

润滑油氧化安定性测定法
(旋转氧弹法)

代替 ZB E34 011—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用旋转氧弹法测定润滑油的氧化安定性的方法。

本标准适用于评定具有相同组成的(基础油和添加剂)新的和使用中汽轮机油的氧化安定性。也可以用来评定含2,6-二叔丁基对甲酚的新矿物绝缘油,作为其氧化安定性的一种快速评定方法。试验结果用来检验含2,6-二叔丁基对甲酚或2,6-二叔丁基酚或含这两者的新矿物绝缘油,对每批油可作性能连续控制。

本标准不适用于40℃时粘度大于12mm²/s的含抗氧剂的绝缘油。

2 引用标准

GB 253 煤油

SH 0004 橡胶工业用溶剂油

SH 0005 油漆工业用溶剂油

3 方法概要

将试样、蒸馏水和铜催化剂线圈一起放到一个带盖的玻璃盛样器内,然后把它放进装有压力表的氧弹中。氧弹在室温下充入620kPa(6.2ba或90psi)压力的氧气,放入规定温度(绝缘油140℃;汽轮机油150℃)的油浴中。氧弹与水平面成30°角,以100r/min的速度轴向旋转。当达到规定的压力降时;停止试验。记录试验时间,根据氧弹试验时间以分钟(min)表示,作为试样的氧化安定性。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 氧弹、玻璃盛样器、压力表、试验油浴和附件见附录A。仪器装置示意图见图1。

4.1.2 温度计:水银温度计,100~150℃,分度值为0.1℃。

4.1.3 架盘药物天平:最大称量为500g,感量为0.5g。

4.1.4 移液管:5mL。

4.1.5 广口玻璃瓶:50~1000mL,口径大于50mm。

4.2 材料

4.2.1 铜丝:纯度99.9%,Cu2,直径1.50~1.63mm。

4.2.2 氧气:纯度99.5%。

注意:高速喷射易燃烧。远离油和脂。

4.2.3 砂纸或砂布:粒度100号。

4.2.4 溶剂油:符合SH 0004或SH 0005要求。

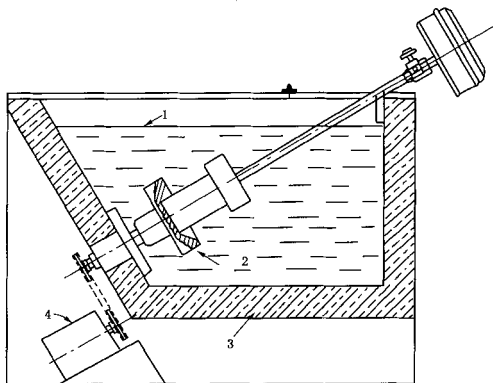


图1 旋转氧弹试验仪器示意图

1—液面；2—转动托架，100r/min；3—绝热层；4—驱动装置

4.2.5 煤油：符合 GB 253 的要求。

注意：溶剂油、煤油易燃，蒸气有害，应远离热源、火花和明火。

4.2.6 硅酮润滑脂。

4.2.7 细纱手套。

5 试剂

5.1 95%乙醇：化学纯。

5.2 硝酸：化学纯。

5.3 磷酸：化学纯。

5.4 氢氧化钾：分析纯。

注意：95%乙醇易燃，应远离热源、火花和明火。硝酸、磷酸和氢氧化钾有腐蚀性。

6 准备工作

6.1 10g/L 氢氧化钾乙醇溶液的配制：将 12g 氢氧化钾溶解于 1L95%乙醇中。

6.2 硝酸—磷酸溶液的配制：将 3 份体积的硝酸与 7 份体积的磷酸混合。

6.3 铜催化剂线圈的制备

6.3.1 在临使用前，用粒度 100 号砂纸或砂布把 3m 长的铜丝磨光，并用清洁、干燥的绸布把铜丝上的磨屑擦净。将此铜丝烧成外径为 46~48mm，高为 40~42mm 的线圈。用自来水、蒸馏水和 95% 乙醇清洗，再用冷风吹干。如放入干燥器中备用，则放置时间不得超过 24h，否则需重新处理。对每一试样要制备一个新的线圈。

6.3.2 另一种制备铜催化剂线圈的方法。在临使用前，把 3m 长的铜丝绕成外径为 46~48mm，高为 40~42mm 的线圈，放入装有硝酸—磷酸溶液的广口玻璃瓶中进行酸处理，直到铜丝露出新鲜金属表面为止。取出线圈，用自来水、蒸馏水和 95% 乙醇清洗，冷风吹干，也可放入干燥器中备用，但放置时间不得超过 24h，否则需重新处理。

注：用酸处理的铜催化剂线圈制备好后，必须称重。如果质量比开始使用的质量减少了 5%，则不能继续使用。

铜催化剂线圈使用和称重时，均不能用手直接接触。处理后铜丝有麻坑、锈斑时，不能使用。

6.4 将试验油浴升温到所需的试验温度。绝缘油为 140℃；汽轮机油为 150℃。

6.5 将氧弹体、平盖、锁环、玻璃盛样器和聚四氟乙烯盖用自来水、蒸馏水和 95% 乙醇冲洗，冷风吹干。

注：氧弹清洗得不彻底，会对试验结果带来不良影响。

7 试验步骤

7.1 带上清洁的细纱手套，将制备好的铜催化剂线圈旋转装入玻璃盛样器中，加入 $50\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 试样。用移液管加入 5mL 蒸馏水。

注：试样必须用棕色玻璃瓶装，并避光保存。

7.2 用移液管向空氧弹体内加入 5mL 蒸馏水，然后把玻璃盛样器滑进氧弹体中，盖上聚四氟乙烯盖。在“O”形密封圈外层涂一层薄薄的硅酮润滑脂。将氧弹平盖(装有压力表)盖上，用手把锁环拧紧，上紧仪表钟表发条，装好记录纸(见图 A4)，填写好氧弹号、试样编号、试验温度和试验日期。

注：在氧弹体内壁和玻璃盛样器之间加水有助于传热。

7.3 打开针形阀，用压力约为 620kPa(6.2ba 或 90psi)的氧气缓慢冲洗两次，并放到常压，然后在室温 25℃ 下调节氧气调节阀，将压力调到 620kPa(6.2ba 或 90psi)。如果室温不是 25℃，而是 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ，则就相应增加到减少 5kPa(0.05ba 或 0.7psi)，以获得所需的初始压力。当氧弹充氧至所需要的压力后，用手关紧阀门。如有必要可把整个氧弹(除压力表外)浸入水中试漏。试漏后的氧弹一定要用干毛巾擦干和压缩空气或吹风机吹干，避免把水带到热的试验油浴中引起油的溅射。严格按方法要求对同一试样准备两个氧弹。

7.4 油浴达到所需要的试验温度后，关闭转动架。将准备好的氧弹插入转动架中，记录时间，再开动转动架。控制温度波动在试验温度的 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内。在氧弹放入后 15min 内，氧弹压力上升到最高点并开始稳定。同一试样试验的两个氧弹的最高压力之差，不得大于 35kPa(0.35ba 或 5.1psi)，否则试验无效。

7.5 在整个试验中，要使氧弹完全浸没并且连续而均匀的转动。要求转动速度为 $100\text{r}/\text{min} \pm 5\text{r}/\text{min}$ ，任何可感觉到的转速波动会导致错误的结果。

7.6 当试验压力从最高点下降 175kPa(1.75ba 或 25.4psi)后，关闭转动架，记录时间，取下记录纸，立即取出氧弹，趁热放入煤油和溶剂油清洗槽中清洗，然后用自来水冲洗、冷却。

7.7 打开针形阀，放掉残气。打开氧弹，取出聚四氟乙烯盖和玻璃盛样器，观察试样和铜催化剂线圈情况并作记录。用溶剂油清洗氧弹弹体、平盖和锁环，用 95% 乙醇冲洗氧弹管柄内部，并用清洁的压缩空气或吹风机吹干。如果清洗后氧弹管柄内部还有酸气味，则应该用 10g/L 氢氧化钾乙醇溶液清洗，然后再用 95% 乙醇重复清洗直到没有酸气味为止。

8 精密度

在 40~370min 内，按下述规定来判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 重复性

同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于 $1.58\sqrt{\bar{X}}$ ，其中 $\bar{X}$ 为两次结果的算术平均值。

8.2 再现性

不同实验室各自提出的两个结果之差不应大于 $0.20\bar{X}$ ，其中 $\bar{X}$ 为两个实验室结果的算术平均值。

9 报告

9.1 观察记录纸的压力-时间曲线的外圈，计算放入氧弹开始试验到压力从最高点下降 175kPa(1.75ba 或 25.4psi)的时间，以分钟(min)计算。

9.2 取两次试验结果的算术平均值作为试样的旋转氧弹法测得的氧化安定性，以分钟(min)表示。

附 录 A
旋转氧弹法氧化试验设备
(补充件)

A1 氧弹

氧弹体、平盖、弹柄和锁环结构见图 A1 和图 A2。

A1.1 氧弹体和平盖应由不锈钢或传热好的铜棒加工制成，并镀铬，镀铬层要加厚。内表面应光滑便于清洗。氧弹应能在 150℃ 下经受 3450kPa (34.5ba 或 500psi) 的压力。由铜棒加工镀铬的氧弹，若镀铬层剥落则不得继续使用。

A1.2 弹柄应使用不锈钢制造，内径为 6.4mm，上部装有 6.4mm 的针形阀。

A1.3 锁环由钢镀铬或铝青铜镀铬制成。

A1.4 “O”形密封圈由氟橡胶或硅橡胶制造，内径为 50.8mm，外径为 60.3mm。平盖上较大的凹形密封槽其内径为 54mm，外径为 60.3mm。

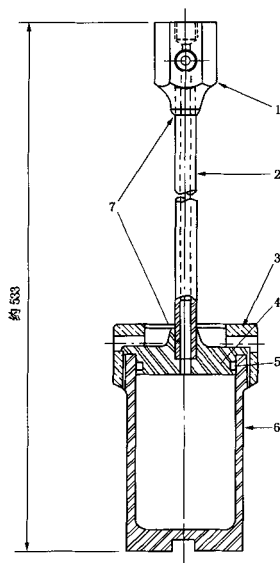


图 A1 氧弹

1—弹柄头；2—弹柄；3—锁环；4—平盖；5—“O”形密封圈；6—弹体；7—焊点

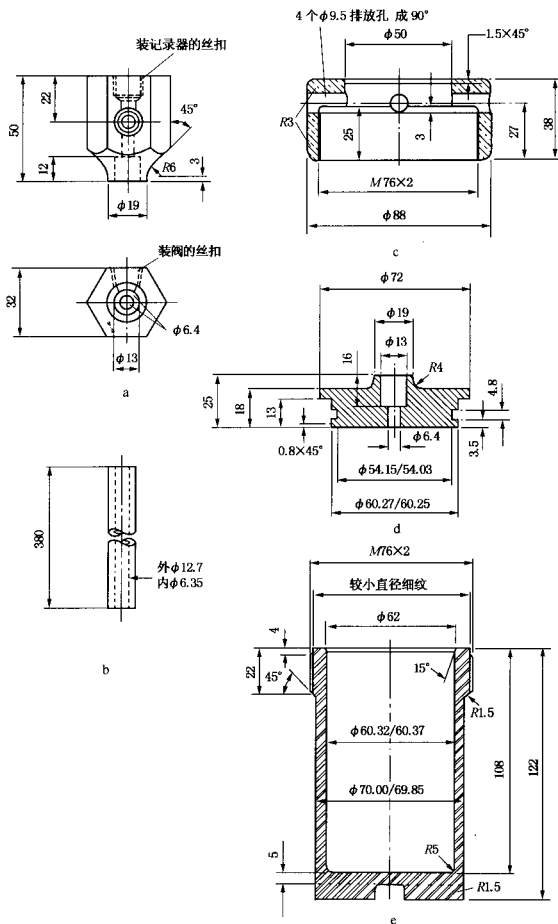


图 A2 氧弹详图

a—弹柄头；b—弹柄；c—锁环；d—平盖；e—弹体

A2 玻璃盛样器

由硼硅玻璃制成，容量 175mL。见图 A3。

A2.1 玻璃盛样器顶部应盖一个直径为 57.2mm，厚为 1.6mm 的聚四氟乙烯盖，盖的中心有一直径为 3.2mm 的孔。

A2.2 玻璃盛样器应能滑入，并固定在氧弹体中，没有间隙。玻璃盛样器壁厚最大不超过 2.5mm，质量应不大于 100g。

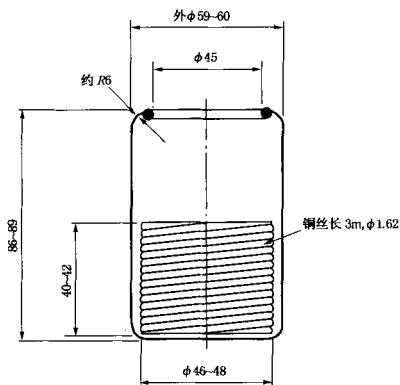


图 A3 玻璃盛样器

A3 压力表

见图 A4, 自动记录或指示压力表, 量程为 $0 \sim 1400\text{kPa}$ ($0 \sim 14\text{ba}$ 或 $0 \sim 200\text{psi}$), 分度为 25kPa (0.25ba 或 5psi)。精度 2.0 级, 自动记录压力表的安装应使压力表平面垂直于旋转轴。

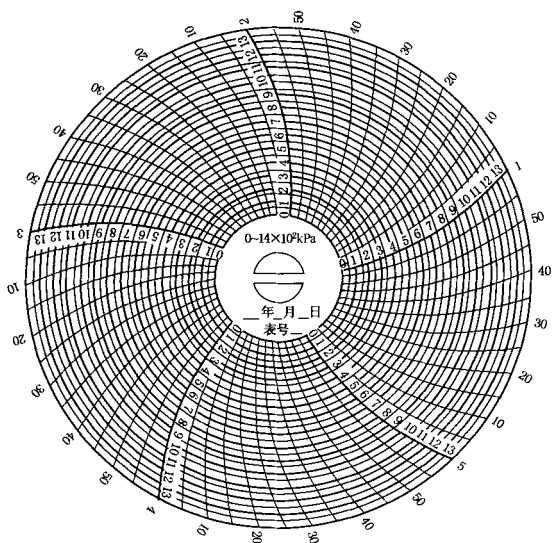


图 A4 压力表记录纸

A4 试验油浴

深度至少为 230mm，容量至少为 30L，能恒温在试验温度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 以内。装有较高效率的搅拌器和适当的控制仪表及转动架，使氧弹插入转动架后能浸没在油面下至少 25mm，并以 $100\text{r}/\text{min} \pm 5\text{r}/\text{min}$ 的速度，使氧弹成 30° 角轴向转动。氧弹放入后，在 10 ~ 15min，试验油浴能自动回升到试验温度。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人管焕铮、佟雅芝。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D2272 - 85《汽轮机油氧化安定性测定法(旋转氧弹法)》和 ASTM D2112 - 81《含添加剂矿物绝缘油的氧化安定性测定法(旋转氧弹法)》。