

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 6247:1998《石油产品—润滑油泡沫特性测定法》，对 GB/T 12579—1990《润滑油泡沫特性测定法》进行修订。

本标准与 ISO 6247:1998 的主要技术差异为：

1. 在第 5 章，本标准增加了两种我国普遍使用的温度计，其规格为：全浸式，测量范围 0℃～50℃和 50℃～100℃，最小分度值 0.1℃。
2. 本标准泡沫体积读数精确至 5 mL，ISO 6247:1998 泡沫体积读数精确至 10 mL。
3. 本标准在气体扩散头与进气管的连接图中增加了金属扩散头部分。

本标准与 GB/T 12579—1990 的主要技术差异为：

1. 本标准增加了金属扩散头及其相关内容。
2. 本标准精密度以计算公式和图解表达，其分类以程序 I 和程序 II 为一组，程序 III 为一组；GB/T 12579—1990 中精密度用图解表示，其分类以程序 I 和程序 III 为一组，程序 II 为一组。
3. 本标准在附录 A“气体扩散头最大孔径和渗透率的测定”中，增加了金属扩散头的校正方法；并且特别指出在测最大孔径和渗透率时，扩散头要用一根特定尺寸的管子与仪器连接。
4. 本标准增加了附录 B“温度计的规格”，并且规定也可使用温度范围 50℃～100℃，最小分度值为 0.1℃ 的温度计。

本标准的附录 A 和附录 B 均是标准的附录。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人：郭涛、高岩。

本标准首次发布于 1990 年。

中华人民共和国国家标准

润滑油泡沫特性测定法

GB/T 12579—2002
eqv ISO 6247:1998

代替 GB/T 12579—1990

Determination of foaming characteristics of lubricating oils

1 范围

1.1 本标准规定了测定润滑油在中等温度下泡沫特性的方法。本标准适用于加或未加用以改善或遏止形成稳定泡沫倾向的添加剂的润滑油。

注：在高速齿轮、大容积泵送和飞溅润滑系统中，润滑油生成泡沫的倾向是一个严重的问题，由此引起的不良润滑、气穴现象和润滑剂的溢流损失都会导致机械故障。本方法在选择适应这些润滑系统的油品方面是有价值的。用于描述润滑油泡沫倾向性和(或)稳定性的数值是以实验为依据的。

1.2 本标准涉及到某些有危险性的材料、操作和设备，但是并未对所有的安全问题提出建议。因此，用户在使用本标准之前应建立适当的安全和保护措施，并制定相应的管理制度。

2 引用标准

下列标准包括的条文通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定，下列引用标准应是现行有效的标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 定义

本标准采用以下定义。

3.1 扩散头 diffuser

将气体扩散到液体里的部件。

3.2 泡沫 foam

在液体内部或表面聚集起来的气泡，从体积上考虑，其中空气(气体)是主要组成部分。

3.3 润滑剂 lubricant

加到两个相对运动的表面间，能减少其摩擦或磨损的物质。

3.4 最大孔径 maximum pore diameter

扩散头毛细孔圆形横截面的直径，以微米(μm)表示。从表面张力的影响考虑，相当于扩散头的最大孔径。

3.5 渗透率 permeability

在 2.45 kPa 气体压力下，通过扩散头的气体流量，以每分钟毫升(mL/min)表示。

4 方法概要

试样在 24℃ 时，用恒定流速的空气吹气 5 min，然后静止 10 min。在每个周期结束时，分别测定试样中泡沫的体积。取第二份试样，在 93.5℃ 下进行试验，当泡沫消失后，再在 24℃ 下进行重复试验。

5 仪器

5.1 泡沫试验设备:见图1,包括下列配件。

5.1.1 量筒:容量1 000 mL,最小分度为10 mL,从量筒内底部到1 000 mL刻度线距离为335 mm~385 mm。圆口,如果切割,需要经过精细抛光。

注:当量筒带有倾倒嘴时,割掉其倾倒嘴部分,使其顶口呈圆形。

5.1.2 塞子:由橡胶或其他合适的材料制成,与上述量筒的圆形顶口相匹配。塞子中心应有两个圆孔,一个插进气管,一个插出气管。

5.1.3 扩散头:由烧结的结晶状氧化铝制成的砂芯球,直径为25.4 mm;或是由烧结的5 μm 多孔不锈钢制成的圆柱形。当按附录A规定的方法测量时,应符合下述要求:

最大孔径:不大于80 μm

渗透率:3 000 mL/min~6 000 mL/min

注:如图2所示用任意便利的方法将扩散头接在进气管上。

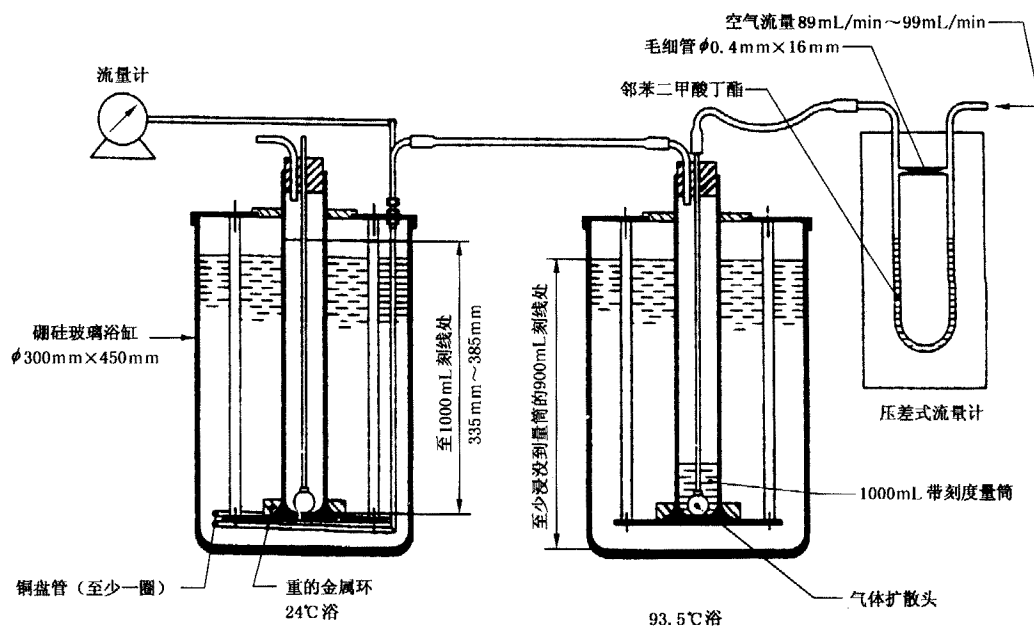
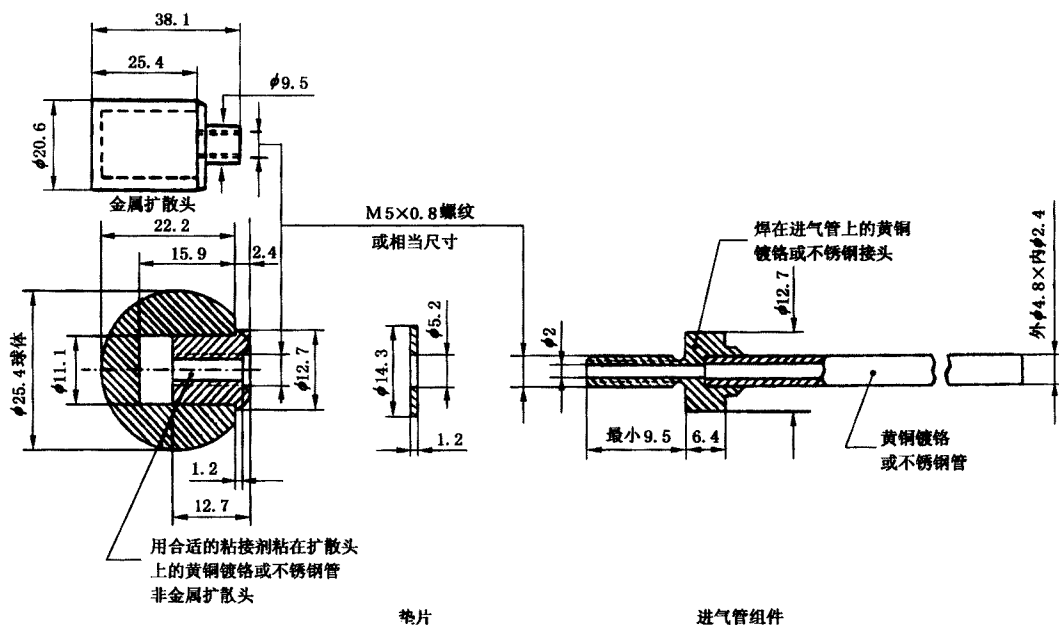


图1 泡沫试验设备

图 2 气体扩散头与进气管的连接图^{1]}

5.2 试验浴:其尺寸足以使量筒完全浸至 900 mL 刻线处,并能使浴温维持在规定温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。浴和浴液应透明,以便读取浸入的量筒刻度。

注

- 1 直径约 300 mm,高约 450 mm 的圆筒形硼硅玻璃缸可满足使用要求。
- 2 93.5 $^{\circ}\text{C}$ 浴应放在一个足够大的透明容器内,以防破裂。

5.3 空气源:从空气源通过气体扩散头的空气流量能保持在 $94\text{ mL}/\text{min} \pm 5\text{ mL}/\text{min}$ 。空气还须通过一个高为 300 mm 的干燥塔,干燥塔应依次按下述步骤填充:在干燥塔的收口处以上依次放 20 mm 的脱脂棉、110 mm 的干燥剂、40 mm 的变色硅胶、30 mm 的干燥剂、20 mm 的脱脂棉。当变色硅胶开始变色时,则必须重新填充干燥塔。

注:已干燥到露点 -60°C 或更低,且经检验(有检验合格证)不含烃的空气,不必通过干燥塔。

5.4 流量计:能够测量流量为 $94\text{ mL}/\text{min} \pm 5\text{ mL}/\text{min}$ 。

注:采用压差型流量计时,其中 U 型管两臂之间的毛细管直径约为 0.4 mm,高 16 mm,使用邻苯二甲酸丁酯做填充液较为合适(见图 1)。

5.5 体积测量装置:在流速为 $94\text{ mL}/\text{min}$ 时,能精确测量约 470 mL 的气体体积。

注:可选用经校准的、分度值为 0.01 L 的湿式气体流量计。

5.6 计时器:电子或手工的,分度值和精度均为 1 s 或更高。

5.7 温度计:水银式玻璃温度计,符合附录 B 的规格要求,或者选用全浸式,测量范围为 $0^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 和 $50^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$,最小分度值为 0.1°C 的温度计^{2]}。

6 试剂和材料

6.1 试剂

采用说明:

- 1] 本标准中气体扩散头与进气管的连接图增加了金属扩散头部分。
- 2] 为使用方便增加了两种我国常用温度计。

- 6.1.1 正庚烷:分析纯。
- 6.1.2 丙酮:分析纯。
- 6.1.3 甲苯:分析纯。
- 6.1.4 异丙醇:分析纯。
- 6.1.5 水:符合 GB/T 6682 中三级水要求。
- 6.1.6 邻苯二甲酸丁酯:分析纯,用于压差式流量计。
- 6.2 材料
 - 6.2.1 清洗剂:非离子型,能溶于水。
 - 6.2.2 干燥剂:变色硅胶、脱水硅胶或其他合适的材料。

7 准备工作

每次试验之后,必须彻底清洗试验用量筒和进气管,以除去前一次试验留下的痕量添加剂,这些添加剂会严重影响下一次的试验结果。

7.1 量筒的清洗

先依次用甲苯、正庚烷和清洗剂仔细清洗量筒,然后用水和丙酮冲洗,最后再用清洁、干燥的空气流将量筒吹干,量筒的内壁排水要干净,不能留水滴。

7.2 气体扩散头的清洗

分别用甲苯和正庚烷清洗扩散头,方法如下:将扩散头浸入约 300 mL 溶剂中,用抽真空和压气的方法,使部分溶剂来回通过扩散头至少 5 次。然后用清洁、干燥的空气将进气管和扩散头彻底吹干。最后用一块干净的布沾上正庚烷擦拭进气管的外部,再用清洁的干布擦拭,注意不要擦到扩散头。

7.3 仪器安装

如图 1 安装仪器。调节进气管的位置,使气体扩散头恰好接触量筒底部中心位置。空气导入管和流量计的连接应通过一根铜管,这根铜管至少要绕冷浴内壁一圈,以确保能在 24℃ 左右测量空气的体积。检查系统是否泄漏。拆开进气管和出气管,并取出塞子。

8 试验步骤

8.1 不经机械摇动或搅拌,将约 200 mL 试样倒入 600 mL 烧杯中加热至 $49^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,并使之冷却到 $24^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。(对于贮存两星期以上的样品,见 8.5.1 选择步骤 A)。

8.2 条和 8.4 条所述的步骤都应在前一个步骤完成后 3 h 之内进行。8.3 条中试验应在试样达到温度要求后立即进行,并且要求量筒浸入 93.5°C 浴中的时间不超过 3 h。

8.2 程序 I

将试样倒入量筒中,使液面达到 190 mL 刻线处。将量筒浸入 24°C 浴中,至少浸没至 900 mL 刻线处,用一个重的金属环使其固定,防止上浮。当油温达到浴温时,塞上塞子,接上扩散头和未与空气源连接的进气管,扩散头浸泡约 5 min 后,将出气管与气体体积测量装置连接,并接通空气源,调节空气流速为 $94 \text{ mL/min} \pm 5 \text{ mL/min}$ 。通过气体扩散头的空气要求是清洁和干燥的。从气体扩散头中出现第一个气泡起开始计时,通气 $5 \text{ min} \pm 3 \text{ s}$ 。立即记录泡沫的体积(即从总体积减去液体的体积),精确至 $5 \text{ mL}^{[1]}$ 。通过系统的空气总体积应为 $470 \text{ mL} \pm 25 \text{ mL}$ 。从流量计上拆下软管,切断空气源。让量筒静置 $10 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$,再次记录泡沫的体积,精确至 5 mL。

8.3 程序 II

将第二份试样倒入清洁的量筒中,使液面达到 180 mL 处。将量筒浸入 93.5°C 浴中,至少浸没到

采用说明:

[1] ISO 6247:1998 中规定泡沫体积读数精确到 10 mL;本标准中规定泡沫体积读数精确到 5 mL。

900 mL 刻线处。当油温达到 $93\text{C} \pm 1\text{C}$ 时,插入清洁的气体扩散头及进气管,并按 8.2 条所述步骤进行试验,分别记录在吹气结束时及静止周期结束时泡沫的体积,精确至 5 mL。

8.4 程序 III

用搅动的方法破坏 8.3 条试验后产生的泡沫。将试验量筒置于室温,使试样冷却至低于 43.5C ,然后将量筒放入 24C 的浴中。当试样温度达到浴温后,插入清洁的进气管和扩散头,按 8.2 条所述步骤进行试验,在吹气结束及静止周期结束时,分别记录泡沫体积,精确至 5 mL。

注:如果是粘性油,静止 3 h 不足以消除气泡,可静止更长时间,但需记录时间,并在结果中加以注明。

8.5 某些类型的润滑油在贮存中,因泡沫抑制剂分散性的改变,致使泡沫增多,如怀疑有以上现象,可以用下述选择步骤 A 来进行。

8.5.1 选择步骤 A:按 7.2 条步骤清洗一个带高速搅拌器的 1 L 容器,将 $18\text{C} \sim 32\text{C}$ 的 500 mL 试样加入此容器中,并以最大速度搅拌 1 min。在搅拌过程中,常常会带进一些空气,因此需使其静止,以消除引入的泡沫,并且使油温达到 $24\text{C} \pm 3\text{C}$ 。搅拌后 3 h 之内,开始按 8.2 条进行试验。

9 简易试验步骤

对于常规试验,可以采用一种简单的试验步骤。此试验步骤仅有一点与标准方法不同。空气通过气体扩散头,5 min 之内吹入的空气总体积是不用测量的,这就省去了体积测量装置和由量筒到体积测量装置之间必须的气密连接,但要求流量计是经校准的,并且要严格控制流量。

10 精密度

按下述规定判断结果的可靠性(95%置信水平)。

本标准的精密度在 10.1 条和 10.2 条中给出,并示于图 3 和图 4 中。对于选择步骤 A,尚未制定出精密度。

10.1 重复性(r)

同一操作者使用同一仪器,在恒定的试验条件下,对同一试样重复测定的两个试验结果之差不能超过式(1)和式(2)的值。

$$r(\text{程序 I 和程序 II}) = 10 + 0.22X \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$r(\text{程序 III}) = 15 + 0.33X \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X——两个测定结果的平均值, mL。

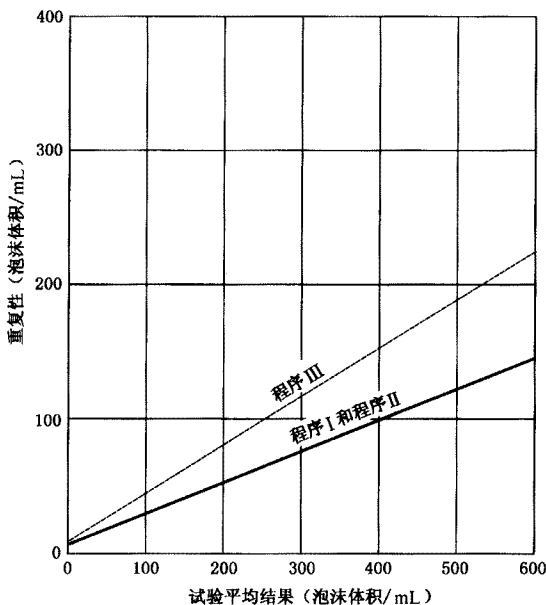


图 3 重复性

10.2 再现性(R)

不同的操作者,在不同的实验室对同一试样得到的两个独立的试验结果之差不能超过式(3)和式(4)的值。

$$R(\text{程序 I 和程序 II}) = 15 + 0.45X \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$R(\text{程序 III}) = 35 + 1.01X \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: X——两个测定结果的平均值,mL。

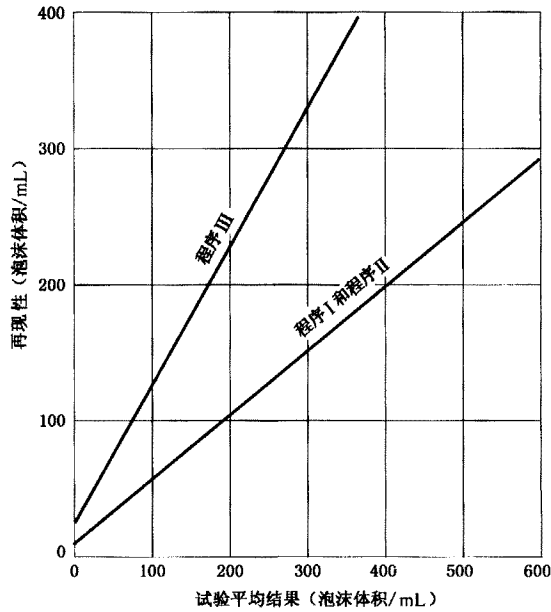


图 4 再现性

11 报告

报告结果精确到 5 mL,表示为“泡沫倾向”(在吹气周期结束时的泡沫体积 mL),和(或)“泡沫稳定性”(在静止周期结束时的泡沫体积 mL)。每个结果要注明程序号以及试样是直接测定还是经过搅拌(选择步骤 A)后测定的。

当泡沫或气泡层没有完全覆盖油的表面,且可见到片状或“眼睛”状的清晰油品时,报告泡沫体积为“0 mL”。

附录 A

(标准的附录)

气体扩散头最大孔径和渗透率的测定

A1 要求

当用下述方法测定时,扩散头必须符合最大孔径和渗透率的规定指标。

A2 仪器

仪器如图 A1 和图 A2 所示。

A2.1 空气源:能提供清洁、干燥空气的可调气源。

A2.2 液体压差计:U 形管型,用水作液体,有足够的长度,至少能显示 800 mm 压力差,或经校正的至少精度相当的压力计。

A2.3 量筒:250 mL,有足够高度使扩散头浸入 100 mm 深。

A2.4 气体体积测量仪:用于测量气体体积,至少能测量流速为 6 000 mL/min。不应使用背压式流量计。

A2.5 吸滤瓶:瓶口要大得足以放进扩散头,并有一支臂。且应装有带一个孔的橡皮塞,供插进气管。

A3 试验步骤

A3.1 最大孔径测定

A3.1.1 用图 2 所示的接头(但不要黄铜管)和一个长 1.0 m、内径 8 mm 的管子与空气源连接,并将清洁的扩散头浸入量筒中的液面下 100 mm 处(100 mm 是指从扩散头顶部到液面的距离),浸泡至少 2 min。如果扩散头是非金属的,则量筒里的液体是水;如果扩散头是金属的,则量筒里的液体是异丙醇。将进气管与空气源(A2.1)连接,以约 490 Pa/min(50 mmH₂O/min)的速率增加空气压力,直到扩散头冒出第一个动气泡,并在水或异丙醇中上升。

注:动气泡即连续冒出一串气泡的第一个气泡。

A3.1.2 读取压力计两臂上的水面位置,并记录其差值 p 。

注:逐渐增加空气压力,通过观察气泡流在扩散头表面分散的均匀性,得出接近最大孔径的孔分布一致性。

A3.1.3 扩散头最大孔径 $D_s(\mu\text{m})$ 或 $D_m(\mu\text{m})$,用式(A1)或式(A2)计算:

$$D_s = 29\,225/(p - 100) \quad \dots\dots\dots(\text{A1})$$

$$D_m = 8\,930/(p - 80) \quad \dots\dots\dots(\text{A2})$$

式中: D_s ——非金属扩散头的最大孔径, μm ;

D_m ——金属扩散头的最大孔径, μm ;

p ——液体压差计两臂水面之差, mm。

A3.2 渗透率测定

用长 1.0 m、内径 8 mm 的管子将清洁干燥的扩散头与空气源连接,并将它放入吸滤瓶中。该吸滤瓶与气体体积测量仪通过一根长 0.5 m、内径 8 mm 的管子连接(见图 A2),将压力差调到 2.45 kPa (250 mm H₂O),用气体体积测量仪(A2.4)测量每分钟流过扩散头的气体体积(mL)。

注:根据所用流量计的灵敏度,可作较长期的观察记录,求得每分钟的平均流速。

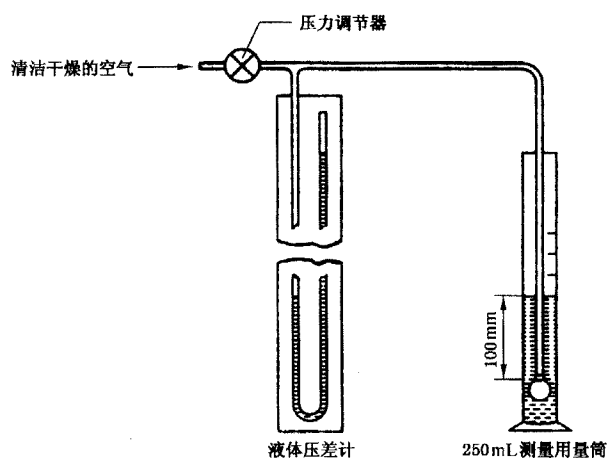


图 A1 测量最大孔径仪器

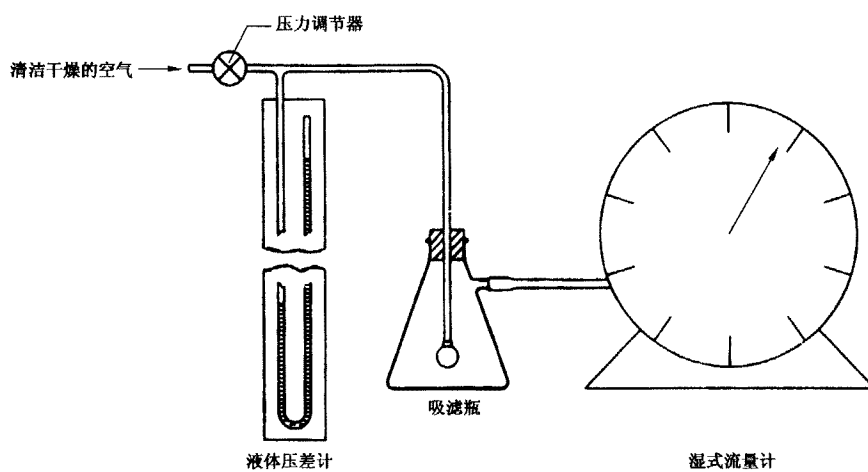


图 A2 测量渗透率仪器

附录 B
(标准的附录)
温度计的规格

本标准 5.7 条中规定的温度计应符合表 B1 的规定。

表 B1 温度计规格

温度范围/℃	-20~102
浸入深度/mm	全浸
最小分度值/℃	0.2
长线刻度/℃	1
数字刻度/℃	2
最大刻度误差/℃	0.15
膨胀室允许加热到/℃	150
全长/mm	415~425
杆径/mm	6~8
水银球长度/mm	15~20
水银球直径/mm	6~杆外径
水银球底部到-20℃刻线的距离/mm	35~50
刻度范围长度/mm	305~350

注：ASTM 12C/IP 64C 温度计符合上述规格。