

润滑脂宽温度范围滴点测定法

警告——本标准可能涉及到有危险的材料、操作和设备。但并未把运用本标准过程的所有安全问题都标出。本标准的使用者在使用之前有责任咨询,并建立相应的安全和保健措施,并确定规章限定的适用范围。

1 范围

本标准适用于测定润滑脂宽温度范围的滴点。

注1:滴点对于帮助鉴别润滑脂的类型和确定质量控制的基准是有用的。但是由于滴点测定属于静态试验,因此认为其试验结果对于润滑脂使用性能意义有限。

注2:统计试验表明,一般情况下,本标准 and GB/T 4929 测定的滴点数据在 260 °C 范围内是一致的。当结果不同时,这也无关紧要,但供需双方对所用的试验方法应取得一致意见。

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 4929 润滑脂滴点测定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

滴点 **dropping point**

滴点是对润滑脂组成赋予的数值,表示润滑脂从脂杯中滴落第一滴并到达试管底部时的温度,该温度值需要修正。

3.2

润滑脂 **lubricating grease**

将稠化剂分散在液体润滑剂中所形成的一种稳定的半流体状到固体状的产物。

3.3

观测滴点 **observed dropping point**

第一滴润滑脂从脂杯中滴落到试管底部时,温度计显示的温度。

3.4

稠化剂 **thickener**

在润滑脂中,使微小颗粒分散在液体润滑剂中形成骨架结构的物质。

4 方法概要

将润滑脂填入脂杯,放入试管中,试管放在预先设置恒温的铝块炉中。试管中放置温度计,温度计不与润滑脂试样接触,在同试样无接触的条件下测量试管内温度。当试管内温度升高到第一滴润滑脂试样从脂杯中滴落到试管底部时,记录温度计显示的温度,作为观测滴点,精确至 1 °C。同时记录铝块炉的温度,精确至 1 °C。取铝块炉的温度与试管中温度计温度差的三分之一作为修正系数,与观测滴点相加,即为润滑脂试样的滴点。

5 仪器

5.1 滴点装置:见图 1,由以下部件组成。

5.1.1 脂杯:镀铬黄铜杯,尺寸见图 1 中的 A 所示。

5.1.2 试管:带边缘的薄壁玻璃试管,尺寸见图 1 中的 B 所示。

5.1.3 脂杯支架:玻璃管,见图 1 中的 C 所示。

5.1.4 温度计:符合 GB/T 514 中的 GB—29 温度计的要求,见图 1 中的 D 所示。

5.2 温度计夹:见图 1 中的 E-1 所示。

5.3 衬套:见图 1 中的 E-2 和 E-3 所示。

5.4 衬套支撑圈:见图 1 中的 E-4 所示。

5.5 温度计深度量规:见图 1 中的 E-5 所示。

5.6 金属棒:见图 1 中的 E-6 所示。

5.7 脂杯量规:见图 1 中的 E-7 所示。

5.8 铝块炉:输出功率 700 W,设计尺寸见图 2。铝块炉应具备完整的盒式加热器,通过控制加热器以获得、维持所需温度。

5.9 铝块炉温度计:见图 1 中的 F 所示。

6 试验步骤

6.1 仪器组装

6.1.1 将脂杯、脂杯支架和试管彻底地清洗干净。当脂杯清洁无残留物时才可以使⽤。如果脂杯内的电镀层显示出已磨损,则应停止使⽤该脂杯。

6.1.1.1 在使⽤新的脂杯前应使⽤脂杯量规(5.7)检查脂杯规格。用 2.78 mm 测杆作为“通过”量规,2.83 mm 测杆作为“不通过”量规,来核对应脂杯下部孔口尺寸。如果孔口尺寸不够大,则必须扩孔至合适的尺寸。如果孔口太大,则该脂杯报废。

注:脂杯如果尺寸合适,无需每次试验前都重新测定尺寸。

6.1.2 试管应干净无残留物,并且与图 1 中的 B 所示规格尺寸一致。检查试管有无碎裂缺口或裂纹,必要时进⽣更换。

6.1.3 温度计的感温泡表面应干净无残留物。检查衬套(5.3)是否清洁并且确保温度计夹(5.2)完全牢牢地将温度计固定住。

6.1.4 用于支撑脂杯的试管应该是没有碎裂缺口、裂纹、残留物或污浊物的,而且脂杯支架的规格尺寸要与图 1 中的 C 所示一致。必要时进⽣更换。

6.1.5 在铝块炉的每个试管孔和温度计孔中,分别插入空试管和温度计(5.1.4)。按表 1 在保证测得的试样滴点不高于该炉温对应的最高滴点条件下,选择最低炉温进⽣试验。

表 1 铝块炉温度对应的最高滴点

铝块炉温度/°C	最高滴点温度/°C
121±3	116
232±3	221
288±3	277
316±3	304
343±3	330

6.1.6 选择和使⽤试管和附件(图 1 中 E-1、E-2 和 E-3),使温度计摆动减至最小。试验前所⽣的部件均须处于室温。按图 1 中的 F 所示,从附件 E-1 到附件 E-4 逐次装配到温度计上。调整衬套(5.3)和衬套支撑圈(5.4),使衬套支撑圈距离温度计感温泡端约 25 mm。把脂杯支架(5.1.3)放入试管(5.1.2)

中。将温度计深度量规(5.5)和温度计组合件插入试管。调整温度计,使其感温泡端嵌入脂杯量规内。调整衬套和温度计夹(5.2),使衬套凸肩压在试管口边缘上。

6.2 样品测试

6.2.1 从脂杯(5.1.1)大口压入试样,直到装满为止。用刮刀除去多余的脂,使脂面与杯口齐平。脂杯小口朝下并保持垂直位置,轻轻套入金属棒(5.6)直到金属棒伸出脂杯大口约 25 mm 为止。用金属棒同时接触杯上下圆周挤压杯中的脂,用食指使脂杯在金属棒上旋转,螺旋型地向下移动,脂的锥体部分被粘附在金属棒上而被除去。当脂杯接近金属棒的下端时,将金属棒小心地从脂杯中滑出,杯内留下一层厚度均匀的平滑脂膜。

6.2.2 从试管中取出温度计组合件和温度计深度量规,把脂杯放在试管中的脂杯支架上,并重新装上温度计组合件。温度计的位置不必再调整,因为此时温度计感温泡端和杯口之间已有适当的间隙。

6.2.3 从铝块炉中取出空试管,并轻轻插入试管组合件(图 1 中 G),试管组合件在脂杯支架中确保垂直。

注:如果脂杯倾斜,温度计感温泡可能与脂膜接触,这会导致结果误差。

6.2.4 当脂杯滴落第一滴试样,脱离杯口达到试管底部,记录此时的试样温度和炉温,精确至 1 °C。某些类型润滑脂,如含有单皂成分或特殊类型聚合物的脂,会形成带有尾巴的滴,记录润滑脂滴落到试管底部时的温度作为观测滴点。

注:铝块炉应能容纳最多 6 个相同或不同的润滑脂试样同时进行滴点测定。可以同时进行重复测定。

7 计算

按式(1)计算试样滴点 D :

$$D = t_0 + (t_1 - t_0) / 3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

D ——滴点,单位为摄氏度(°C);

t_0 ——从脂杯中滴落第一滴试样到试管底部时的温度,单位为摄氏度(°C);

t_1 ——试样滴落时铝块炉的温度,单位为摄氏度(°C)。

8 结果表示

由第 7 章得到的结果报告滴点,精确到 1 °C。

9 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

注:为得到精确数值,润滑脂的滴点低于 221 °C 则使用厚壁玻璃耐温试管;润滑脂的滴点高于 221 °C 则使用薄壁试管。

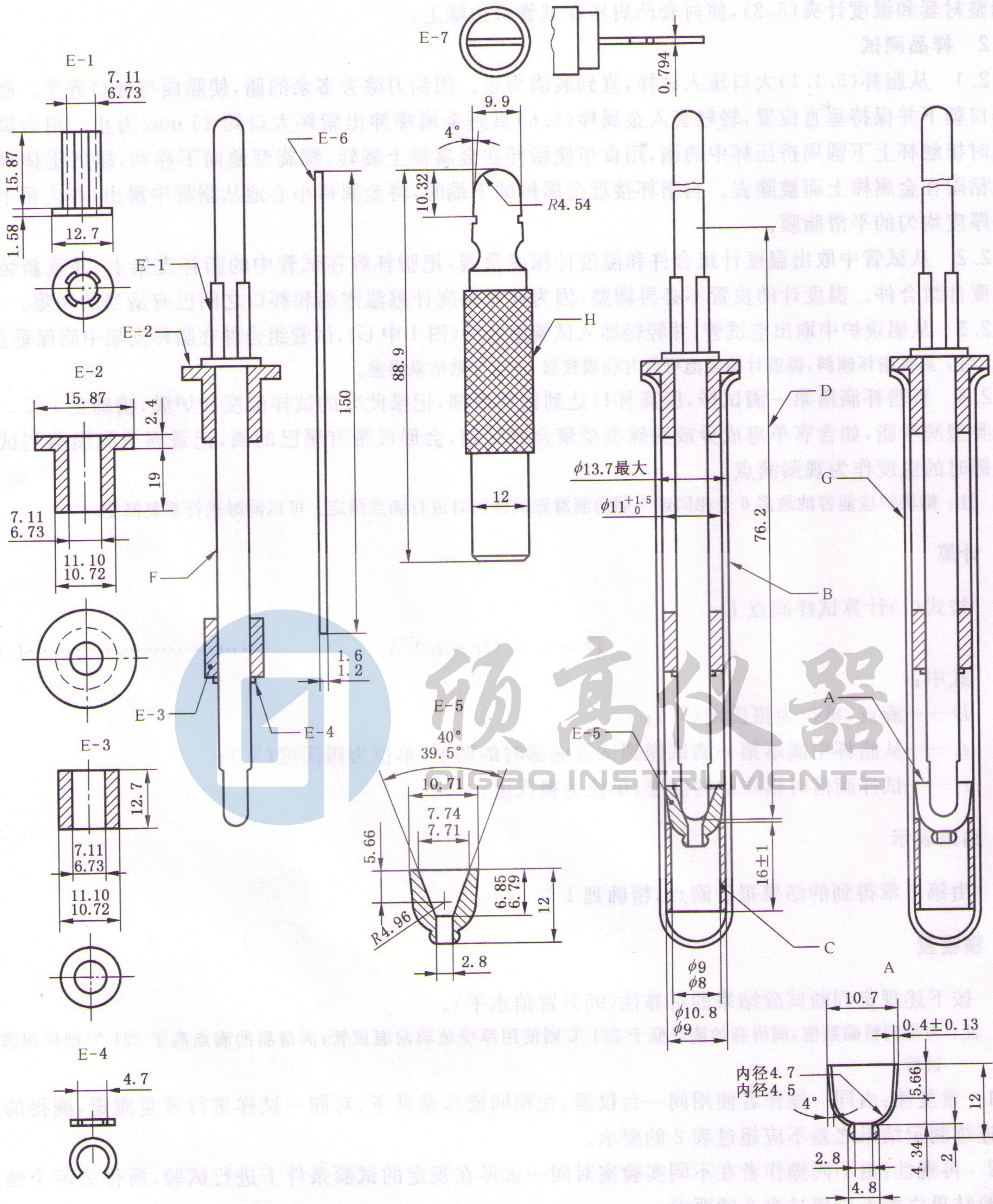
9.1 重复性:由同一操作者使用同一台仪器,在相同操作条件下,对同一试样进行重复测定,测得的两个连续测定结果之差不应超过表 2 的要求。

9.2 再现性:由不同操作者在不同实验室对同一试样在规定的试验条件下进行试验,所得的两个独立试验结果之差不应超过表 2 的要求。

表 2 精密度数值

滴点范围/°C	重复性/°C	再现性/°C
<116	6	9
116~221	8	12
222~277	6	16
278~304	7	12
305~330	18	24

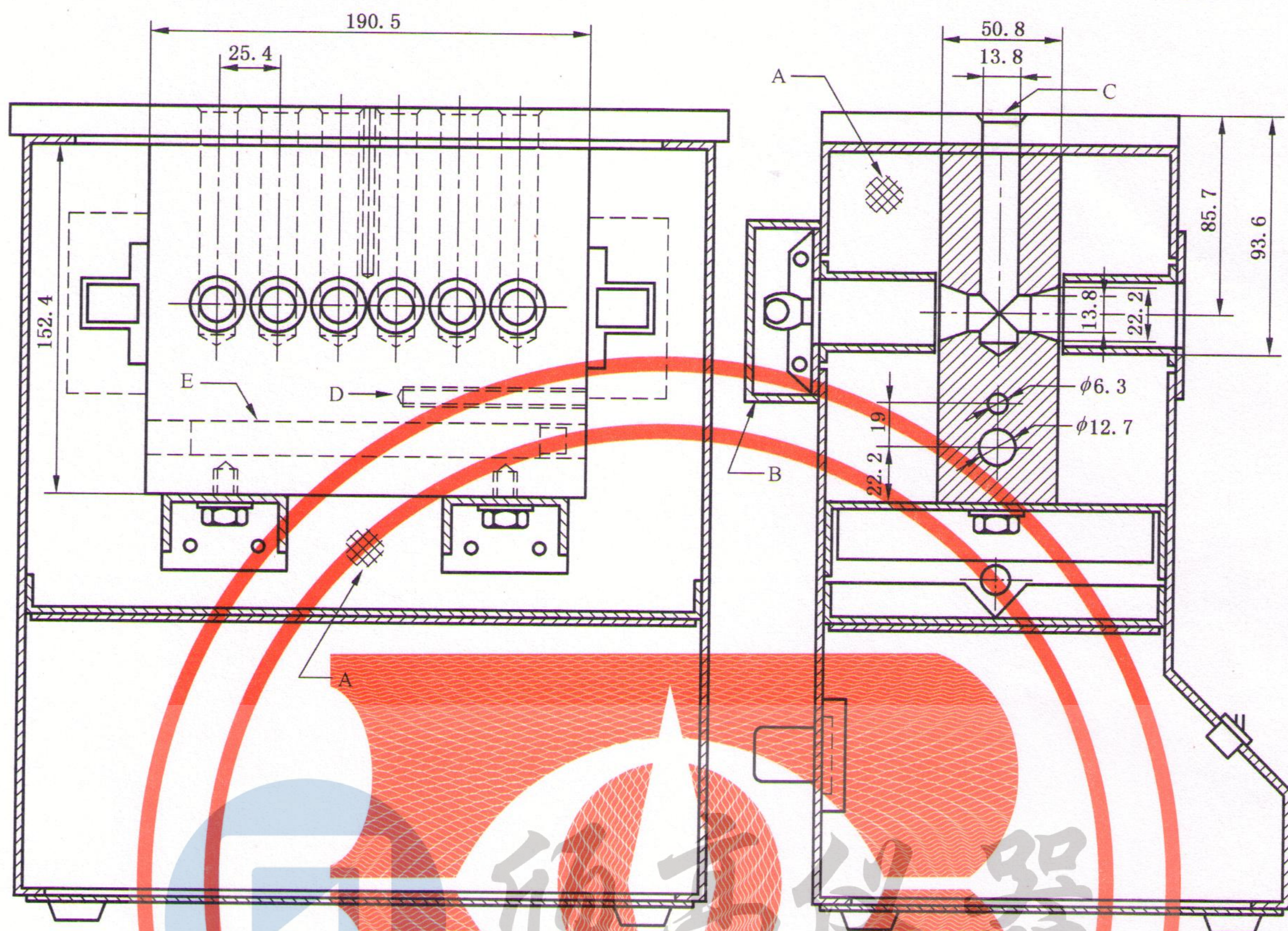
单位为毫米



- A——脂杯；
- B——试管；
- C——脂杯支架；
- D——温度计；
- E-1——温度计夹；
- E-2——衬套；
- E-3——衬套；
- E-4——衬套支撑圈；
- E-5——温度计深度量规；
- E-6——金属棒；
- E-7——脂杯量规；
- F——温度计组合件；
- G——试管组合件；
- H——滚花。

图 1 润滑脂宽温度范围滴点装置

单位为毫米



- A——绝缘材料；
 B——荧光灯；
 C——温度计孔；
 D——热敏电阻探测器；
 E——700 W 加热器。

图 2 铝块炉

10 试验报告

试验结果至少应包含以下信息：

- a) 注明参照本标准；
- b) 试样类型和鉴别方法；
- c) 试验结果(见第 8 章)；
- d) 注明通过协议或其他方式与规定试验步骤存在的任何差异；
- e) 试验日期。