

润滑脂相似粘度测定法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用自动毛细管粘度计测定样品相似粘度的方法。

本标准适用于测定润滑脂。

2 方法概要

液体在流动时相互阻止的能力,称为粘度或内摩擦。润滑脂的粘度在一定温度下是一个随剪切速率而变的变量,润滑脂的这种粘度称为相似粘度,或表观粘度,单位为 Pa·s。

本标准使用的自动毛细管粘度计是一种变动流量式压力毛细管粘度计。

利用弹簧作用于顶杆使试样管内试样经受压力,而从毛细管流出,随着弹簧的松弛,管内的压力逐步下降,因此这种变动流量式压力毛细管粘度计一次试验,即可得到一系列平均剪切速率下的相似粘度值。其平均剪切速率范围可根据毛细管的半径进行选择。

由联于弹簧的记录笔高度转换得到试样管内的压力(见图3),根据系统的压力和毛细管半径及长度,按式(2)可计算润滑脂在毛细管中受到的剪应力。

润滑脂在毛细管中流动的平均剪切速率按式(3)计算。由于此粘度计的流量是变动的,在一定毛细管情况下取决于顶杆的下降速度,这个下降速度不易直接测得,利用一定线速度旋转的记录筒,记下工作曲线,曲线上的任意一点代表某一瞬间的粘度特性,由该点的切线与水平线的夹角的正切乘以记录筒的线速度即为顶杆的下降速度,根据这个原理,即可按式(5)计算出润滑脂在毛细管中各个瞬间的平均剪切速率。

于是根据式(1)即可计算润滑脂在各个瞬间的相似粘度。

3 仪器与材料

3.1 仪器

3.1.1 自动毛细管粘度计,见图1所示。

毛细管19借螺帽20固定在试样管21上,试样管和衬套24相接,顶杆22在弹簧组30的作用下穿过衬套,将试样从试样管压入毛细管。弹簧下端压在夹布胶木的离合器28上,并通过钢珠27挤压顶杆。弹簧的上端压在镶在钢管上的衬圈36上。在试验前弹簧借螺帽39压紧,螺帽借螺母38转动而在垂直方向上移动。扁栓37用来阻止螺帽的转动。在螺帽向下移动时,螺帽下端的夹簧31夹住了连在夹布胶木离合器上的锁棒29。固定套32用来防止在弹簧压紧时锁棒从夹簧中滑出。试验开始时,借中心杆35和小螺帽33和偏心轮1,可将固定套升起,这样,固定套就离开了夹簧,使锁棒能在弹簧压紧时,从夹簧滑出。顶杆插入一支铅笔夹26,铅笔夹和顶杆一起,能顺着钢管34的缝上下移动,并在记录筒3上记录顶杆位置。记录筒借同步电动机6通过三级减速器5转动。旋转杆7用来调节记录筒的转速。记录纸2用橡皮圈4固定在记录筒上。粘度计通过夹布胶木块25和记录系统相联,记录系统的另一侧固定于钢管10上,钢管10和整个粘度计可绕支柱13转动,并借螺栓12以各种高度(距底座14而言)固定在支柱上。由夹布胶木制成的螺母手轮23,用来连接试样管到衬套上。

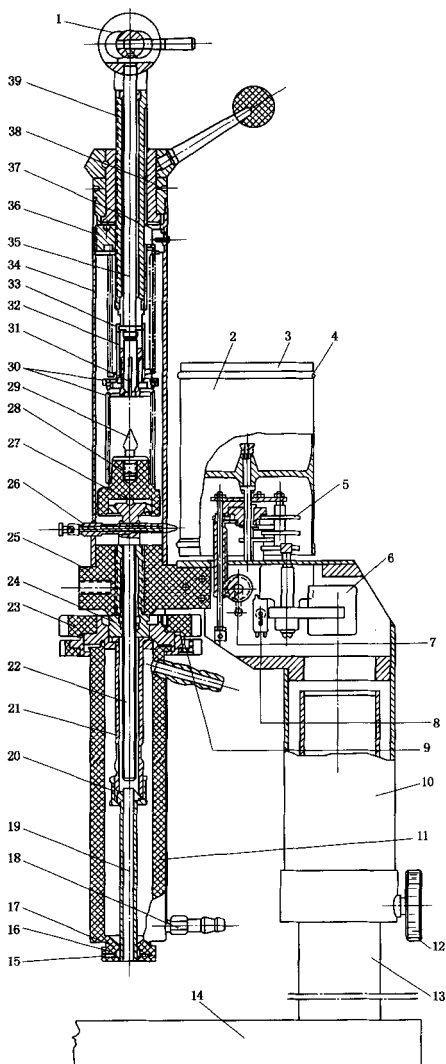


图1 自动毛细管粘度计

- 1—偏心轮；2—记录纸；3—记录筒；4—橡皮圈；5—三级减速器；6—电动机；7—旋转杆；8—电动机开关；
 9—螺母手轮；10—钢管；11—恒温套；12—螺栓；13—支柱；14—底座；15—胶木圈；16—螺母；
 17—橡皮垫圈；18—接头；19—毛细管；20—螺帽；21—试样管；22—顶杆；23—螺母手轮；24—衬套；
 25—胶木块；26—铅笔夹；27—钢珠；28—离合器；29—锁棒；30—弹簧组；31—夹簧；32—固定套；
 33—小螺杆；34—钢管；35—中心杆；36—衬圈；37—扁栓；38—螺母；39—螺杆

恒温套 11 借另一螺母手轮 9 拧在螺母手轮 23 上。接头 18 用来连接恒温套和循环恒温槽。

毛细管穿过恒温套下端的孔，此孔借螺母 16 将胶木圈 15 压紧橡皮垫圈 17 而密封。

3.1.2 循环恒温槽或其他恒温设备。

3.2 材料

记录用方格纸：规格为 110mm×300mm。

4 准备工作

4.1 仪器的准备

4.1.1 将恒温套 11，毛细管 19 和试样管 21 卸下。

4.1.2 把试样管 21 和顶杆 22 用干净抹布擦净。

4.1.3 将试样装入试样管 21，装样时首先将试样取来放到瓷板上，用刮刀把试样刮成 2~3mm 左右的薄层，赶走气泡，然后将试样管 21 带沿的一端在瓷板上挤入试样，一直到装满另一端为止。两端刮平。

注：试样如含有颗粒状的机械杂质，不能用此方法测定，以免堵塞毛细管。

4.1.4 提起顶杆 22 和压紧弹簧 30。为此，转动螺母 38，让螺杆 39 放下，使夹簧 31 夹住锁棒 29。夹住时会发生轻微震动，然后扳动偏心轮 1 的扭柄，使固定套向下套住夹簧；这样，固定套 32 就将锁棒 29 固定在夹簧 31 内。此后，向反方向旋转螺母 38，压紧弹簧 30，同时把顶杆升到最高位置。

4.1.5 将装满试样的试样管 21 加上垫圈，借螺母手轮 23 连接于衬套 24 上，并拧紧螺母手轮。

4.1.6 用螺帽 20 连接试样管 21 和毛细管 19，并拧紧螺帽。

4.1.7 套上恒温套 11，用螺母手轮 9 将其固定，用螺母 16 将套在毛细管上的橡皮垫圈 17 压紧。用橡皮管连接接头 18 和循环恒温槽，使其循环，直到规定条件下在此温度要恒温不少于 20min。

在低温下进行试验时，可在有工业乙醇和干冰的容器内恒温，用它来代替恒温套，毛细管下端应设有试样受器。

在低温下恒温完毕后，开始试验前应先转动螺杆，使顶杆与试样管内的试样相接触，以免由于试样冷缩后管内形成一段空间，顶杆下降时发出响声或影响数据准确。

4.1.8 在记录筒 3 上安放记录纸。要使纸的下边缘紧靠筒的下部圆角上沿，然后用两根橡皮圈分上下套住。

4.1.9 将记录筒的转速扭向最大速度（旋转杆向右扭转到 1 的位置）。

4.1.10 关闭电动机开关 8，将电插头和输电线路接通。

4.1.11 拧动铅笔夹 26 使铅笔芯与记录纸相接触。

4.1.12 在毛细管下面放一皿，盛接试样用。

5 试验步骤

5.1 开启电动机的开关 8，接通电动机的电路。这时，铅笔在记录纸上划出相当于弹簧压缩到最紧位置的水平线。

5.2 迅速扳动偏心轮 1 的扭柄，升起固定套 32，锁棒 29 离开夹簧 31 顶杆在弹簧的作用下，使试样管内造成压力，试样从试样管经过毛细管挤出。注意铅笔在记录纸上的运动。当划出的曲线接近水平线时，迅速地将旋转杆 7 扭向中速，到 2 的位置。转速经调整后，曲线的坡度立即改变。当再次接近水平线时，旋转杆扭向最小速度，到 3 的位置。记录筒的转速又得到最后一次调节。

5.3 当顶杆 22 到达最下部或以最小速度下降时，关闭电动机开关 8。

5.4 试验结束后，立即在记录纸上记下试样名称、毛细管号、试验温度，并在曲线上标明相当于记录筒不同转速的区域。

5.5 从粘度计上卸下恒温套、毛细管和试样管，经洗涤拭净，然后准备做下一个试验。

6 计算

6.1 计算原理

试样的相似粘度值 $\bar{\eta}_c^D$ 按式(1)计算:

$$\bar{\eta}_c^D = \frac{\tau}{D} \dots\dots\dots (1)$$

式中: τ ——试样通过毛细管时所受到的剪应力, Pa;

\bar{D} ——平均剪切速率, s^{-1} 。

式(1)中的剪应力 τ 可按式(2)计算:

$$\tau = \frac{PR}{2L} = K_1 P \dots\dots\dots (2)$$

式中: P ——试样管内压力, Pa;

R ——毛细管半径, cm;

L ——毛细管长度, cm。

对于一定毛细管, K_1 是一个常数, 可预先算出。压力 P 可从表 1 中相应的记录笔高度查得。

表 1 自动毛细管粘度计 \bar{D} 与 α 关系

毛细管			$K_1 = \frac{R}{2L}$	\bar{D}, s^{-1}											
编号	R, cm	L, cm		$\alpha, (^{\circ})$	$W, cm/s$										
			10			50	100	200	500	1000	3000	6000	10000	30000	
1	0.1020	11.45	4.45×10^{-3}	W_1	1.65	—	—	—	7.3	17.8	32.7	62.6	75.5	81.2	87.0
				W_2	0.094	6.4	29.4	48.5	66.1	80.0	84.9	88.3	89.2	89.5	—
				W_3	0.0054	63.0	84.2	87.1	88.5	—	—	—	—	—	—
3	0.0540	11.46	2.36×10^{-3}	W_1	1.65	—	—	—	—	—	—	16.0	29.8	43.6	70.7
				W_2	0.094	—	—	9.5	18.5	39.9	59.2	78.7	84.3	86.6	88.8
				W_3	0.0054	16.3	55.6	71.1	80.3	86.1	88.0	—	—	—	—
5	0.0214	11.42	9.40×10^{-4}	W_1	1.65	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
				W_2	0.094	—	—	—	—	—	5.9	17.3	31.9	46.1	72.2
				W_3	0.0054	—	—	10.2	19.9	42.1	61.1	79.6	—	—	—

注: 该表根据式(5) $\bar{D} = \frac{4R^2}{R^3} W \operatorname{tg} \alpha$ 即: $\operatorname{tg} \alpha = \frac{R^3}{4R^2 W} \bar{D}$ 。

当假设一系列平均剪切速率 \bar{D} 值时, 即可得到其相应的 α 角度。

对于不同的毛细管、记录筒速度, 按上法即可得到 \bar{D} 与 α 的对应数值。

试样在某瞬间的平均剪切速率 \bar{D} 可按式(3)计算:

$$\bar{D} = \frac{4Q}{\pi R^3} \dots\dots\dots (3)$$

式中: Q ——在某瞬间试样的流量, cm^3/s ;

R ——毛细管半径, cm。

式(3)中的流量 Q 可按式(4)计算:

$$Q = \pi R_1^2 W \operatorname{tg} \alpha \dots \dots \dots (4)$$

式中： R_1 ——顶杆半径，cm；

W ——记录筒的线速度，cm/s；

α ——工作曲线上代表某瞬间的点的切线与水平线之间的夹角，(°)。

将式(4)代入式(3)即得：

$$\bar{D} = \frac{4R_1^2}{R^3} W \operatorname{tg} \alpha = K_2 \operatorname{tg} \alpha \dots \dots \dots (5)$$

对于不同毛细管和不同记录筒线速度，可预先算出相应的 K_2 值。将式(2)和式(5)代入式(1)，即得：

$$\bar{\eta}' = \frac{K_1 P}{K_2 \operatorname{tg} \alpha} \dots \dots \dots (6)$$

对于一般情况，往往只要求指定温度和指定平均剪切速率下的相似粘度。

为了提高测量的准确度， α 角应处于 $25^\circ \sim 65^\circ$ 范围内，根据试验要求的平均剪切速率，选择适应直径的毛细管和记录筒速度，这样，利用量角器以预先算得的 α 角与工作曲线相切，由该切点的记录笔高度利用表 1 和式(2)计算得到的剪应力，即为平均剪切速率达到试验要求时的瞬间的剪应力值。利用式(1)即可得到指定温度和指定平均剪切速率下的相似粘度。

6.2 举例说明

测定在 25°C 下某种润滑油的相似粘度，得到下面的图解(工作曲线)。所用毛细管的半径为 0.0540cm ，长度为 11.460cm ，要求此润滑油当平均剪切速率为 $\bar{D} = 100\text{s}^{-1}$ 时的相似粘度值：

样品名称：××脂

毛细管号：3号

试验温度： 25°C

试验日期：×年×月×日

工作者：×××

$\eta = 29.2\text{Pa}\cdot\text{s}$

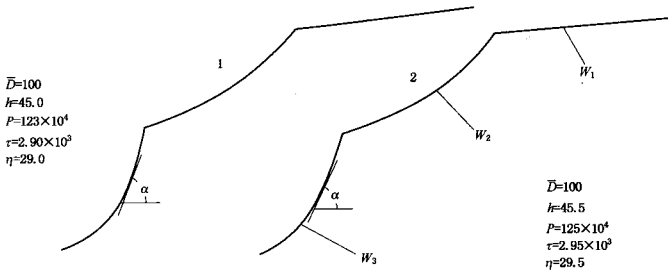


图 2 工作曲线

6.2.1 在表 1 中寻找。根据所用毛细管当 $\bar{D} = 100\text{s}^{-1}$ 时，查得在第三档速度上，以 71.1° 较合适，在工作曲线上做出与水平线夹角为 71.1° 的切线，找出切点，从两条工作曲线上查到此切点之高度分别为： $h_1 = 45.0\text{mm}$ ， $h_2 = 45.5\text{mm}$ (从底下往上查)。

6.2.2 从图 3 查出当 $h_1 = 45.0\text{mm}$ ， $h_2 = 45.5\text{mm}$ 时相对应的 P 值，分别为： $P_1 = 123 \times 10^4\text{Pa}$ ， $P_2 = 125 \times 10^4\text{Pa}$ 。

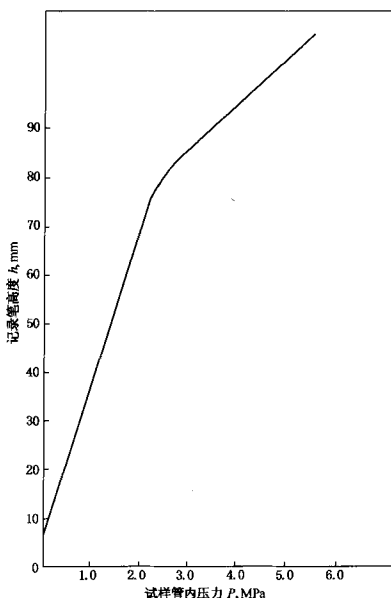


图3 自动毛细管粘度计弹簧性能校验值

6.2.3 因为 $\tau = K_1 P$ (Pa), 从表1中可见对于所用毛细管之 $K_1 = 2.36 \times 10^{-3}$, 所以 τ 值分别为: $\tau_1 = 2.36 \times 10^{-3} \times 123 \times 10^4 = 2.90 \times 10^3$ Pa, $\tau_2 = 2.36 \times 10^{-3} \times 125 \times 10^4 = 2.95 \times 10^3$ Pa(可在预先算出的表2中查出)。

表2 试样管内压力与记录笔高度之关系及1号、3号、5号毛细管之剪应力值 $\tau = K_1 P$

记录笔高度 h mm	试样管内压力 P Pa	1号毛细管剪 应力 τ_1 , Pa	3号毛细管剪 应力 τ_3 , Pa	5号毛细管剪 应力 τ_5 , Pa
15.0	27×10^4	1.20×10^3	637	254
15.5	30×10^4	1.34×10^3	708	282
16.0	31×10^4	1.38×10^3	732	291
16.5	33×10^4	1.47×10^3	779	310
17.0	34×10^4	1.51×10^3	802	320
17.5	35×10^4	1.56×10^3	826	329
18.0	36×10^4	1.60×10^3	850	338
18.5	37×10^4	1.65×10^3	873	348
19.0	40×10^4	1.78×10^3	944	376
19.5	42×10^4	1.87×10^3	991	395
20.0	44×10^4	1.96×10^3	1.04×10^3	414
—	—	—	—	—

表 2(续)

记录笔高度 h mm	试样管内压力 P Pa	1号毛细管剪 应力 τ_1 , Pa	3号毛细管剪 应力 τ_3 , Pa	5号毛细管剪 应力 τ_5 , Pa
—	—	—	—	—
45.0	123×10^4	5.47×10^3	2.90×10^3	1.12×10^3
45.5	125×10^4	5.56×10^3	2.95×10^3	1.18×10^3
—	—	—	—	—
—	—	—	—	—
89.5	340×10^4	1.51×10^4	8.02×10^3	3.20×10^3
90.0	345×10^4	1.54×10^4	8.14×10^3	3.24×10^3
90.5	350×10^4	1.56×10^4	8.26×10^3	3.29×10^3
91.0	355×10^4	1.58×10^4	8.38×10^3	3.34×10^3
91.5	362×10^4	1.61×10^4	8.54×10^3	3.40×10^3
92.0	367×10^4	1.63×10^4	8.66×10^3	3.45×10^3
92.5	373×10^4	1.66×10^4	8.80×10^3	3.51×10^3

注：该表根据式(2) $\tau = \frac{R}{2L}P = K_1 P$

对于一定毛细管，系数 $K_1 = \frac{R}{2L}$ 的值是一个常数，可预先算出。

式中压力 P 值可由试样管内压力与记录笔高度的关系图 3 中查得。

对于不同的毛细管即可得到相应的 τ 值

6.2.4 根据公式：

$$\bar{\eta}^D = \frac{\tau}{D}$$

分别求得：

$$\eta_{25}^{100} = \frac{2.90 \times 10^3}{100} = 29.0 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

$$\eta_{25}^{100} = \frac{2.95 \times 10^3}{100} = 29.5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

故平均值为：

$$\eta_{25}^{100} = 29.2 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

6.2.5 用类似的方法可以求出任何剪切速率下的 η 值。这可找四点以上，画出 η 与 \bar{D} 关系图。在图中可查出 \bar{D} 在任何数值下的相似粘度值。

7 精密度

重复测定两个结果间的差数，不应超过其算术平均值的 10%。

8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为测定结果。

附录 A
仪器基本参数的校验
(补充件)

在相似粘度的计算中,要引入仪器的一些基本参数,包括毛细管的长度和半径,记录笔的高度和系统压力的关系,记录筒的线速度。数据的准确度不仅取决于操作条件(如试样的处理,浴温的恒定等),还取决于仪器的基本参数的准确性,为此,必须对仪器的基本参数进行校验。

A1 毛细管的长度和半径的校验

毛细管的长度用游标卡尺测量,准确至 0.01cm。

毛细管的半径用水银称重法,即在毛细管内灌满水银防止引入气泡。然后移入称量瓶称重,称准至 0.0001g。记下试验时的温度,查得此温度下的水银密度。毛细管的半径 $R(\text{cm})$ 按式(A1)进行计算:

$$R = \sqrt{\frac{M}{\rho\pi L}} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: M ——水银的质量, g;

ρ ——测定温度下水银的密度, g/cm^3 ;

L ——毛细管的长度, cm。

每支毛细管至少测量五次以上,取其平均值作为结果。若测量中发现差别较大时,应找出原因。

毛细管的校验,一般只需在仪器开始使用时进行,若发现毛细管损伤严重时应报废,若略有损伤仍可使用,则应重新校验。

A2 弹簧性能的校验

用一个手摇式的压力检验台(10.0MPa),记录筒上放有 110mm × 300mm 的坐标纸。记录笔紧接触于坐标纸。弹簧自由伸长,样品管一端与压力校验台系统的管缘相连接,试样管的另一端与衬套相连,摇动压力校验台的手柄使油装满试样管及整个系统。然后借助手轮螺母固定样品管于衬套上。一切都准备好以后,记下压力为零时记录笔所指的高度,每升高 0.2MPa,记录一次记录笔高度,一直使压力增加到 5.0~6.0MPa 和高度到 90~100mm 为止。重复测定三次。最后根据系统压力和记录笔高度可绘出 P 与 h 的关系图(图 3)。

由于弹簧经长期工作会发生形变每年至少校验一次。若弹簧系统发生故障则检修后必须重新校验。

A3 记录筒线速度的校验

测量在单位时间内走过的距离进行计算。记录筒上放上坐标纸。调到第一档速度,开动马达开关,在某一点上开始开动秒表。走过一定距离时停止秒表,记下时间和距离。然后在第二档,第三档速度进行同样的测定,记录筒线速度 $W(\text{cm}/\text{s})$,按式(A2)计算:

$$W_{1,2,3} = \frac{l(\text{距离})}{t(\text{时间})} \dots\dots\dots (A2)$$

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院提出。

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。

本标准首次发布于 1965 年。

自本标准实施之日起，原石油工业部部标准 SY 2720—82《润滑脂相似粘度测定法》作废。

本标准参照采用原苏联国家标准 ГОСТ 7163—63《润滑脂相似粘度测定法》。