

润滑油抗乳化性能测定法

GB 8022—87

Lubricating oils—Determination of
demulsibility characteristics

本方法适用于测定中、高粘度润滑油的油和水互相分离的能力。本方法对易受水污染和可能遇到泵送及循环湍流而产生油包水型乳化液的润滑油抗乳化性能的测定具有指导意义。

1 方法概要

在专用分液漏斗中，加入405毫升试样和45毫升蒸馏水。在82℃温度下以一定的速度搅拌5分钟，静置5小时后测量，并记录从油中分离出来的水的体积、乳化液的体积及油中水的百分数。

注：含有极压添加剂的油品，试样和蒸馏水的加入量及搅拌速度见附录A。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 加热浴：浴的大小及深度应至少能浸入两个分液漏斗，并使加热浴液体能浸到分液漏斗500毫升刻度标记处。此加热浴应能保持 $82 \pm 1^\circ\text{C}$ ，并能牢固地夹住分液漏斗，在油和水混合时，能使分液漏斗的垂直中心线与搅拌器的垂直轴线相吻合。

2.1.2 搅拌器：详细结构见图1及图2。

2.1.3 分液漏斗：如图3。

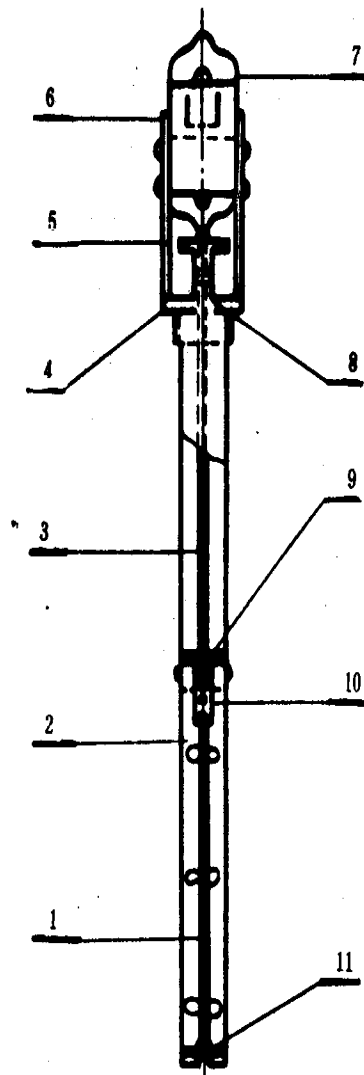


图 1 搅拌器

1—螺旋搅拌轴；2—螺旋搅拌器轴套；3—轴；4—多键联轴节 $3\text{ mm}(1/4)''$ ；
5—转速计转盘；6—马达罩；7—马达；8—顶轴承；9—中心轴承；10—套
管联轴节 $6\text{ mm}(1/4)''$ ；11—底轴承

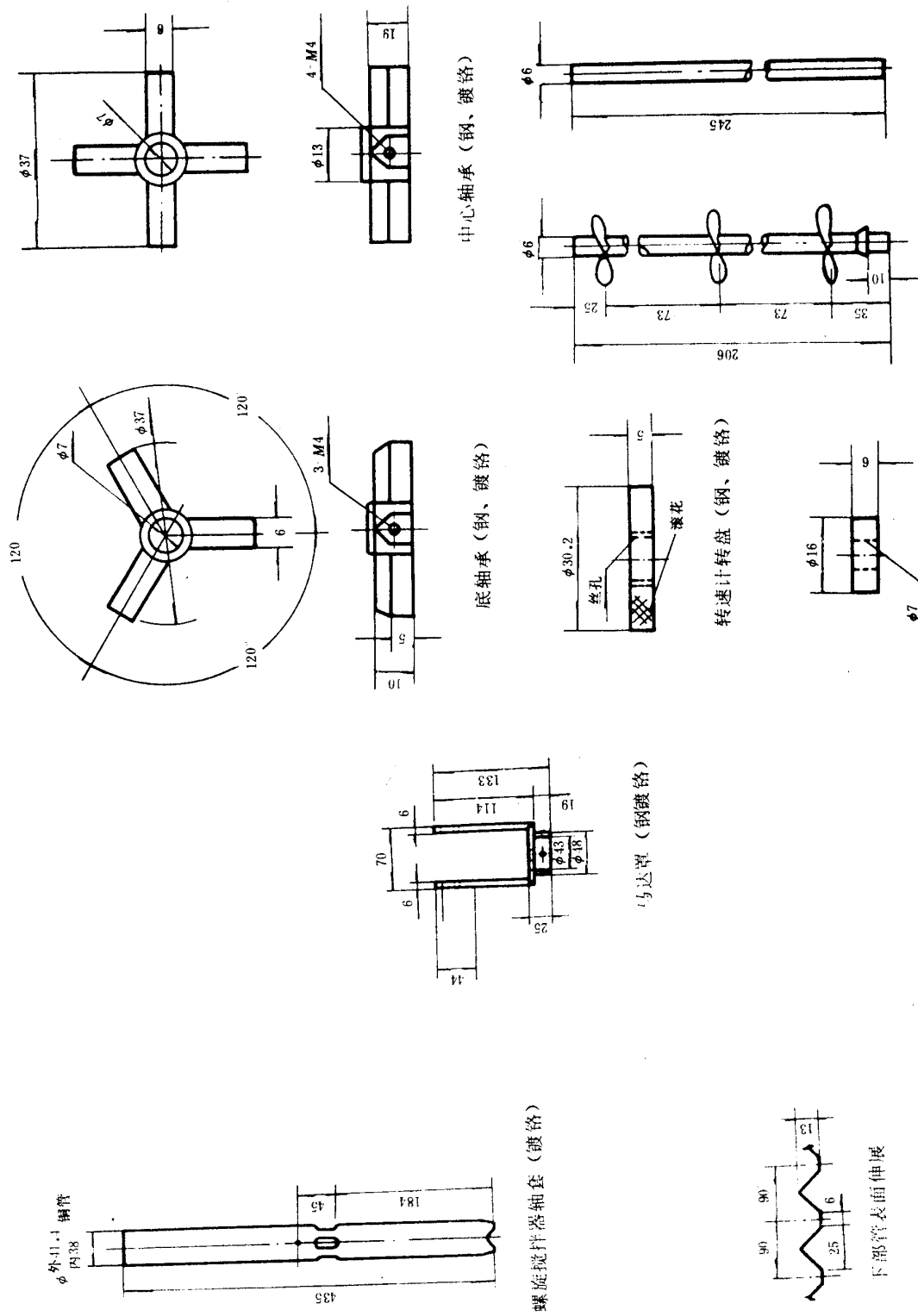


图 2b 螺旋搅拌轴部件

图2a螺旋搅拌机轴套及马达罩

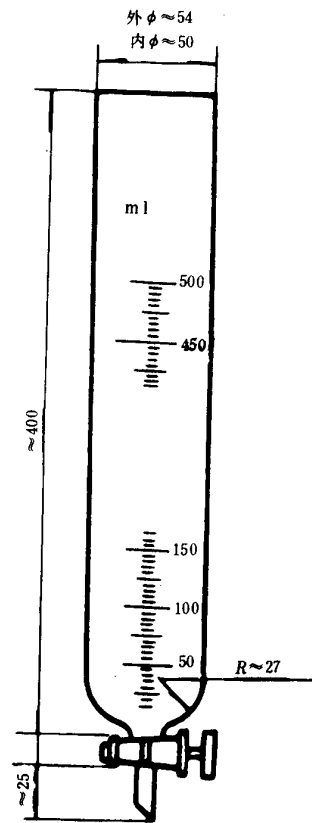


图 3 分液漏斗 (耐热玻璃制成)

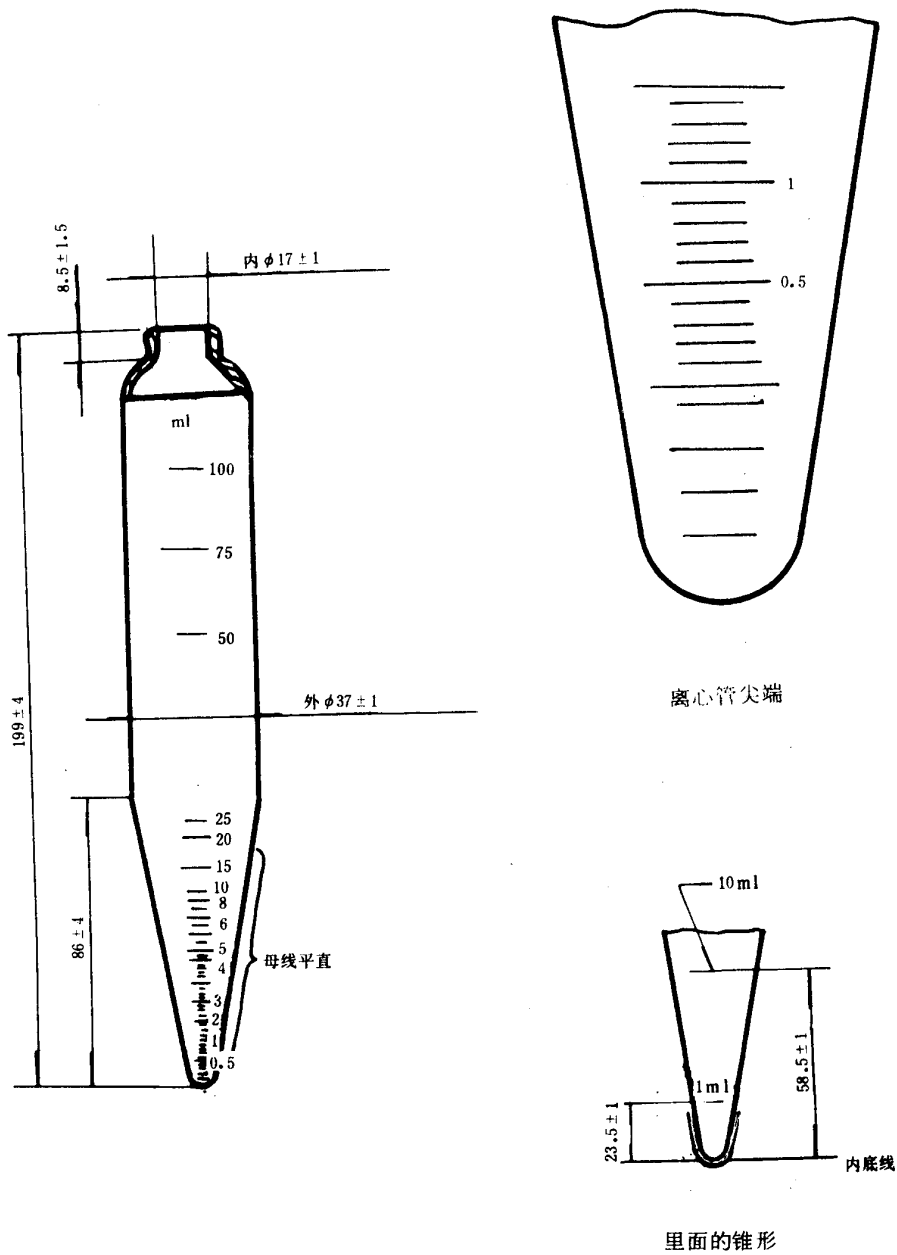


图 4 离心管

2.1.4 离心机：能使一对以上充满液体的离心管，在使离心管尖端产生500~800相对离心力的速度下旋转。此离心机应有加热及控制系统，使运转过程中温度能保持在 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 间。

离心机的转速 n （转/分）按下式计算：

$$n = 1336 \sqrt{rcf/d}$$

式中： rcf ——相对离心力；

d ——旋转直径，即旋转时相对离心管尖端的距离，毫米。

2.1.5 离心管：锥形，容量为100毫升，尺寸如图4，离心管的标定误差见表1。

表1 离心管标定误差

毫升

范 围	最 小 刻 度	体 积 误 差
0 ~ 0.1	0.05	± 0.02
大于 0.1 ~ 0.3	0.05	± 0.03
大于 0.3 ~ 0.5	0.05	± 0.05
大于 0.5 ~ 1.0	0.10	± 0.05
大于 1.0 ~ 2.0	0.10	± 0.10
大于 2.0 ~ 3.0	0.20	± 0.10
大于 3.0 ~ 5.0	0.5	± 0.20
大于 5.0 ~ 10	1.0	± 0.50
大于 10 ~ 25	5.0	± 1.00
大于 25 ~ 100	25	± 1.00

2.1.6 水浴：其深度可以使离心管浸到100毫升刻线处，恒温 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 。

2.1.7 移液管：50毫升。

2.1.8 量筒：50和100毫升。

2.2 材料

蒸馏水：离子交换水或二次蒸馏水。

3 试剂

3.1 清洗溶剂：三氯乙烷，化学纯（吸入或口服是有害的，能刺激眼睛，高浓度能引起昏厥或死亡）。

3.2 甲苯：分析纯。

3.3 丙酮：化学纯。

3.4 石油醚：60~90℃，分析纯。

4 准备工作

4.1 甲苯饱和溶液的制备

向试验用甲苯中加入1%（体积）的蒸馏水，摇动后放入 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 水浴中，15分钟时摇动第二次，再经15分钟摇动第三次，每次摇动30秒，然后置于水浴中静置待用。

4.2 分液漏斗的清洗

用清洗溶剂清洗，以除去油膜或液膜，接着用丙酮、自来水冲洗净。然后将漏斗浸入铬酸洗液中，取出后先用自来水，后用蒸馏水冲洗干净。

注：可以用石油醚代替清洗溶剂三氯乙烷，但有争议时，仍应用三氯乙烷作清洗溶剂。

4.3 搅拌器的清洗

反复把搅拌器垂直地浸入清洗溶剂中,并使搅拌器高速运转,以清洗搅拌器,然后将其放入空气干燥筒中进行干燥,使溶剂在使用前挥发。

5 试验步骤

5.1 将加热浴中的液体加热至 $82 \pm 1^\circ\text{C}$,并在整个试验过程中保持此温度。

5.2 将在室温下的试样直接倒入分液漏斗至405毫升处,将分液漏斗放入加热浴中,使其温度达到 $82 \pm 1^\circ\text{C}$,然后在室温下量取45毫升蒸馏水加入分液漏斗中。再将搅拌器浸入分液漏斗,使搅拌器底端与漏斗中心线最底部相距25毫米,并使搅拌器垂直轴线与漏斗中心线相吻合。在25~30秒内,慢慢地把搅拌器马达转速升到 4500 ± 500 转/分,包括起动时间在内共运转5分钟。然后从油-水混合物中提起搅拌器并使其向分液漏斗滴液5分钟。取出搅拌器,进行清洗。

5.3 停止搅拌5小时后,从分液漏斗中心线距油-水混合物液面以下51毫米处,用50毫升移液管吸取50毫升试样,排入装有50毫升甲苯饱和溶液的离心管中,塞好管塞,充分摇匀后放入 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 水浴中10分钟。

5.4 将离心管从水浴中取出,放入离心机对称两边的耳轴环内,建立一个平衡状态,使两边重量差不大于0.5克,并以500~800相对离心力的速度离心10分钟。读数并记录每个离心管底部水分的体积。不需搅拌再把离心管重新放入离心机,重复操作直到相邻两次离心后同一离心管中的水分读数不变为止。此时记录“油中水的百分数”。含水量小于0.5%时记录为“痕迹”。在离心过程中,应使离心机温度保持在 $50 \pm 1^\circ\text{C}$,离心结束时的温度不得低于 38°C 。

5.5 将经取样后的分液漏斗从加热浴中取出,并把从油-水混合物中分离出来的分离水排放到一个50毫升带刻度的量筒里,让水冷却到室温后测量,并记录其体积。

5.6 分液漏斗下部分离水排出后,用虹吸管小心地把液体从分液漏斗上部抽出(虹吸管的尖端要始终保持距液面15~20毫米),直到分液漏斗里的液面降至100毫升刻度为止。将余下的100毫升液体(油、水及乳化液)直接排入离心管。

5.7 以700相对离心力的转速离心此离心管10~15分钟,记录分离出来的水和乳化液的体积。在离心过程中,应使离心机温度保持在 $50 \pm 1^\circ\text{C}$,离心结束时的温度不得低于 38°C 。

6 报告

6.1 记录用离心法分离出来的“油中水的百分数”、“分离水的总毫升数”及“乳化液毫升数”。

注:“分离水的总毫升数”是50毫升量筒收集的分离水和用离心法分离出来的“分离水毫升数”的总和。

6.2 为了一致,每个试样要进行四次测定,按表2所示的格式记录试验结果。

表2 试验报告记录表

分 液 漏 斗	1	2	3	4	平 均
油中水, %	0.5	0.5	0.5	0.8	0.6
总分离水, 毫升	32.2	31.7	31.0	33.0	32.0
漏斗中的分离水, 毫升	30.0	30.0	28.0	31.5	—
离心出的水, 毫升	2.2	1.7	3.0	1.5	—
乳化液, 毫升	0.4	0.4	0.3	0.3	0.4

7 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性 (95%置信水平)。本精密度适用于37.8℃粘度为215.8~431.8毫米²/秒的油品。

7.1 重复性：同一操作者的两次测定结果间的差数不应超过下列数值：

总分离水：4.0毫升

乳 化 液：0.2毫升

7.2 再现性：两个实验室各自提供的结果间的差数不应超过下列数值：

总分离水：8.0毫升

乳 化 液：0.3毫升

附 录 A
极压润滑油抗乳化性能测定法
(补充件)

A.1 本方法除以下几点修改外,其余均与上述的非极压润滑油的试验步骤相同。

A.1.1 试样体积:360毫升。

A.1.2 蒸馏水体积:90毫升。

A.1.3 搅拌器转速:2500±250转/分。

注:测定高粘度或形成乳化液的油品时,搅拌马达可能慢慢地减速,故在5分钟搅拌期内应经常检查转速,并按要求进行调整。

A.1.4 油中水含量低于0.1%时,记录为“小于0.1%”或“痕迹”。

A.1.5 精密度报告建立在两次试验的基础上(上述方法是四次试验)。

A.2 精密度:按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

A.2.1 重复性:同一操作者两次测定结果间的差数不应超过表A 1的数值。

A.2.2 再现性:两个实验室各自提供的结果间的差数不应超过表A 1的数值。

表 A 1 极压润滑油试验方法的精密度

抗乳化 等级	分 类 界 限			重 复 性 r			再 现 性 R		
	油中水 %	总分离水 毫升	乳化液 毫升	油中水 %	总分离水 毫升	乳化液 毫升	油中水 %	总分离水 毫升	乳化液 毫升
A	不大于 1.4	不小于 79	不大于 0.2	0.4	3.6	0.1 ¹⁾	0.8	5.1	0.2 ¹⁾
B	不大于 6.0	不小于 60	不大于 4.0	4.0	11	1.6	4.2	23	3.5
C	大 于 6.0	小 于 60	大 于 4.0	5.6	18	~23	22	57	~96

注:1) 检查数据后所得的估计值。

本方法的分类界限和抗乳化等级与使用性能之间的对应关系尚未确定。

附录 B
仪器的附加说明
(参考件)

B.1 取样计及定心设备 (图 B 1) 是为测定“油中水的百分数”，从分液漏斗中取 50 毫升试样的辅助设备。

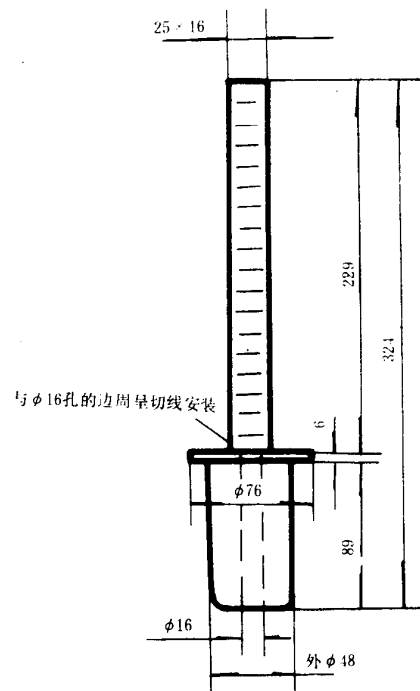


图 B1 取样计和定心设备

B.2 图 B 2 说明用虹吸法将液体从顶部抽出，使分液漏斗中的液体减少至 100 毫升刻度标记处的快速方法。

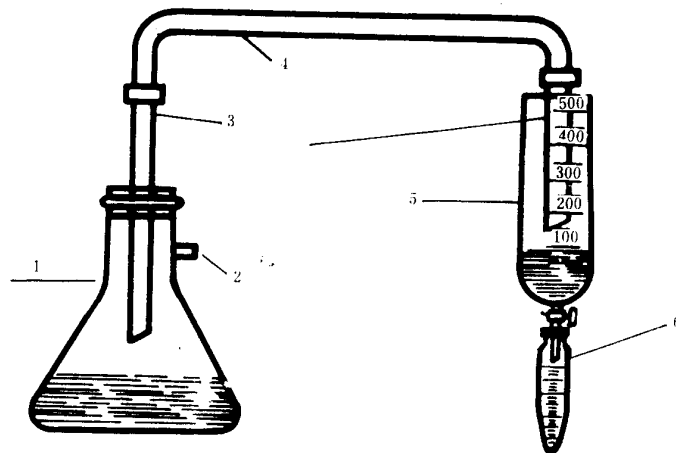


图 B2 虹吸设备

1—吸滤瓶；2—接吸气管；3—玻璃管；4—橡皮管；5—分液漏斗；6—离心管

B.3 对高粘度油或出现酱状乳化液时,为缩短分液漏斗中100毫升液体排到离心管内所需的时间,可对分液漏斗的开口端施加点压力(图 B3),迫使油或乳化液流入离心管。

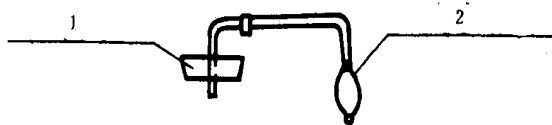


图 B3 压力设备

1—11号橡皮塞; 2—橡皮雾化球

B.4 图 B 4 a为一种建议采用的设备,用来盛放清洗搅拌器用的溶剂。

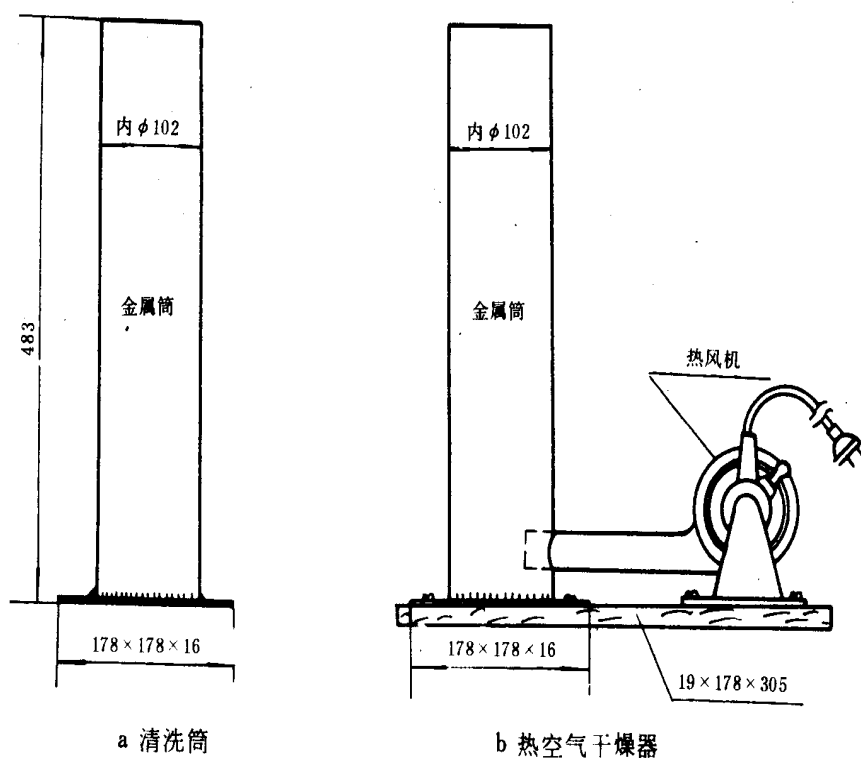


图 B4 附加设备

图 B 4b是为经过溶剂清洗后的搅拌器进行空气干燥所建议使用的一种设备。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由锦西炼油厂负责起草。

本标准主要起草人许嘉祥、曹敬、孙玉珍。

本标准等同采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 2711—74 (79)《润滑油抗乳化性能测定法》。