

ICS 75. 080

E 30

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0956—2017

---

透明和不透明液体运动黏度的测定  
折管式自动黏度计法

Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque  
liquids by automated ouillon viscometer

2017-12-27 发布

2018-06-01 实施

国家能源局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ASTM D7279-14a 《透明和不透明液体运动黏度的测定 折管式自动黏度计法》。

本标准与 ASTM D7279-14a 的技术性差异及原因如下：

- 将 ASTM D7279-14a 第 2 章中的部分引用标准修改为相应的我国国家标准；
- 增加了参考文献。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会（SAC/TC280/SC1）归口。

本标准起草单位：中国石油天然气股份有限公司大连润滑油研究开发中心。

本标准参加起草单位：上海润凯油液监测有限公司。

本标准主要起草人：谢平平、逢翠翠、李南、陈军。

本标准为首次发布。

## 透明和不透明液体运动黏度的测定 折管式自动黏度计法

警告：本标准的应用可能涉及到某些有危险性的材料、操作和设备，但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，使用者在应用本标准之前应建立适当的安全和保护措施，并确定相关规章限制的适用性。

### 1 范围

本标准规定了采用折管式自动黏度计测定透明和不透明液体运动黏度的方法。

本标准适用于透明和不透明液体（如基础油、调合润滑油、柴油、生物柴油、生物柴油调合燃料和在用润滑油），运动黏度测定范围为  $2\text{mm}^2/\text{s} \sim 1500\text{mm}^2/\text{s}$ （见图1），温度范围为  $20^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ 。运动黏度测定范围与实际使用的黏度计常数有关。

本标准规定的精密度仅考察了以下运动黏度范围：对于基础油、调合润滑油、柴油、生物柴油和生物柴油调合燃料， $40^\circ\text{C}$  运动黏度范围为  $2\text{mm}^2/\text{s} \sim 478\text{mm}^2/\text{s}$ ；对于基础油和调合润滑油， $100^\circ\text{C}$  运动黏度范围为  $3\text{mm}^2/\text{s} \sim 106\text{mm}^2/\text{s}$ ；对于在用润滑油， $40^\circ\text{C}$  运动黏度范围为  $25\text{mm}^2/\text{s} \sim 150\text{mm}^2/\text{s}$ ， $100^\circ\text{C}$  运动黏度范围为  $5\text{mm}^2/\text{s} \sim 16\text{mm}^2/\text{s}$ 。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6379 （所有部分）测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）

GB/T 27867 石油液体管线自动取样法

ASTM D445 透明和不透明液体运动黏度测定法及动力黏度计算法（Test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids（and calculation of dynamic viscosity））

ASTM D2162 标准黏度计和黏度标准油基本校准规程（Practice for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards）

ASTM D6708 测量某种材料相同特性的两种试验方法间预期一致性的统计评估和改进规程（Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material）

ASTM D6792 石油产品和润滑油测试实验室质量体系指南（Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories）

ASTM E1137 工业铂电阻温度计规范（Specification for industrial platinum resistance thermometers）

### 3 方法概要

3.1 使用有证黏度参考标准物质校准黏度计常数。

3.2 测定试样在一定温度下流过已校准体积的折管式黏度计的时间。操作如下：移取试样并将其充装入带有两个检测单元的黏度计，当试样达到测试温度，且当试样下弯月面流过第一个检测单元时，仪

器自动启动计时程序。当试样弯月面流过第二个检测单元时，仪器停止计时。

样品体积 /μL	黏度计 常数	运动黏度/(mm <sup>2</sup> /s)																											
		Min	Max	2	3	7	10	15	20	30	35	45	50	60	70	75	100	120	150	200	210	250	300	450	500	700	1000	1500	
90	0.07	2	7																										
	0.1	3	10																										
180	0.2	7	20																										
	0.3	10	30																										
	0.5	15	50																										
	0.7	20	70																										
	1	30	100																										
360	1.2	35	120																										
	1.5	45	150																										
	2	60	200																										
	2.5	75	250																										
	3	100	300																										
540	5	150	500																										
	7	210	700																										
	10	300	1000																										
	15	450	1500																										

注：流动时间为 30s~200s。

图 1 典型折管式黏度计常数对应的黏度范围

3.3 所测定的流动时间与黏度计校准常数之积即为试样的运动黏度。按式 (1) 计算：

$$\nu = C \cdot t \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ν——运动黏度，单位为二次方毫米每秒 (mm<sup>2</sup>/s)；
- C——黏度计校准常数，单位为二次方毫米每二次方秒 (mm<sup>2</sup>/s<sup>2</sup>)；
- t——流动时间，单位为秒 (s)。

#### 4 方法应用

4.1 石油产品和一些非石油基材料用于设备润滑剂时，设备的正常运转有赖于具有适当黏度的液体润滑剂。此外，黏度对许多石油燃料的存储、处理和操作条件的确定非常重要。因此，准确地测定黏度对产品规格的制定非常必要。

4.2 在用润滑油的黏度是一个常用测量参数，用于评价发动机磨损对在用润滑油的影响以及发动机运行过程中部件的工况。

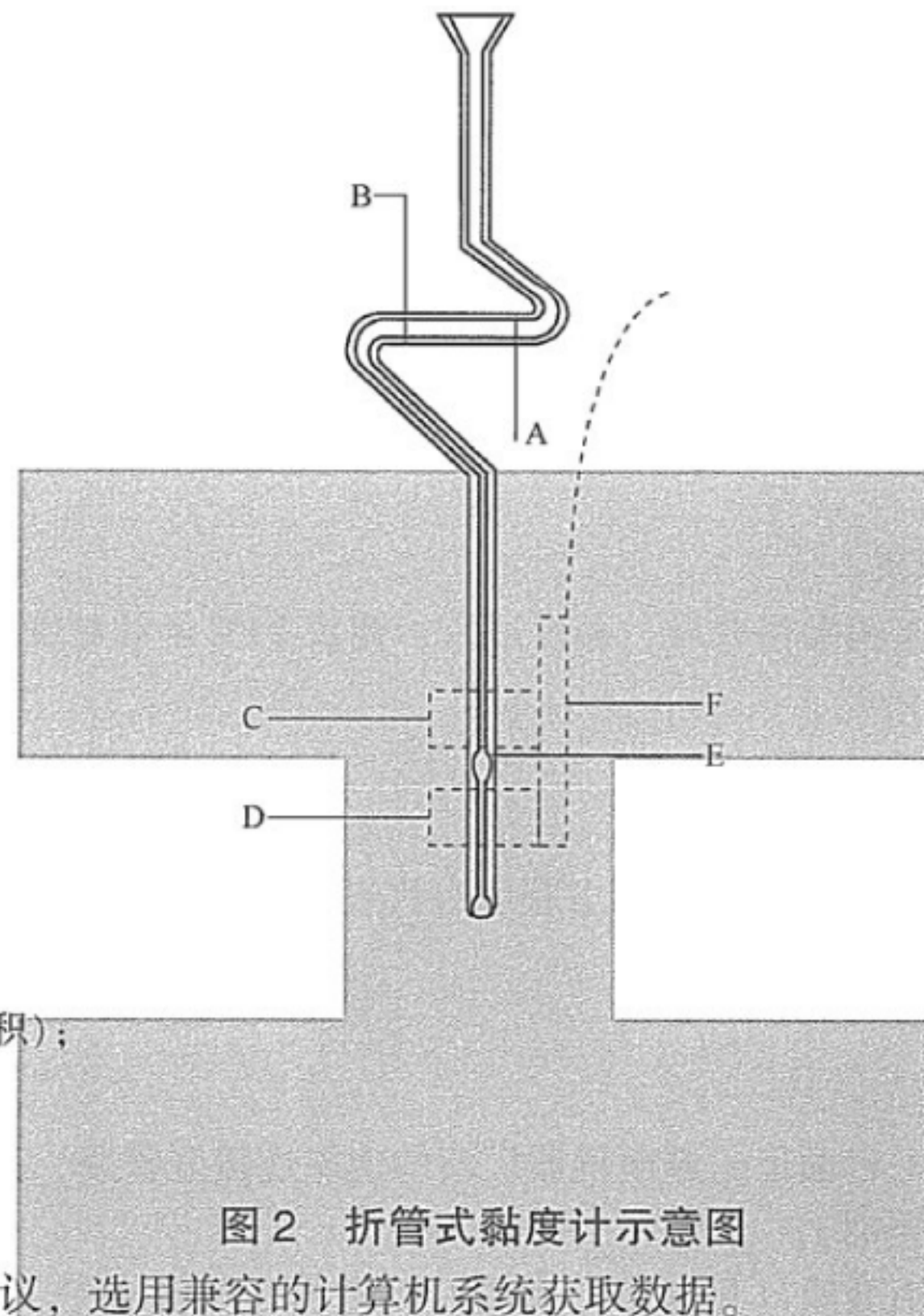
4.3 折管式自动黏度计法可用于测定试样的运动黏度，所需的典型样品量小于 1mL。

#### 5 仪器

5.1 自动黏度计，包括以下部分：

- 5.1.1 恒温浴：应确保系统达到最佳的热平衡，可使用矿物油或硅油作为介质，且应配有搅拌装置。
- 5.1.2 温度控制系统：应确保恒温浴介质温度与设定温度之差不超过±0.02℃。
- 5.1.3 折管式玻璃黏度计（见图 2）：校准体积和黏度计尺寸有关，可以覆盖较宽的黏度范围（见图 1）。
- 5.1.4 清洗/真空系统：应包含一个或多个溶剂贮液器。清洗前先排出试样，再将溶剂填充到黏度计中，冲洗干净后排出废液，吹干黏度计。
- 5.1.5 自动黏度计控制系统：包括控制仪器的电子处理器、计时装置、浴温调节系统、清洗系统、记

录及报告系统。



- A、B—贮液区；  
C、D—测定区域（校准体积）；  
E—球泡；  
F—检测单元。

图2 折管式黏度计示意图

5.1.6 按照仪器厂商的建议，选用兼容的计算机系统获取数据。

5.1.7 温度测量装置：可使用准确度为 $\pm 0.02^\circ\text{C}$ 或更高的液体玻璃温度计，或者使用其他同等或更高准确度的温度测量装置，如5.1.7.1提及的数字接触式温度计。

5.1.7.1 数字接触式温度计应满足：（1）使用电阻传感器，如铂电阻或热敏电阻传感器；（2）最小分辨率为 $0.01^\circ\text{C}$ ；（3）显示和探头的最小刻度为 $\pm 0.02^\circ\text{C}$ ；（4）响应时间不超过6s，见ASTM E1137工业铂电阻温度计规范；（5）漂移不超过 $10\text{mK}$ （ $0.01^\circ\text{C}$ ）/7年；（6）线性范围为 $10\text{mK}$ ；（7）电阻传感器的温度校准报告应溯源至国家标准，或有温度校准资质的计量标准化组织；（8）校准报告应包含一系列覆盖实际应用的典型测试点的数据。

5.1.7.2 对于手动黏度测试用的恒温浴，温度探头应至少浸入介质液面以下100mm，但不得超过传感器元件长度的三倍，且探头鞘末端不应超过黏度计底端。

5.1.7.3 建议感应元件的中心部位在满足最低浸没深度的情况下，保持与工作毛细管的下半部分在同一位置。

5.1.7.4 对于自动黏度测试仪器的恒温浴，使用者应遵循仪器厂商对电阻温度传感器位置的建议。

5.1.8 计时装置：应精确至 $0.01\text{s}$ 或更高，在预期的最小和最大的流动时间范围内，准确度应在读数的 $\pm 0.07\%$ 以内。

5.1.9 取样装置：可使用移液管，将试样（试样体积见图1）转移至折管式黏度计中。

## 6 试剂和材料

6.1 有证黏度参考标准物质的公认参考值应提供相应的不确定度（ $k=2$ ；95%置信水平），见GB/T 6379。可溯源至ASTM D2162规定的标准黏度计程序的有证黏度参考标准物质可满足使用。

6.2 不含铬的强氧化性酸清洗液。

警告：不含铬的强氧化性酸清洗液具有强腐蚀性，对有机组织具有潜在危害，但是没有像含铬一

样的特殊处理问题。

6.3 清洗和干燥溶剂，分析纯，可遵循仪器厂商的建议，必要时使用前应过滤。典型溶剂如下：

6.3.1 甲苯。

警告：易燃，蒸气吸入有害。

6.3.2 溶剂油或石脑油。

警告：易燃，有害身体健康。

6.3.3 丙酮。

警告：高度易燃，有害身体健康。

6.3.4 庚烷。

警告：易燃，有害身体健康。

6.4 工业级硅油或白油，用于恒温浴介质，黏度适宜，建议 25℃ 运动黏度为 100mm<sup>2</sup>/s 或相当。

## 7 取样

按照 GB/T 4756 或 GB/T 27867 的规范要求获取有代表性的试样。

## 8 仪器准备

8.1 仪器应放置在稳定的水平台面上。遵循仪器厂商的建议连接好管路、排液和真空系统。

8.2 安装仪器测试单元（必要时）。

8.3 向恒温浴中加入适量的浴介质（见 6.4），将黏度计放置于恒温浴中。

8.4 将适量的清洗和干燥溶剂加入溶剂贮存器中。

8.5 遵循仪器厂商的建议操作仪器。

8.6 选择清洁、干燥且已校准的黏度计，其黏度范围应覆盖试样预计的运动黏度值。黏度计的选择是否合适取决于试样的预计黏度是否准确，可通过如下计算（见 8.6.1）选择合适的黏度计。

8.6.1 依据式（1），选择的黏度计常数（ $C$ ）应落在  $(\nu/200) < C < (\nu/30)$  之间，流动时间（ $t$ ）应在 30s~200s 之间。

注：在对本标准开展的实验室研究中，流动时间均在 30s~200s 之间。

8.6.2 若试样的运动黏度未知，应在第一次测试后选取另外一支合适的黏度计重新测试。

## 9 校准

9.1 校准应遵循仪器厂商的建议。市售的已校准的黏度计应按照 9.4 条进行确认。

9.2 使用有证黏度参考标准物质（见 6.1）。

9.3 自动黏度计的校准应遵照第 10 章和仪器厂商的建议。

9.4 如果有证黏度参考标准物质运动黏度的测定结果与公认参考值之差超出  $\pm 0.5\%$ ，应重新测试。如仍超出，应检查黏度计的所有控制系统设置，并重新检查试验的每一步，包括温度测量装置和黏度计是否校准，找到误差来源。

注：通常大部分的误差都是由于黏度计毛细管中有污染（尤其是在用润滑油）和温度测量误差导致的，可修改清洗参数增加清洗次数并延长溶剂抽吸时间（见 11 章）。

## 10 试验步骤

10.1 设定并维持黏度计恒温浴至设定温度。如使用温度计，应将其垂直悬挂在恒温浴中，且置于与

校准时相同的浸没深度。

10.2 将试样用取样装置如移液管（见 5.1.9）转移至折管式黏度计中。试样体积与黏度计常数有关（见图 1）。测试过程中试样的填充体积和指定刻线位置见图 2。测试开始时试样的上弯月面在 A 下方，试样的下弯月面在 C 位置开始计时，测试结束时试样的上弯月面在 B 上方，试样的下弯月面在 D 位置停止计时。

注：使用的取样装置应能够一次将全部所需试样转移至黏度计中。

10.3 启动测试程序。

10.4 黏度计处理系统自动测定流动时间，根据式（1）计算运动黏度并记录结果。

10.5 启动清洗程序（见 11 章）。

10.6 在进行下一次测试前，黏度计温度平衡时间约 5min。

注：对于某些仪器，平衡时间可能远少于 5min。

## 11 清洗黏度计

11.1 清洗黏度计时应先启动真空将黏度计中的残留试样排出，然后用溶剂进行清洗，去除黏度计内壁的试样痕迹，再启动真空排出溶剂。某些仪器还采用另外一种溶剂干燥黏度计。重复上述操作直至黏度计彻底清洗干净，且应定期检查黏度计的校准常数。

11.2 应根据浴温选择合适沸点的溶剂。使用的溶剂应足以彻底清洗整个黏度计的内部，可通过调节溶剂冲洗次数和流速来实现。

11.3 当一个恒温浴中有黏度计正在进行测试时，不应同时清洗其他黏度计。

注：对于一些包含多支黏度计的测试仪器，虽然未涵盖在对本标准获取的精密度和偏差开展的实验室研究中，但在其他黏度计进行黏度测试的同时可以进行黏度计的清洗。因此，此清洗过程不影响仪器黏度测试的有效性。

11.4 应定期检查黏度计是否破损和清洁，以确保其使用状态良好。黏度计是否清洁可根据黏度计的测试范围选择合适的参比油进行测试来确认。当测试结果与公认参考值超差时，应对存在问题的黏度计进行进一步的清洗，可使用不含铬的清洗溶剂（见 6.2）。

11.5 使用参比油检查黏度计的频率应取决于黏度计的使用频次。

## 12 质量控制/质量保证（QC/QA）

12.1 通过测试质量控制样品以确认仪器的性能和测试程序。

12.2 如果无法获取合适的质量控制样品，可选取一合适油样作为质量控制样品，连续测定若干次后对数据进行统计分析，确定该油样的平均值和控制限值。

12.3 质量控制/质量保证程序可用于确保测试结果的可靠性。

12.4 如果测试仪器无相应的质量控制/质量保证程序，可参照附录 A 进行质量控制。更多的信息参见 ASTM D6792。

## 13 报告

报告运动黏度的测试结果，取四位有效数字，同时报告试验温度和使用本方法。

14 精密度和偏差

14.1 精密度

在用润滑油的精密度数据是通过 15 家实验室在 2004 年对 10 个在用润滑油和 5 个新油试样进行测试，40℃ 运动黏度范围为 25mm<sup>2</sup>/s~150mm<sup>2</sup>/s，100℃ 运动黏度范围为 5mm<sup>2</sup>/s~16mm<sup>2</sup>/s，并经过对试验结果的统计分析得到的。基础油、调合润滑油、馏出燃料、生物柴油和生物柴油调合燃料 40℃ 运动黏度的精密度数据是通过 7 家实验室在 2008 年对 26 个典型试样进行测试，40℃ 运动黏度范围为 2mm<sup>2</sup>/s~478mm<sup>2</sup>/s，并经过对试验结果的统计分析得到的。基础油和调合润滑油 100℃ 运动黏度的精密度数据是通过 6 家实验室在 2008 年对 23 个典型试样进行测试，100℃ 运动黏度范围为 3mm<sup>2</sup>/s~106mm<sup>2</sup>/s，并经过对试验结果的统计分析得到的。按下述规定判断试验结果的可靠性（95% 置信水平）。

14.1.1 重复性 (*r*)：在同一实验室，由同一操作者，使用同一仪器，在相同试验条件下，对同一试样连续测定，得到的两个试验结果之差不应超过表 1 的要求。

14.1.2 再现性 (*R*)：在不同实验室，由不同的操作者，使用不同仪器，对同一试样进行测定，得到的两个单一、独立的试验结果之差不应超过表 1 的要求。

表 1 重复性和再现性

试样类型	温度/℃	重复性/ (mm <sup>2</sup> /s)	再现性/ (mm <sup>2</sup> /s)
在用润滑油	40	0.0068 <i>X</i> 或 0.68% <i>X</i>	0.03 <i>Y</i> 或 3.0% <i>Y</i>
	100	0.016 <i>X</i> 或 1.6% <i>X</i>	0.056 <i>Y</i> 或 5.6% <i>Y</i>
基础油、调合润滑油、馏出燃料、生物柴油和生物柴油调合燃料	40	0.0107 <i>X</i> 或 1.07% <i>X</i>	0.0151 <i>Y</i> 或 1.51% <i>Y</i>
基础油和调合润滑油	100	0.0095 <i>X</i> 或 0.95% <i>X</i>	0.0201 <i>Y</i> 或 2.01% <i>Y</i>

注：*X* 为所比较的两个重复运动黏度试验结果的算术平均值，*Y* 为所比较的两个单一、独立运动黏度试验结果的算术平均值，单位为 mm<sup>2</sup>/s。

14.2 偏差

14.2.1 因未对有公认参考值的试样依据本标准进行偏差测试，故本标准无法提供偏差信息。

14.3 相对偏差

14.3.1 在用润滑油

在用润滑油的相对偏差是通过 2004 年 15 家实验室依据本标准和 10 家实验室依据 ASTM D445 对 10 个在用润滑油和 5 个新油进行测试，40℃ 运动黏度范围为 25mm<sup>2</sup>/s~150mm<sup>2</sup>/s，100℃ 运动黏度范围为 5mm<sup>2</sup>/s~16mm<sup>2</sup>/s，并经过对试验结果的统计分析得到的。依据 ASTM D6708，对本标准开展实验室研究所选试样应用本标准的黏度测试结果与应用 ASTM D445 黏度测试结果的一致性进行评估，见式 (2) 和式 (3)。

$$40\text{℃ 运动黏度: } Y = X - 0.290 \dots\dots\dots (2)$$

$$100\text{℃ 运动黏度: } Y = X - 0.133 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

*Y*——依据本标准测试结果预估的 ASTM D445 的测试结果，单位为二次方毫米每秒 (mm<sup>2</sup>/s)；



$X$ ——本标准的测试结果，单位为二次方毫米每秒 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )。

#### 14.3.2 基础油、调合润滑油、馏出燃料、生物柴油和生物柴油调合燃料

基础油、调合润滑油、馏出燃料、生物柴油和生物柴油调合燃料 40℃ 运动黏度的相对偏差是通过 2008 年 7 家实验室依据本标准和 6 家实验室依据 ASTM D445 对 26 个典型试样进行测试，40℃ 运动黏度范围为  $2\text{mm}^2/\text{s} \sim 478\text{mm}^2/\text{s}$ ，并经过对试验结果的统计分析得到的。依据 ASTM D6708，对本标准开展实验室研究所选试样应用本标准的黏度测试结果与应用 ASTM D445 黏度测试结果的一致性进行评估，无显著偏差。本标准与 ASTM D445 测试结果的差值不应超出方法间再现性的数值 (95% 置信水平)，见式 (4)。

$$R_{xy} = (0.5R_x^2 + 0.5R_y^2)^{0.5} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$R_{xy}$ ——本标准与 ASTM D445 的方法间再现性；

$R_x$ ——本标准的再现性；

$R_y$ ——ASTM D445 的再现性。

#### 14.3.3 基础油和调合润滑油

基础油和调合润滑油 100℃ 运动黏度的相对偏差是通过 2008 年 6 家实验室依据本标准和 8 家实验室依据 ASTM D445 对 23 个典型试样进行测试，100℃ 运动黏度范围为  $3\text{mm}^2/\text{s} \sim 106\text{mm}^2/\text{s}$ ，并经过对试验结果的统计分析得到的。依据 ASTM D6708，对本标准开展实验室研究所选试样应用本标准的黏度测试结果与应用 ASTM D445 黏度测试结果的一致性进行评估，见式 (5)，两种方法数据的一致性显著改善。本标准与 ASTM D445 测试结果的差值不应超出方法间再现性的数值 (95% 置信水平)，见式 (6)。

$$Y = 0.9951X \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$Y$ ——依据本标准测试结果预估的 ASTM D445 的测试结果，单位为二次方毫米每秒 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )；

$X$ ——本标准的测试结果，单位为二次方毫米每秒 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )。

$$R_{xy} = (4.92R_x^2 + 4.968R_y^2)^{0.5} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$R_{xy}$ ——本标准与 ASTM D445 的方法间再现性；

$R_x$ ——本标准的再现性；

$R_y$ ——ASTM D445 的再现性。

附录 A  
(资料性附录)  
质量控制 (QC)

- A.1 通过测定质量控制样品确认仪器的性能和测试程序。
- A.2 本标准的使用者在对测试过程监控前,应先确定质量控制样品的平均值和控制限值,可参照 NB/SH/T 0843、ASTM D6792 和 ASTM Manual MNL7。
- A.3 记录质量控制样品的测试结果,通过控制图表或其它统计方法确定测试过程的统计控制状态,可参照 NB/SH/T 0843、ASTM D6792 和 ASTM Manual MNL7。当测试结果超出控制限值,应查找根本原因,必要时,需要对仪器进行重新校准。
- A.4 当测试方法没有明确要求时,质量控制频率取决于测试结果的重要程度、测试过程的稳定性和客户的要求。通常每天进行日常测试前都应先测试质量控制样品,且当日常分析的试样数量较多时,应增加质量控制的频次。如果发现测试数据均在统计控制范围内,可减少质量控制的频次。为保证数据质量,应参照本标准的精密度要求检查质量控制样品测试结果的精密度。
- A.5 建议选择能够代表日常分析典型试样类型的质量控制样品。应保证质量控制样品在使用周期内数量充足,且在预期的储存条件下保持均匀和稳定。关于质量控制和控制图表手段的更多信息可参见 NB/SH/T 0843、ASTM D6792 和 ASTM Manual MNL7。

参 考 文 献

- [1] NB/SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价 统计技术法
  - [2] ASTM Manual MNL7 Manual on presentation of data and control chart analysis
-

中华人民共和国石油化工  
行业标准

透明和不透明液体运动黏度的测定 折管式自动黏度计法

NB/SH/T 0956—2017

\*

中国石化出版社出版发行

地址：北京市朝阳区吉市口路9号

邮编：100020 电话：(010) 59964500

石化标准编辑部电话：(010) 59964080

发行部电话：(010) 59964526

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: [press@sinopec.com](mailto:press@sinopec.com)

北京艾普海德印刷有限公司印刷

版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 1印张 24千字

2018年6月第1版 2018年6月第1次印刷

\*

书号：155114·1443 定价：25.00元