



中华人民共和国国家标准

GB/T 6538—2022

代替 GB/T 6538—2010

发动机油表观黏度的测定 冷启动模拟机法

Determination of apparent viscosity of engine oils—Using the cold-cranking simulator

2022-10-12 发布

2022-10-12 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 6538—2010《发动机油表观黏度的测定 冷启动模拟机法》，本文件与 GB/T 6538—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 本文件的测定范围由“ $-5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ”修改为“ $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ”(见第1章,2010年版第1章)；
- b) 本文件正文只保留了自动仪器的相关内容,将手动仪器相关内容放到附录 A 中(见第1章、第8章至第11章和附录 A,2010年版第1章、第9章至第13章)；
- c) 增加了超声波震荡消除气泡方法的应用(见第5章)；
- d) 本文件的校准油数量由13个增加到27个(见第6章,2010年版第6章)；
- e) 对自动仪器校准过程中标准物质的选择增加具体的要求(见第6章和第8章)；
- f) 更改了取样要求,删除过滤器除去 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上的颗粒物,增加不建议采用过滤的方式去除悬浮物(见第7章,2010年版第8章)；
- g) 更改了自动法结果的报告方式,结果不需要精确到 $10\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (见第10章,2010年版第12章)；
- h) 精密度部分,针对冷却剂制冷和热电式制冷两种方式分别规定了不同的重复性与再现性要求(见第11章,2010年版第13章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本文件起草单位：中国石化润滑油北京有限责任公司。

本文件主要起草人：郑光、张敏。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——1986年首次发布为 GB/T 6538—1986,2000年第一次修订,2010年第二次修订；

——本次为第三次修订。

引 言

汽车发动机油的冷启动模拟机(CCS)法表观黏度与低温下发动机的启动性有关。该表观黏度不适合于预测发动机油泵和润滑油分配系统中润滑油的低温流动性。发动机启动性的数据是通过美国协调研究委员会 CRC L-49 使用一系列参考油试验测得的,该参考油在 $-17.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的表观黏度介于 $600\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 8\,400\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之间,在 $-28.9\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的表观黏度介于 $2\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 20\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之间。仪器的测量范围取决于设备的型号和配套的软件版本。

由于 CRC L-49 试验远不如冷启动模拟机(CCS)程序精确和标准,所以冷启动模拟机(CCS)表观黏度无需精确地预测一个油品在指定的发动机中的启动性能。然而,冷启动模拟机(CCS)表观黏度与平均的 CRC L-49 发动机启动性试验结果基本吻合。

冷启动模拟机(CCS)表观黏度与发动机启动之间的关系是通过在 $-1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下对 17 个成品油(SAE 黏度等级分别为 5 W、10 W、15 W 和 20 W)的研究得出。研究中同时评价了合成型与矿物型的润滑油产品。

轻负荷发动机低温启动性和用冷启动模拟机(CCS)测量得到的表观黏度之间的相关性研究是通过在 $-5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下用 10 台 20 世纪 90 年代生产的发动机对 6 个成品油(SAE 黏度等级分别为 0 W、5 W、10 W、15 W、20 W 和 25 W)的试验得出的。

发动机油表观黏度的测定

冷启动模拟机法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作,本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了采用冷启动模拟机(CCS)法测定发动机油表观黏度的方法。

本文件适用于测定温度 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、表观黏度 $900\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 25\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的发动机油。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

牛顿液体 **Newtonian fluid**

黏度不随剪切速率改变的液体。

[来源:GB/T 4016—2019,2.05.018]

3.2

非牛顿液体 **non-Newtonian fluid**

黏度随剪切应力或剪切速率的变化而改变的液体。

[来源:GB/T 4016—2019,2.05.019]

3.3

黏度 **viscosity**

施加的剪切应力和剪切速率之间的比率,可用公式(1)表示为:

$$\eta = \tau / \dot{\gamma} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

η ——表观黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa}\cdot\text{s}$);

τ ——单位面积上的应力,单位为毫帕(mPa);

$\dot{\gamma}$ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1})。

注:有时称其为动力黏度系数,该系数用来衡量液体流动阻力的大小。

3.4

表观黏度 apparent viscosity

用于表征非牛顿液体流动阻力特性的术语。

注：由于许多发动机油在低温条件下是非牛顿液体，其表观黏度会随剪切速率而变化。

[来源：GB/T 4016—2019, 2.05.011]

3.5

校准油 calibration oil

具有已知表观黏度和黏温性的油品，用于确定表观黏度与冷启动模拟机(CCS)转子速度之间的校准关系。

3.6

黏弹性油 viscoelastic oil

在转子运转期间，会沿转子轴向上爬的非牛顿液体。

4 方法概要

一个电子马达驱动一个与定子紧密配合的转子。在转子和定子的空隙间充满试样，通过调节流过定子的冷却剂的流量来维持试验温度，在靠近定子内壁的位置测定这一温度。校准转子的转速使之作为表观黏度的函数。通过转子速率的校准值和测定值来确定试样的表观黏度。本文件提供了用冷启动模拟机(CCS)测定发动机油表观黏度的手动和自动两种测定方法，正文适用于自动冷启动模拟机(CCS)，附录 A 适用于手动冷启动模拟机(CCS)，附录 B 适用于测定高黏弹性油。

5 仪器

5.1 仪器类型

本文件有两类仪器可以使用，5.2 和 5.3 给出自动冷启动模拟机(CCS)的详细规定，A.1 给出手动冷启动模拟机(CCS)的具体规定。

5.2 自动冷启动模拟机(CCS)

自动冷启动模拟机(CCS)包括以下部分：

- 直流(dc)马达，可以驱动转子(位于定子中)；
- 转速传感器，用于测定转子转速；
- 直流电流表和精确的电流调节旋钮；
- 定子温度控制系统，能保证温度控制在设定温度的 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 循环制冷机，配合温度控制系统使用；
- 试验样品进样器；
- 计算机包括计算机接口。

5.3 自动进样器

在计算机控制下无需操作者参与，即可以连续多次测定试验样品的设备。

5.4 校准过的热电偶

置于定子内表面附近，用于指示试验温度。温度传感器与定子内表面应热接触良好；定期清洗定子

的内表面并替换高含银的导热介质。

5.5 制冷系统

5.5.1 采用冷却剂制冷的定子要求如下。

- 与冷却剂接触的定子,通过制冷机将冷却剂的温度保持在比测试温度低至少 10 ℃的水平。
- 当制冷温度低于-30 ℃时,可能需要两级制冷系统。
- 冷启动模拟机(CCS)与制冷机之间的连接管应尽可能地短(要小于 1 m)且有良好的隔热措施。
- 冷却剂为无水乙醇或无水甲醇。如果冷却剂使用环境的湿度较高,导致无水乙醇或无水甲醇吸水,那么应使用新的无水乙醇或无水甲醇替换,以确保温度在可控范围内。
- 如果无水乙醇或无水甲醇从仪器中泄漏出来,在继续试验前应先处理泄漏问题。

5.5.2 采用热电式制冷的定子要求如下:

- 为了保持试样测试温度,水或其他适当液体的冷却温度应在 5 ℃左右;
- 为防止冷却剂结冰阻塞制冷机管路,冷却剂中应含有 10%乙二醇或其他符合制造商说明书的溶液。

5.6 超声波浴

5.6.1 可选设备,工作频率为 25 Hz~60 Hz,典型输出功率不大于 100 W,尺寸要求能够容纳样品杯,且不带加热功能。可用于试验前对黏性样品进行散热和消泡处理。

5.6.2 可以使用超出上述工作频率及输出功率的超声波浴,但实验室应进行数据比较,以确保使用这两类超声波浴得到的测试结果一致。

6 试剂与材料

6.1 丙酮:分析纯。

警示——易燃,有害健康。

6.2 无水乙醇:分析纯,用作冷却剂。

警示——易燃,有害健康。

6.3 无水甲醇:分析纯,用作冷却剂。

警示——易燃,有害健康。

6.4 石油醚:分析纯,60 ℃~90 ℃。

警示——易燃,有害健康。

6.5 校准油:表 1 显示了在每个测试温度下可能使用的校准油组合。在规定温度下,近似的表观黏度值见附录 C,准确表观黏度值见具体校准油。

表 1 测试温度下的校准油组合

校准油牌号	测试温度					
	−35 ℃	−30 ℃	−25 ℃	−20 ℃	−15 ℃	−10 ℃
CL080	A	—	—	—	—	—
CL090	A	—	—	—	—	—
CL100	A	A	—	—	—	—
CL110	B	A	—	—	—	—
CL120	B	A	A	—	—	—
CL130	B	B	A	—	—	—
CL140	B	B	A	A	—	—
CL150	B	B	B	A	—	—
CL160	B	B	B	A	—	—
CL170	B	B	B	B	A	—
CL190	B	B	B	B	A	—
CL200	B	B	B	B	A	A
CL220	C	B	B	B	B	A
CL240	C	B	B	B	B	A
CL250	C	B	B	B	B	B
CL260	—	B	B	B	B	B
CL280	—	C	B	B	B	B
CL300	—	C	B	B	B	B
CL320	—	C	C	B	B	B
CL340	—	—	C	B	B	B
CL380	—	—	C	B	B	B
CL420	—	—	—	C	B	B
CL480	—	—	—	C	B	B
CL530	—	—	—	C	C	B
CL600	—	—	—	—	C	C
CL680	—	—	—	—	C	C

注 1：加方框的字母为首选校准油。

注 2：从 A 组中至少选择一种校准油，优先选择首选校准油。−35 ℃~−25 ℃, A 组表观黏度为 800 mPa·s~1 500 mPa·s；−20 ℃~−10 ℃, A 组表观黏度为 800 mPa·s~1 400 mPa·s。

注 3：从 B 组中至少选择三种校准油。−35 ℃~−20 ℃, B 组表观黏度为 1 000 mPa·s~15 000 mPa·s；−15 ℃, B 组表观黏度为 1 000 mPa·s~13 000 mPa·s；−10 ℃, B 组表观黏度为 1 000 mPa·s~9 000 mPa·s。

注 4：从 C 组中至少选择一种校准油。−35 ℃~−20 ℃, C 组表观黏度大于 13 500 mPa·s；−15 ℃, C 组表观黏度大于 11 500 mPa·s；−10 ℃, C 组表观黏度大于 9 000 mPa·s。

7 取样

7.1 按照 GB/T 4756 方法进行取样,以获得有代表性的、无固体悬浮物和水的样品。当容器中的样品

温度低于室内的露点温度时,应在打开容器前将样品加热到室温。当样品中含有悬浮物时,应使用离心机除去 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上的颗粒物,取上清液测试,不建议采用过滤的方式去除悬浮物。试验前,不应摇动样品,否则样品容易夹带空气,并导致错误的表观黏度结果。

7.2 对于某些类型样品,例如在样品中容易夹带空气或气泡的黏性润滑油,可使用不打开加热功能的超声波浴(见 5.6),一般超声 5 min 可以有效消泡。

8 校准

8.1 电流检查周期

在启用一台新的仪器或更换黏度池的驱动部件(马达、皮带、转速传感器等)时,均应测定马达电流。最初,应每个月重新检查马达电流(见 8.3),直到马达电流的变化量在连续的几个月里小于 0.005 A ,此后每三个月检查一次。附录 D 给出了校准过程流程图。

8.2 温度校验

8.2.1 使用温度校验插头(TVP)确认仪器能够准确计算温度。

8.2.2 从仪器的后面板拔掉温度传感器插头,插上温度校验插头的高温插头。

8.2.3 从电脑软件中选择温度校验功能,输入对应的温度校验插头的电阻值,并记录显示的温度差值。

8.2.4 用第二个插头重复以上操作。

8.2.5 记录的温度差值应小于 $0.06\text{ }^{\circ}\text{C}$,否则联系仪器厂家维修。

8.3 电流的校准和核查

8.3.1 在电脑软件上选择设定马达电流选项,在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下运行表观黏度约 $3\,500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的校准油,CL250 符合本文件要求。此程序会冷却试样到 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 并恒温。如果是重新校准,按照 8.3.2 操作。如果是核查马达电流,按照 8.3.3 操作。

8.3.2 马达启动 20 s 后,监控马达转速,并通过调节电流调节旋钮设定转速到 $0.240\text{ kr/min}\pm 0.001\text{ kr/min}$ (在电脑显示屏的“SPEED”中显示),此项操作应在马达启动后 50 s~75 s 内完成。如果超时,按照 8.3.1 重复操作。

8.3.3 如果是核查马达的电流,记录马达启动后 55 s~60 s 的转速。如果转速在 $0.240\text{ kr/min}\pm 0.005\text{ kr/min}$ 范围内,记录转速和电流,然后继续试验。也可以调整转速到 0.240 kr/min ,并记录新的电流值,调整电流后,可重新校准,也可以不校准。如果连续两次电流核查,都调整了电流,且调整方向相同,应重新校准。若未校准电流,则执行第 9 章,否则按 8.4 执行。

8.3.4 如果核查发现马达转速超出 $0.240\text{ kr/min}\pm 0.005\text{ kr/min}$,调整转速到 0.240 kr/min ,并记录电流值,按照 8.4 校准。

8.4 校准步骤

8.4.1 在每个测试温度下,按照 8.4.2 的选择标准和第 9 章的步骤操作,使用表 1 中列出的该温度下的校准油校准仪器。

8.4.2 校准油应符合以下要求:从表 1 的 A 中至少选择一种校准油,从 B 中至少选择三种校准油,从 C 中至少选择一种校准油。从 B 中挑选校准油时,所选校准油的黏度应均匀地分布在该系列的黏度范围。所选择的校准油数量要保证提供 10 组以上的数据,每组数据中包含公式(2)中所需的温度、转速和表观黏度的数值。为获得 10 组数据,可以对一种校准油测试两次,但这样做可能降低校准的稳健性。

如果需要对一种校准油测试两次,不建议连续测试同一个校准油。例如,−35℃的校准油测试顺序为 CL090、CL120、CL150、CL170、CL190、CL240,然后重复测试 CL090、CL120、CL150、CL170、CL190、CL240。

8.5 校准方程

每个温度下计算机回归测量数据的方程如公式(2)所示:

$$\eta = \frac{B_0}{n} + B_1 + B_2 \times n \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

η ——表观黏度,单位为毫帕秒(mPa·s);

B_0, B_1, B_2 ——回归系数;

n ——转速,单位为千转每分(kr/min)。

8.6 校准要求

8.6.1 软件自动计算的回归系数不小于 0.99。

8.6.2 校准数据与校准油被认证的表观黏度值的偏差不超过 1.6%,最好是所有的偏差都小于 1%。

8.6.3 如果每个测试温度下有 3 对以上的数据因为超差而舍弃,则重新校准。如果重新校准是在 4 个工作日内使用一整套校准油完成,则计算回归系数可包括所有校准油的测试数据。如果只是重新测试之前被舍弃了数据的校准油,那么重新测试时,应加上两个之前保留数据的校准油。

8.6.4 在测试温度下,应尽量在最短的时间内收集完校准数据。当在某一温度下开始和完成校准的时间间隔超过 4 个工作日,操作者应重新测试最早测定的一或两个校准油,并将数据纳入校准分析中。这是为了保证仪器操作条件与开始校准时一致。如果操作者定期向已确认的有效校准数据中,添加校准数据,4 个工作日的期限不再适用。

8.6.5 在删除离群数据后,每个温度下的校准数据,至少包含 10 个数据点,且表观黏度值均匀分布在所用的表观黏度范围中。

9 自动冷启动模拟机(CCS)操作步骤

9.1 将至少 55 mL 的试样加入到 60 mL 的样品杯中。对于高黏弹性油,可按照附录 B 操作。当使用微量样品适配器时,操作步骤按附录 E 规定。

注:当使用自动进样器时,确保样品杯的尺寸与样品托盘匹配,样品进样管不会接触到样品杯的底部,防止将沉淀物质吸入仪器中。

9.2 输入试样的编号和试验温度。

9.3 对于配有自动进样器的仪器,重复步骤 9.1 和 9.2,直至所有样品杯都在样品托盘上,所有试样的信息都被输入到计算机的测试表中。建议在每组试样中增加一个质控样品。

9.4 按照仪器软件的指示开始测试试样。试验过程中,仪器将试样的温度冷却到接近测试温度,并恒温 180 s。紧接着启动马达,并记录转速,但只有 55 s~60 s 的平均转速被用于计算表观黏度。

注:新试样将会自动顶替前一个试样,不需要溶剂清洗。温度的控制和马达的运行都由计算机控制。马达转速的测定以及试样表观黏度的计算由计算机执行并显示。

9.5 如果质控样品的测试结果与预期值之差超出了本文件的再现性范围,则该组样品测试结果可疑。如果连续两组结果都可疑,则使用校准油 CL250 在 −20℃重新检查转子转速。如果转子转速超出 0.240 kr/min±0.005 kr/min,查找并解决产生偏差的原因,并且重新校准。

10 结果报告

报告在计算机显示器上显示的表观黏度和温度。

11 精密度和偏差

11.1 概述

本文件精密度由测定温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、表观黏度 $2\,700\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 15\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的样品统计获得。按照 11.2 和 11.3 的规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

注：本文件的精密度是由配有 4.X 或更高版本软件的 CCS-4/5 型仪器(冷却剂制冷)和配有 ViscPro CCS 软件的 CCS-2050/2100 型仪器(热电式制冷),通过统计计算得到的。测试样品的温度范围为 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、表观黏度范围为 $2\,700\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 15\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 。

11.2 重复性(r)

同一操作者在同一实验室,使用同一仪器,按照相同的方法,对同一试样进行测定得到的两个连续试验结果之差不应超过表 2 中规定的重复性限值。

11.3 再现性(R)

不同操作者在不同的实验室,使用不同仪器,按照相同的方法,对同一试样分别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 2 中规定的再现性限值。

表 2 精密度

制冷方式	重复性(r)	再现性(R)
冷却剂制冷	3.1%	7.3%
热电式制冷	1.5%	6.0%

附录 A

(规范性)

手动冷启动模拟机(CCS)操作步骤

A.1 仪器

A.1.1 手动冷启动模拟机(CCS)包括以下部分:

- 直流(dc)马达,可以驱动转子(位于定子中);
- 转速传感器,用于测定转子转速;
- 直流电流表和精确的电流调节旋钮;
- 定子温度控制系统,能保证温度控制在设定温度的 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 循环制冷机,配合温度控制系统使用。

A.1.2 热电偶:应校准,置于定子内表面附近,用于指示试验温度。

A.1.3 制冷系统:控制冷却剂温度,使其温度比试验温度至少低 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。最好使用机械制冷,采用干冰制冷系统也可以取得满意的效果。冷启动模拟机(CCS)与制冷机之间的连接管应尽可能地短且有良好的隔热措施。制冷系统使用的冷却剂为无水甲醇或无水乙醇。

A.1.4 温度传感器:与定子内表面应热接触良好,定期清洗定子的内表面并替换高含银的导热介质。调节冷却剂的温度使黏度池的温度比试验温度至少低 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.5 甲醇或乙醇循环器:可选设备,仅适用于手动冷启动模拟机(CCS)。该设备为定子提供热甲醇或乙醇,以便于替换样品、蒸发清洗剂。

A.2 试剂与材料

见第 6 章。

A.3 手动冷启动模拟机(CCS)的校准

A.3.1 电流检查周期

在启用一台新的仪器或更换一些黏度池的驱动部件(马达、皮带、转速传感器等)时,均要求测定马达电流。最初,要每个月重复检查马达电流(见 A.3.2),直到马达电流的改变量在连续的几个月里小于 0.020 A ,此后每三个月检查一次。

A.3.2 测定马达电流

将转速传感器的插头接在与之相吻合的“CAL”插口上,按照第 11 章所述在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下运行 $3\,500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的表观黏度标准样。当驱动马达转动时,通过调节电流微调旋钮,在转速表上获得一个 $0.240\text{ kr/min}\pm 0.001\text{ kr/min}$ 的读数。在此后任何温度下所有的校准和试验都应保持这一电流常数。在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下,运行 $3\,500\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的校准样时,为保持 $0.240\text{ kr/min}\pm 0.001\text{ kr/min}$ 的读数而需改变电流值时,仪器应按 A.3.3 重新校准。

A.3.3 校准步骤

A.3.3.1 在测试温度下,按照 A.4 的步骤,用表 1 中所列出的校准油进行校准。当被测试样的表观黏度范围很窄时,至少应使用三个校准油,其表观黏度范围应包括被测试样。

A.3.3.2 准备校准曲线。在双对数坐标纸或专用的线性图形纸上绘制转速读数与其函数校准油表观黏度的光滑曲线。应尽可能使已建立的各点达到最佳的拟合。若不慎使用市售现成的曲线将产生大量错误。图 A.1 为一条典型的曲线。A.3.3.3 中的方程可作为绘图法的替代方法。

A.3.3.3 作为替代方法的方程，一个有限表观黏度范围内，校准数据能够很好地遵从公式(A.1)。

$$\eta = \frac{B_0}{n} + B_1 + B_2 \times n$$

.....(A.1)

- 式中：
- η

——表观黏度，单位为毫帕秒(mPa·s)；
- B_0, B_1, B_2

——回归系数；
- n

——转速，单位为千转每分(kr/min)。

当有三组以上的数据可供使用时，将这些数据代回到公式(A.2)计算常数值 B_0, B_1 和 B_2 的值：

$$\eta \times n = B_0 + B_1 \times n + B_2 \times n^2$$

.....(A.2)

- 式中：
- η

——表观黏度，单位为毫帕秒(mPa·s)；
- B_0, B_1, B_2

——回归系数；
- n

——转速，单位为千转每分(kr/min)。

A.3.3.4 当用一个校准油检查时，若其测试结果与校准曲线计算的数值相差大于±5%，要重新检查温度探头的校准并重新运行校准油。在每个温度下都应建立独立的曲线和方程，然而，如果在两个或多个温度下的校准数据适用于同一条曲线或方程，且无偏差，则该曲线或方程就可用于两个或多个温度。

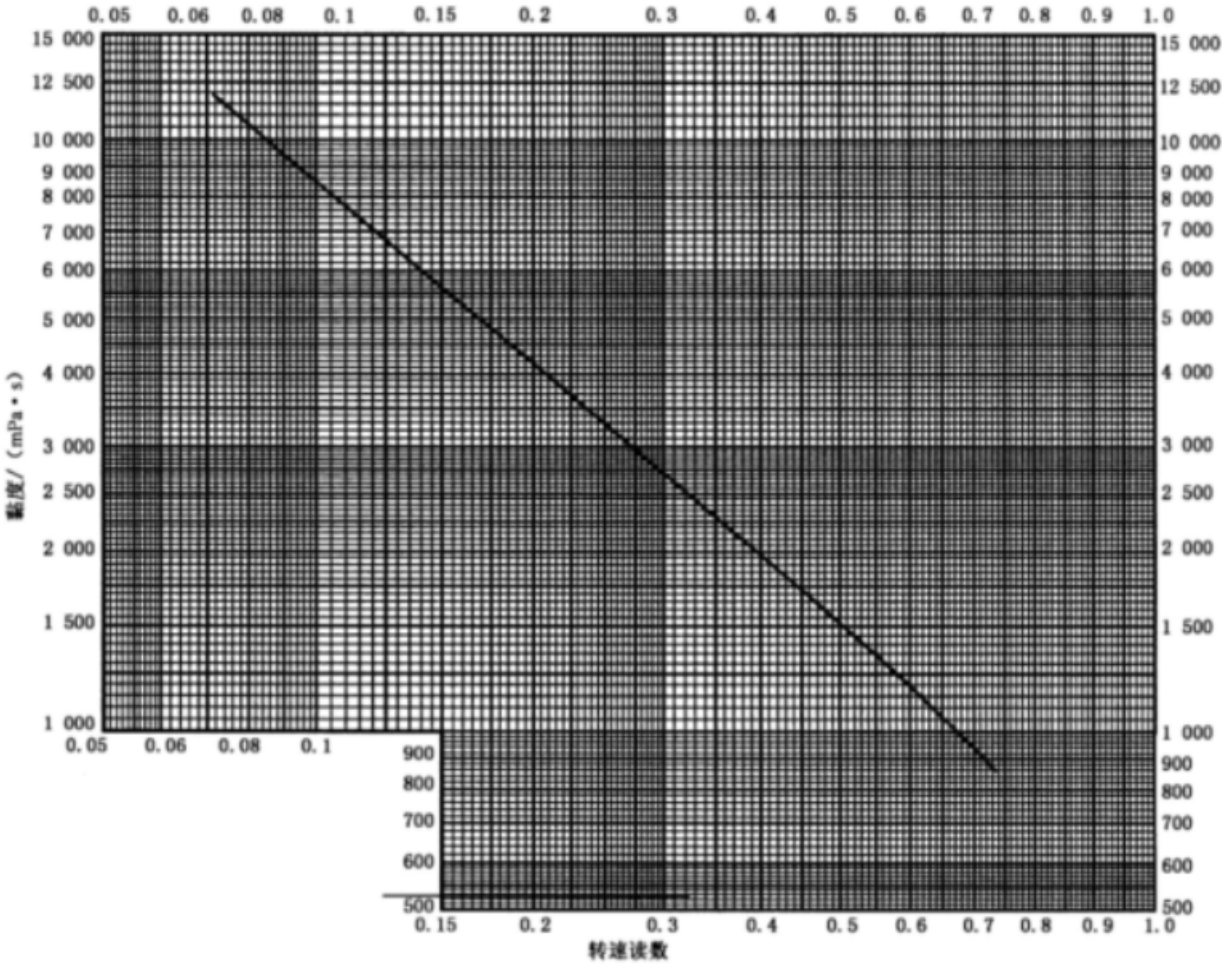


图 A.1 典型的校准曲线

A.4 手动冷启动模拟机(CCS)试验步骤

A.4.1 冷启动模拟机(CCS)检查

建立校准曲线或方程(见第8章)。进行一系列的测定之前,在测试温度下,应使用至少一个校准油,全面检查仪器和校准情况。当运行用于检查的样品时(见附录C),如果显示的马达电流与在A.3.2中确定的电流相差大于0.005A,应重新设定电流值;按A.3.2运行15s之后,观察并修正电流值。当校准油测试值与标准值之差大于 $\pm 5\%$ 时,需重新测试一次以确保测试结果正确。如果校准油的测试结果无误,则按A.3.3重新校准。至少每个月使用质控样品或者参考样品对仪器性能进行全面的检查。

注:在整个仪器运行期间,保持冷却池搅拌充分,否则会导致冷却池内部存在较大的温差。这些温差会影响试样的温度,降低黏度测量的精确度。

A.4.2 冷启动模拟机(CCS)操作步骤

A.4.2.1 用滴管将试样注入注油管,确保试样充满转子和定子的间隙,且转子上方覆盖少量试样,以完全填满杯子。用手转动转子,确保试样流过时完全润湿转子和定子的表面。将注样管完全填满,并在管子的末端插一个橡胶塞。对于黏弹性油,当马达启动时(见A.4.2.2),为了阻止试样将橡胶塞从管子中挤出而使黏度池剪切区的试样排空,应压紧此橡胶塞。若此操作不能防止黏度池的试样排空,应执行附录B,附录B为高黏弹性油的专用步骤。

注:有些试样在室温条件下黏度较大,以至无法流入转子与定子之间的间隙。可以将那些在室温条件下运动黏度超过 $100\text{mm}^2/\text{s}$ 的试样加热后(不超过 $50\text{ }^\circ\text{C}$)再注入到黏度池中。

A.4.2.2 打开制冷系统(A.1.3)和温控(A.1.4)开关,冷却定子。记录冷却剂流出的时间(使用秒表或其他以秒为单位的计时器)。如果测试温度低至 $-20\text{ }^\circ\text{C}$,应在30s~60s内达到控制温度;如果测试温度低至 $-30\text{ }^\circ\text{C}$,在60s~90s内达到控制温度调整仪器试验温度, $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 的试验温度,60s~90s内达到 $-30\text{ }^\circ\text{C}$ 的试验温度。如果没有达到这些要求,应更换冷却剂无水甲醇或无水乙醇(见6.2或6.3),或调节无水甲醇或无水乙醇的冷却温度。温度指示仪表及冷却剂循环控制系统的零位温度指示达到试验温度。调节用于温度指示的仪表的设置钮,使仪表的读数略在零点的左边一点,这样当在试验温度下启动马达时,无需做太多调节。

如果达到控制温度的时间过慢,不能满足上述要求,应更换冷却剂无水甲醇或无水乙醇(见6.2或6.3)或降低无水甲醇或无水乙醇的温度(见6.2或6.3)。

如果达到控制温度的时间快于所要求的时间,应升高冷却剂无水甲醇或无水乙醇的温度以获得更满意的控温效果。

A.4.2.3 在冷却剂流出 $180\text{ s}\pm 3\text{ s}$ 后开启马达。

A.4.2.4 将转速传感器插头接在标有“CAL”字样的接口上,在马达打开后立即记录速度计的读数。如果转速传感器的读数升高然后又很快降低到比最高读数小至少5%的位置,说明在剪切区域可能有残存的溶剂。在温度控制不好(观察温度计读数)时也会发生数字速度计非正常的变化或模拟仪表表针的偏移。最通常的情况是热电偶与定子上的测温孔之间的接触不好。此时应终止运行,抽去试样并按A.4.3步骤清洗,用新试样按A.4.2步骤重新运行。

A.4.2.5 在马达启动后 $60\text{ s}\pm 5\text{ s}$ 记录转速,在没有使用数字仪表的情况下,模拟仪表的读数估计至最小分度的十分之一。关闭马达和冷却剂控制开关。

A.4.3 冷启动模拟机(CCS)清洗步骤

A.4.3.1 清洗时开启甲醇或乙醇循环器加热定子($35\text{ }^\circ\text{C}\sim 45\text{ }^\circ\text{C}$),保持热甲醇或乙醇的流动直到

A.4.3.2完成,A.4.3.3 为替代方法。

A.4.3.2 先用石油醚然后用丙酮清洗转子/定子块(溶剂易燃应小心使用),用真空泵干燥黏度测定池。在干燥的最后阶段,用手转动转子几圈以确保转子和定子之间的间隙是清洁干燥的。

A.4.3.3 可以按 A.4.2 步骤,使用至少 30 mL 下一种样品冲洗黏度池中原有样品并将其充满,该方法可作为 A.4.3.1 和 A.4.3.2 用溶剂清洗的一个替代方法。

A.4.4 冷启动模拟机(CCS)保护措施

为了防止仪器因偶然开启而造成的损坏,完成全部的试验之后在仪器中保留最后的样品。该试样也可以作为在仪器停用一段时间后的第一个运行的试样,这样可预热仪器中的电子元件和马达,在测试新的试样之前,不记录此试样的转速传感器数据。

A.5 结果报告

A.5.1 用 A.3.3.2 中的曲线图 A.1 或 A.3.3.3 的公式(A.1)计算试样的表观黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$),结果精确至 $10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

A.5.2 记录试验温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$)。

A.6 精密度和偏差

A.6.1 概述

按照 A.6.2 和 A.6.3 规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

注:该试验方法的精密度是利用配有 4.X 或更高版本软件的 CCS-4/5 型仪器(冷却剂制冷)和配有 ViscPro CCS 软件的 CCS-2050/2100 型仪器(热电式制冷),通过统计方法得到的。测试样品的温度范围为 $-5^{\circ}\text{C} \sim -35^{\circ}\text{C}$,表观黏度范围为 $1\,560 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 10\,200 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

A.6.2 重复性(r)

同一操作者在同一实验室,使用同一仪器,按照相同的方法,对同一试样进行测定得到的两个连续试验结果之差不应超过平均值的 5.4%。

A.6.3 再现性(R)

不同操作者在不同的实验室,使用不同仪器,按照相同的方法,对同一试样分别进行测定得到的两个单一、独立的试验结果之差不应超过平均值的 8.9%。

附录 B

(规范性)

使用手动冷启动模拟机(CCS)测定高黏弹性油的专用程序

B.1 在低温条件下冷启动模拟机(CCS)上的试样会表现出不同的特性,进而要求在试验步骤上作相应的变化。在转子启动后,一些高黏弹性油会沿着转子轴的方向盘旋。如果试样从剪切区中爬升,转子的速度则会明显地增加。一般通过在注样管上加橡胶塞的方法能保证第 8 章中试验步骤顺利进行(见 A.4.2);然而,具有很高黏弹性的试样应使用专用的试验步骤。B.2~B.7 的试验步骤既可以用于黏弹性试样也可以用于非黏弹性试样。在很短的时间里 B.5 比 A.4.2 的操作步骤繁琐。由于校准曲线会有轻微的差别,故应以相同的步骤运行校准油。

B.2 用滴管向注样管加入试样,使其充满转子和定子的间隙,让液面没过转子约 1 mm。当试样从转子的两边溢出时,用手转动转子以确保试样完全浸透转子和定子的表面。

B.3 将温度和冷却剂控制开关打开,冷却定子。控制试验温度在 30 s~60 s 达到 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下;控制试验温度在 60 s~90 s 达到 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下。确认选择的试验温度,开动冷启动模拟机(CCS)的马达,运行一个低黏度的试样,来设定冷却剂循环器的温度设定值;提供给黏度池的冷却剂的温度应低于试验温度约 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。温度探头与定子上的测温孔之间应有良好的传热性;测温孔应定期清理(见 A.1.4)。

B.4 将调零旋钮设在略低于试验温度的位置,这样当转子在试验温度下启动时不必过多地调节温度。

B.5 当试验温度到达时,启动计时器(以温度指示仪表和冷却剂循环器的动作为根据),在计时器启动 $10\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 以后,直接向黏度池中加入补充样,以使黏度池完全充满。

B.6 在计时器启动后的 $30\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 开启马达。

B.7 从马达启动后的 $10\text{ s}\pm 2\text{ s}$ 记录转速传感器的读数,准确到 0.001 kr/min 。关闭马达和冷却剂循环控制开关。

B.8 按 A.4.3 的步骤清洗冷启动模拟机(CCS)。

B.9 本文件没有确定高黏弹性油表观黏度的精密度,预计比 A.6 中规定的更低。

附录 C
(资料性)
校准油具体规格

校准油的具体规格详见表 C.1。

表 C.1 校准油具体规格

校准油牌号	近似黏度 ^a /(mPa·s)					
	−10℃	−15℃	−20℃	−25℃	−30℃	−35℃
CL080	—	—	—	—	—	850
CL090	—	—	—	—	—	1 150
CL100(10)	—	—	—	—	875	1 450
CL110	—	—	—	—	1 025	1 675
CL120(12)	—	—	—	755	1 225	2 050
CL130	—	—	—	975	1 550	2 600
CL140(14)	—	—	—	1 250	2 075	3 550
CL150	—	—	800	1 525	2 500	4 310
CL160(16)	—	—	950	1 900	3 200 ^b	5 575
CL170	—	850	1 200	2 175	3 650	6 245 ^c
CL190(19)	—	1 075	1 325	2 750	4 675	8 375
CL200	875	1 325	1 675	3 500 ^b	6 025	10 925
CL220(22)	1 025	1 600	2 125	4 225	7 375 ^c	13 550
CL240	1 225	1 900	2 550	5 175	9 100	16 925
CL250(25)	1 375	2 175	3 050	6 000	10 650	20 000
CL260	1 675	2 650	3 500 ^b	7 300 ^c	13 050	—
CL280(28)	2 025	3 200 ^b	4 300	9 075	16 500	—
CL300	2 425	3 875	5 275	11 250	20 650	—
CL320(32)	3 000	4 850	6 475	14 325	—	—
CL340	3 475	5 650	8 150 ^c	16 975	—	—
CL380(38)	4 175	6 800 ^c	9 775	20 800	—	—
CL420	4 950 ^b	8 175	11 600	—	—	—
CL480(48)	6 000	10 050	14 025	—	—	—
CL530	7 400 ^c	12 525	17 425	—	—	—
CL600(60)	9 300	15 725	22 025	—	—	—
CL680	11 300	19 350	—	—	—	—
^a 准确表观黏度值可从校准油供应商处得到。						
^b 校准油用于校准检查软件版本为 3.X 或 5.X 的 CCS-2B 或 CCS-4/5。						
^c 校准油用于校准检查软件版本为 4.X 或 6.X 的 CCS-4/5。						

附录 D
(资料性)
校准流程图

图 D.1 描述了第 8 章的校准过程,以帮助使用者理解操作顺序。

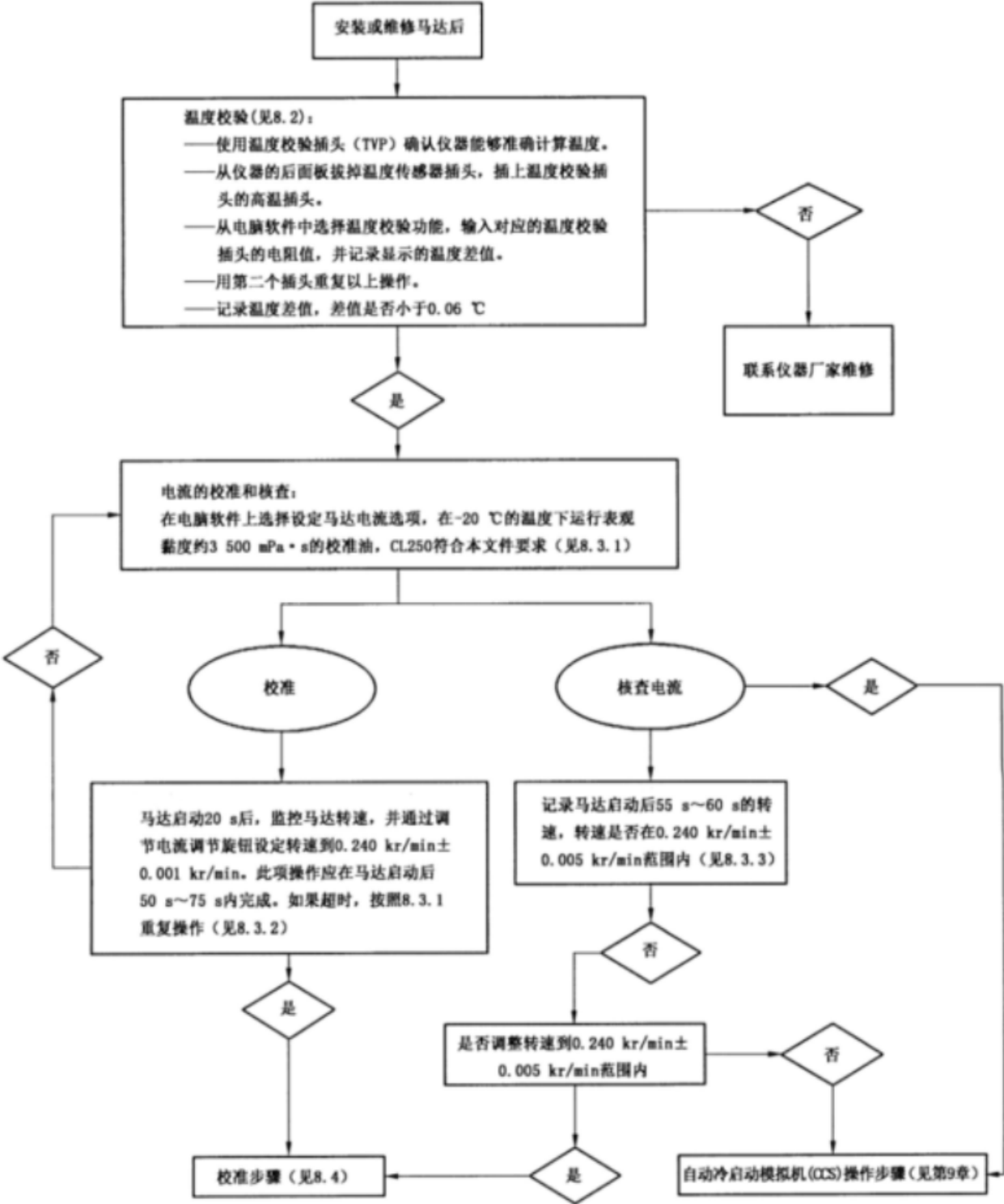


图 D.1 校准流程图

附 录 E
(规范性)
微量样品适配器专用程序

E.1 微量样品适配器仪

E.1.1 有切断阀的快速分离装置。

E.1.2 与快速分离装置匹配的阴性 Luer 锁。

E.1.3 可插入 Luer 锁的 10 mL 注射器。

注：微量样品适配器的组件还包括以上各主要组成部分的使用说明书。

E.2 方法概要

微量进样过程是利用自动进样器回路,在仪器软件要求进样时周期性用 10 mL 注射器向定子块中注入样品过程。

E.3 操作过程

E.3.1 用准备好的工具开始试验,输入样品名称和试验温度。

E.3.2 拿一个干燥且清洁的注射器量取 10 mL \pm 0.5 mL 样品。

E.3.3 在冷启动模拟机(CCS)定子块上连接注射器和快速分离装置。

E.3.4 按下“Enter”键,开始试验。

E.3.5 当仪器软件提示需要注入试样时,开始以大约 2 mL/20 s 的速度向定子中注入试样。

E.3.6 仪器软件将自动完成试验过程。

E.3.7 当试验过程结束后断开注射器。

E.3.8 整个微量样品试验过程结束后,将快速分离装置连接到泵出口位置,并继续执行第 10 章及以后的步骤。

E.3.9 如果要再次使用微量样品适配器,重新按 E.3.1~E.3.7 的步骤执行。

注：也可以逐条按照仪器生产厂商的说明书进行。

参 考 文 献

- [1] GB/T 4016—2019 石油产品术语
 - [2] CRC L-49 Report, No.409, Evaluation of laboratory viscometers for predicting cranking characteristics of engine oils at -0°F and -20°F
-

www.bzxz.net

免费标准下载网