校准油测定的常数;

N ——观察到的转速计读数。

9.1.4.2 当有三组以上的数据可供使用时,将这些数据代回到式(3)的方程计算常数值 b_0, b_1 和 b_2 的值:

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

9.1.5 当用一个校准油检查时,如果与由校正曲线计算的数值相差超出 $\pm 5\%$,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。

9.2 自动 CCS 的校正

9.2.1 在启用新仪器或更换黏度池部件及驱动部件(马达、皮带等)时,均要求测定驱动电流。最初,要每个月重复检查马达的电流(在 9.2.2 中具体讲述),直到马达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。

9.2.2 马达电流的测定:在 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下按照 11 章中的步骤运行在 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 时黏度为 $3\ 500\ \text{mPa}\cdot\text{s}$ 的校准油。当打开驱动马达时,用电流调节器将转子的转速调节到 0.240 ± 0.005 的速度读数(在计算机显示器上以“Speed”显示出来)。后续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 $3\ 500\ \text{mPa}\cdot\text{s}$ 的黏度校准油在 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下为了保持 0.240 ± 0.005 的读数而必须改变电流值时,仪器要按照 9.2.3 中的规定重新校正。

9.2.3 校正步骤:按照第 11 章的步骤,在每个温度下,使用表 1 中相应温度下的校准油进行校正。

通常当测定样品的黏度值集中于很窄的黏度范围时,可以最少使用四个包括被测样品黏度范围的校准油。

9.2.4 校正方程:按照 9.1.4.1 中的规定,计算机程序将每个校准温度下黏度范围内至少四组以上的数据(黏度和速度)进行回归。

9.2.5 当运行校准油进行检查时,如果与储存的校正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。

10 手动 CCS 试验步骤

注意:冷却池在整个仪器运行期间应充分搅拌,否则会导致冷却池内部存在较大的温差。这些温差会影响试样的温度,降低黏度测量的精确度。

10.1 建立校正曲线或方程(见第 9 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,并对每个需要的温度进行校准。当运行作为校正检查(见表 1 的脚注 b)的样品时的驱动电流与在 9.1.2 中确定的电流之差大于 0.005 A 时,需对原先按 9.1.2 步骤测定的电流值进行重新的设定;在运行 15 s 之后观察并校对电流值。当测定的黏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 9.1.3 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。

10.2 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,并在管子的一头插上橡胶塞。对于黏弹性的样品来说,当马达启动时(参见 10.2.2),为了阻止试样将橡胶塞从管子中挤出而使黏度池剪切区的试样排空,必须压紧此橡胶塞。附录 A 为高黏弹性样品提供的专用步骤。

注:有些样品在室温条件下有足够大的黏度,以致于无法流入转子与定子之间的环形面。可以将那些在室温条件

下运动黏度超过 $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ 的样品加热后(不要超过 $50 \text{ }^\circ\text{C}$)再注入到黏度池中。

10.2.1 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 5.5。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 $30 \text{ s} \sim 60 \text{ s}$ 内达到 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 的试验温度, $-30 \text{ }^\circ\text{C}$ 的试验温度应在 $60 \text{ s} \sim 90 \text{ s}$ 内达到。如果没有达到这些要求,应更换无水乙醇(或无水甲醇)(见 5.6)或调节无水乙醇(或无水甲醇)的冷却温度。温度指示仪表及冷却剂循环控制系统的零位温度指示表明达到试验温度。调节用于温度指示的仪表的设置钮,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。

10.2.1.1 如果达到控制温度的时间过慢,满足不了如上的要求,要更换冷却无水乙醇(或无水甲醇)(见 5.6)或降低冷却无水乙醇(或无水甲醇)的温度(见 5.5)。

10.2.1.2 如果达到控制温度的时间快于上面所要求的时间,应升高冷却无水乙醇(或无水甲醇)的温度以获得更满意的控温效果。

10.2.2 在冷却剂流出 $180 \text{ s} \pm 3 \text{ s}$ 后启动马达。

10.2.3 将转速计插头接在标有“CAL”字样的接口上,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)时也会发生数字转速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 10.3 的步骤清洗,用新试样按 10.2 的步骤重新运行。

10.2.4 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,模拟仪表的读数估计至最小分度的十分之一。关闭马达和冷却剂控制开关。

10.3 按如下步骤清洗 CCS:

- a) 清洗时开启热乙醇(或甲醇)循环器加热定子($35 \text{ }^\circ\text{C} \sim 45 \text{ }^\circ\text{C}$),保持热乙醇(或甲醇)的流动直到 b) 完成;
- b) 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),用真空泵干燥黏度测定池。在干燥的最后阶段,用手转动转子几圈以确保转子和定子之间的间隙是清洁干燥的;
- c) 也可按 10.2 中的描述,使用 30 mL 以上的下个样品冲洗黏度池中原有的样品并将其充满,作为 a) 和 b) 用溶剂清洗的一个替代方法。

10.4 为了防止仪器因偶然开启而造成的损坏,完成全部的试验之后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的第一个运行的试样。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。

11 自动 CCS 试验步骤

11.1 按 9.2 的步骤建立校正方程。

11.2 将试样注满 60 mL 的玻璃瓶,并在计算机上标示出对应的试样编号。

11.2.1 建议在仪器正式工作前,使用校准试样或二级标准油做检查之用。

11.2.2 当测定的校准试样或二级标准油结果超出预期值的 $\pm 5\%$ 时,此结果应值得怀疑。

11.3 计算机程序运行后,新的试样将自动冲洗掉黏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。转子速度的测定和样品黏度的计算可从计算机屏幕上看到。

无需对黏度池进行加热和溶剂清洗即可进行下一试样的操作。

12 报告

12.1 手动 CCS 报告

从 9.1.4 的曲线或 9.1.4.1 的式(2)中以毫帕斯卡·秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$)为单位计算样品的表观黏度,精确到 $10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$,并记录温度。

12.2 自动 CCS 报告

在计算机显示器上直接读出经程序计算的黏度和温度,精确到 $10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

13 精密度和偏差

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

13.1 精密度(手动):

该试验方法的精密度是通过多个不同实验室采用 CCS-2B 仪器的统计结果测定的。使用样品的温度范围为 $-5 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim -30 \text{ }^{\circ}\text{C}$,黏度范围为 $1\,560 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 10\,200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

13.1.1 重复性(r)

在同一实验室由同一操作者使用相同仪器,对同一样品连续测得的两个结果之差不应超过平均值的 5.4%。

13.1.2 再现性(R)

在不同的实验室由不同操作者使用不同仪器,对同一样品所测得的两个单一、独立的结果之差不应超过平均值的 8.9%。

13.2 精密度(自动):

该试验方法的精密度是通过多个不同实验室的统计结果测定的。参与的实验室有 9 家,使用了 10 个发动机油的样品,使用的是装有版本为 4. X 或更高版本软件的 CCS-4/5(自动)分析仪器,所使用的样品的温度范围为 $-10 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim -35 \text{ }^{\circ}\text{C}$,黏度范围为 $2\,800 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 18\,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

13.2.1 重复性(r)

在同一实验室由同一操作者使用相同仪器,对同一样品连续测得的两个结果之差不应超过平均值的 2.6%。

13.2.2 再现性(R)

在不同的实验室由不同操作者使用不同仪器,对同一样品所测得的两个单一、独立的结果之差不应超过平均值的 7.3%。

13.3 偏差

由于低温下发动机油表观黏度仅由此方法定义,故此方法测定发动机油低温表观黏度的步骤没有偏差。

14 关键词

表观黏度;冷启动;启动;发动机油;石油和石油产品;黏度。