

液压油热稳定性测定法

(2004年确认)

代替 ZB E39 007—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定液压油热稳定性的方法。

本标准适用于以矿物油、合成油为基础油的各种液压油。

2 引用标准

GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB/T 7304 石油产品和润滑剂酸值测定法(电位滴定法)

3 方法概要

试样在铜棒和钢棒催化剂存在下,于135℃维持168h。通过对热试验前后试样、铜棒和钢棒的分析测定,从而评定试样的热稳定性。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 电热自动对流恒温箱:能控制 $135\text{℃} \pm 1\text{℃}$ 温度;容积不小于 $470\text{mm} \times 425\text{mm} \times 372\text{mm}$ 。

4.1.2 铝浴:构造见图,材质为Al-3号铝锭。

4.1.3 M-50型砂芯过滤活动装置。

注:其玻璃砂芯片可替换成自制多孔(孔径1mm)形状的耐热塑料滤板。

4.1.4 真空泵。

4.1.5 烧杯:100, 250mL。

4.1.6 耐酸漏斗:G4型。

4.1.7 恒温干燥箱:能维持温度在105~110℃。

4.1.8 温度计:0~100℃,分度值为1℃;0~250℃,分度值为1℃。

4.1.9 量筒:200mL。

4.1.10 称量瓶:40mm×70mm。

4.1.11 移液管:25mL。

4.1.12 广口瓶:200mL。

4.1.13 洗瓶。

4.2 材料

4.2.1 催化剂

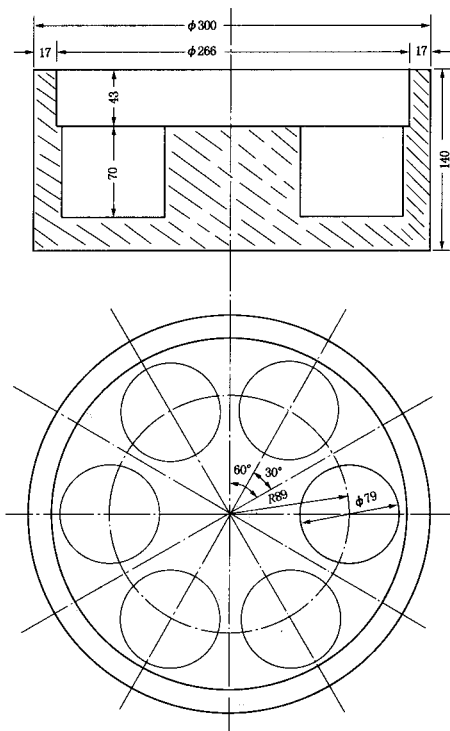
4.2.1.1 铜棒:T2Y号铜,含铜量99.90%,直径为6.25mm,长为76.20mm。

4.2.1.2 钢棒:T10A号钢,含碳量1%,直径为6.25mm,长为76.20mm。

注:当金属棒直径小于6.20mm或不能擦亮时,就不能继续使用。

4.2.2 砂纸:粒度为240号,0号金相砂纸。

- 4.2.3 滤纸：快速定量滤纸。
 4.2.4 蒸馏水。
 4.2.5 镊子。
 4.2.6 毛笔。



铝浴构造图

5 试剂

- 5.1 石油醚：分析纯，60～90℃。
 5.2 丙酮：分析纯。
 5.3 氢氧化钠：分析纯，配成 200g/L 溶液。
 5.4 氰化钾：配成 100g/L 溶液。

6 准备工作

- 6.1 将电热自动对流恒温箱安装在通风橱内。铝浴搁置在离恒温箱工作室底板约 15cm 高度的位置上，温度计应尽量靠近铝浴，连接电源，并调试好。
 6.2 将 250mL 烧杯，玻璃微孔过滤器用铬酸洗液浸泡 4～5h 后，先用自来水冲洗，再用蒸馏水抽

滤, 洗涤。最后用蒸馏水洗净, 烘干备用。

6.3 金属棒处理

6.3.1 把铜棒和钢棒放在钻孔器卡盘或合适的旋转器上, 用砂纸磨掉金属棒上加工刀痕和污垢。再用金相砂纸纵向细磨, 直至金属棒表面光亮为止, 最后用滤纸擦亮, 绸布磨光。

注: 在擦亮和磨光操作时, 切不可用手直接接触金属棒。

6.3.2 将磨好擦亮的金属棒, 放入盛有丙酮的培养皿中, 用脱脂棉擦洗, 直至洗金属棒的溶剂在滤纸上不留下污痕为止。最后用绸布擦干, 放入干燥器内, 在 24h 内使用。

6.3.3 铜棒和钢棒在热试验前称重(精确至 0.1mg), 分别记作 m_1 和 m_2 。

6.4 按 GB/T 265 测定试样在热试验前 100℃ 运动粘度, 记作 ν_1 。

6.5 按 GB/T 7304 测定试样在热试验前的酸值, 记作 A_1 。

6.6 将快速定量滤纸放入干净的称量瓶中, 于 105 ~ 110℃ 恒重, 其质量记作 m_3 ; 同时恒重过滤器, 其质量记作 m_4 。

7 试验步骤

7.1 热试验过程

7.1.1 接通电热自动对流恒温箱电源, 调节温度为 $135^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, 不需鼓风。

7.1.2 用量筒量取 200mL 试样倒入 250mL 烧杯中, 将已称重的铜棒和钢棒小心地放入盛有试样的烧杯中, 并使两根金属棒互相平行地紧密接触。

7.1.3 将装有试样和金属棒的烧杯放入已达到规定温度的恒温铅浴中, 关闭恒温箱的门, 开始记录时间, 继续进行恒温。

7.1.4 当在 $135^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下, 恒温至 168h 时, 关闭电源, 把试样转移至通风橱中, 在进行下一步操作前, 让经热试验的试样冷却至室温。

7.2 铜棒和钢棒的评价

7.2.1 将两根金属棒从试样中取出, 用毛笔尖端把附着在金属棒上疏松残渣扫回试样中, 并分别放入两个 100mL 烧杯内。

7.2.2 铜棒分析

7.2.2.1 借助毛笔用丙酮洗涤 100mL 烧杯内的铜棒, 以除去铜棒上所有油迹。然后放入干燥器中, 0.5h 后称重(精确至 0.1mg), 记作 m_5 。

7.2.2.2 对照液压油热稳定性测定铜棒外观标准卡, 用目测评价铜棒外观, 并作记录。

7.2.2.3 在室温下, 把铜棒小心地放入装有 100g/L 氰化钾溶液的广口瓶中, 直至铜棒上所有沉积物被除尽为止。取出铜棒, 立即用自来水、蒸馏水冲洗, 然后放在盛有丙酮的培养皿中, 用脱脂棉洗二到三次, 用绸布擦干, 放入干燥器内, 0.5h 后称重(精确至 0.1mg), 并记作 m_6 。

警告: 氰化钾剧毒! 处理时要特别小心, 每 10mL 氰化钾废液, 在碱性中, 可以用 1.8g 氯酸钾完全分解掉。氰化钾溶液可重复使用三到四次。领取、存放、废液处理应严格按有关规定执行。

7.2.3 钢棒分析

7.2.3.1 借助毛笔用石油醚清洗 100mL 烧杯内的钢棒, 直至钢棒上无油迹为止, 然后放入干燥器内, 0.5h 后称重(精确至 0.1mg), 并记作 m_7 。

7.2.3.2 对照液压油热稳定性测定钢棒外观标准卡, 用目测评价钢棒外观, 并作记录。

7.2.3.3 目测评价后, 放入盛有 200g/L 氢氧化钠溶液的培养皿中, 盖上表面皿, 在 $82^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下维持 15min。将钢棒从氢氧化钠溶液中取出, 立即用绸布擦去钢棒上软化了的漆状沉淀物, 再依次用蒸馏水、丙酮清洗, 最后用绸布擦干, 并放入干燥器中。0.5h 后称重(精确至 0.1mg), 并记作 m_8 。

7.3 试样评价

7.3.1 沉渣质量测定

7.3.1.1 在通风橱中,把 M-50 型过滤活动装置、已恒重的快速定量滤纸、抽滤瓶按顺序和真空泵连接好,并抽真空。

7.3.1.2 将试样分批倒入上述过滤器中进行过滤,此时不要用溶剂冲洗烧杯。等全部试样过滤完毕,把试样从抽滤瓶中取出,并保留供下一步评价用。

7.3.1.3 用石油醚将热试验杯、100mL 烧杯、毛笔中沉渣完全转移到上述过滤器中,用石油醚洗涤沉渣。若沉渣成块,小心地粉碎,并再洗涤。直至油已被明显洗掉为止。小心地取出沉渣和滤纸,并一起转移回原来的称量瓶中。

7.3.1.4 将上述装有沉渣和滤纸的称量瓶在 105~110℃ 下恒重,其质量记作 m_9 。

7.3.1.5 用移液管吸取 7.3.1.2 的滤油 25mL,倒入已恒重的,并已装在抽滤瓶上的玻璃微孔过滤器内,并用石油醚洗净沉渣。按 7.3.1.4 恒重玻璃微孔过滤器加沉渣质量,并记作 m_{10} 。

7.3.2 热试验后试样粘度测定

按 6.4 条测定 7.3.1.2 所保留滤油的粘度,记作 ν_2 。

7.3.3 热试验后试样的酸值测定

按 6.5 条测定 7.3.1.2 所保留滤油的酸值,记作 A_2 。

7.3.4 热试验后试样分析需在 24h 内完成;催化剂分析需在 48h 内完成。

8 计算

8.1 200mL 试样的铜棒失重 X_1 (mg/200mL)按式(1)计算:

$$X_1 = (m_1 - m_6) \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——热试验前铜棒质量, g;

m_6 ——热试验后铜棒质量, g。

8.2 200mL 试样的钢棒失重 X_2 (mg/200mL)按式(2)计算:

$$X_2 = (m_2 - m_8) \times 1000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_2 ——热试验前钢棒质量, g;

m_8 ——热试验后钢棒质量, g。

8.3 200mL 试样的钢棒上沉积物重 Y_1 (mg/200mL)按式(3)计算:

$$Y_1 = (m_7 - m_8) \times 1000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_7 ——钢棒加沉积物质量, g;

m_8 ——热试验后钢棒质量, g。

8.4 100mL 试样的总沉渣重 Y_2 (mg/100mL)按式(4)计算:

$$Y_2 = [(m_9 - m_3)/2 + (m_{10} - m_4) \times 4 + (m_5 - m_6)/2] \times 1000 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_3 ——称量瓶加滤纸质量, g;

m_4 ——玻璃微孔滤器质量, g;

m_5 ——铜棒加沉淀物质量, g;

m_6 ——热试验后铜棒质量, g;

m_9 ——称量瓶加滤纸加沉渣质量, g;

m_{10} ——玻璃微孔滤器加沉渣质量, g。

8.5 试样在热试验前后运动粘度变化百分数 Z_1 (%)按式(5)计算:

$$Z_1 = (\nu_2 - \nu_1)/\nu_1 \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: ν_1 ——热试验前试样 100℃ 的运动粘度, mm^2/s ;

ν_2 ——热试验后试样 100℃ 的运动粘度, mm^2/s 。

8.6 试样在热试验前后酸值变化百分数 Z_2 (%)按式(6)计算:

$$Z_2 = (A_2 - A_1)/A_1 \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： A_1 ——热试验前试样酸值，mgKOH/g；

A_2 ——热试验后试样酸值，mgKOH/g。

9 精密度

9.1 试样 100℃运动粘度测定精密度同 GB/T 265。

9.2 试样酸值测定精密度同 GB/T 7304。

9.3 本标准不作精密度规定。

10 报告

分别取试样及催化剂测定项目的重复测定两个结果的算术平均值作为液压油热稳定性测定结果。这些项目是：8.1~8.6条计算值及铜、钢棒外观共八项。

8.1~8.4条计算结果保留一位小数，8.5~8.6条计算结果保留两位小数。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由茂名石油化工公司负责起草。

本标准主要起草人王平、谭咏香、韩梧畴。