



中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0193—2008
代替 SH/T 0193—1992

润滑油氧化安定性的测定 旋转氧弹法

Lubricating oils—Determination of oxidation stability—Rotating
pressure vessel method



2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会 ASTM D2272 - 02《汽轮机油氧化安定性测定法 - 旋转氧弹法》。

本标准根据 ASTM D2272 - 02 重新起草。

为适合我国国情, 本标准在采用 ASTM D2272 - 02 时进行了修改。本标准与 ASTM D2272 - 02 的主要技术差异如下:

——将标准名称改为“润滑油氧化安定性的测定 旋转氧弹法”。

——将 ASTM D2272 - 02 中的引用标准改为我国相应的国家标准。

——参照 ASTM D2112 - 01《含抑制剂的矿物绝缘油氧化安定性测定法(旋转氧弹法)》, 在标准的有关章节中增加了在 140℃ 下测定含抑制剂的矿物绝缘油的氧化安定性的相关技术内容。

——为方便使用, 本标准增加附录 B《温度计技术规格》。

本标准代替 SH/T 0193—1992《润滑油氧化安定性测定法(旋转氧弹法)》, SH/T 0193—1992 参照采用 ASTM D2272 - 85。

本标准与 SH/T 0193—1992 相比主要变化如下:

——在试剂和材料一章中, 催化线圈的清洗溶液改为异丙醇, 并增加了丙酮; 将铜丝的直径改为 $1.63\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$, 并增加了应符合 GB/T 3953《电工圆铜线》规定的内容; 增加了试验用水应符合 GB/T 6682 二级水规格的内容。

——增加了“意义和用途”和“取样”两章。

——在“仪器准备”一章中, 将催化剂线圈外径改为 44mm ~ 48mm, 对线圈增加了质量的要求。

——在“试验步骤”一章中, 9.2 条增加了“注 1”的内容; 9.4 条增加了“注 1”和“注 2”的内容; 增加了图 2 两个旋转氧弹试验的压力与时间关系曲线。

——在“精密度”一章中, 重复性和再现性的规定有所改变。

——在“报告”一章中, 结果报告改为根据图 2 报告结果。

——在附录 A 中, 增加了试验仪器材料和规格要求, 增加了图 A. 2、图 A. 4、图 A. 5、图 A. 6 和图 A. 7。

——增加了附录 B《温度计技术规格》。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

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。

本标准参加起草单位: 湖南省电力研究院。

本标准主要起草人: 薄艳红、陈少红、钱晖、王瑞荣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——SH/T 0193—1992。

润滑油氧化安定性的测定 旋转氧弹法

1 范围

1.1 本标准利用一个氧压力容器(氧弹),在水和铜催化剂存在的条件下,在 150℃ 评定具有相同组成(基础油和添加剂)新的和使用中的汽轮机油的氧化安定性。

1.2 本标准也可在 140℃ 条件下快速评定含 2,6-二叔丁基对甲酚和(或)2,6-二叔丁基苯酚抗氧剂的新矿物绝缘油的氧化安定性。本标准不适用于测定 40℃ 时粘度大于 12mm²/s 的含抗氧剂的矿物绝缘油。

1.3 本标准所用单位为国际单位制(SI)单位。

1.4 本标准涉及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,用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施,并确定有适用性的管理制度。对于特殊的警告声明,见 6.2、6.4、6.5、6.6、6.10 和 6.11。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 1922 油漆及清洗用溶剂油

GB/T 3953 电工圆铜线

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqvISO 3170:1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neqISO 3696:1987)

GB/T 12581 加抑制剂矿物油的氧化安定性测定法

3 方法概要

将试样、水和铜催化剂线圈放入一个带盖的玻璃盛样器内,置于装有压力表的氧弹中。氧弹充入 620kPa 压力的氧气,放入规定的恒温油浴中(汽轮机油 150℃,矿物绝缘油 140℃),使其以 100r/min 的速度与水平面成 30°角轴向旋转。试验达到规定的压力降所需的时间(min)即为试样的氧化安定性。

4 意义和用途

4.1 本方法可用于控制具有相同组成及加工过程的汽轮机油其不同批次氧化安定性的连续性。本方法不能用来比较不同组成的新油品的使用寿命,也不能用作 GB/T 12581 的替代方法。

4.2 本方法也用于评定使用中汽轮机油的剩余氧化试验寿命。

4.3 本方法可作为新的含抗氧化剂矿物绝缘油的氧化安定性的控制试验,在规定的加速老化的条件下,确定抗氧剂氧化反应的时间,可用来检查生产的矿物绝缘油的氧化安定性的连续性。

5 仪器

旋转氧弹试验组件包括:氧弹、带有四个孔的聚四氟乙烯盖子的玻璃盛样器、固定弹簧、催化剂线圈、压力表、温度计和试验油浴,详见附录 A。仪器示意图见图 1。

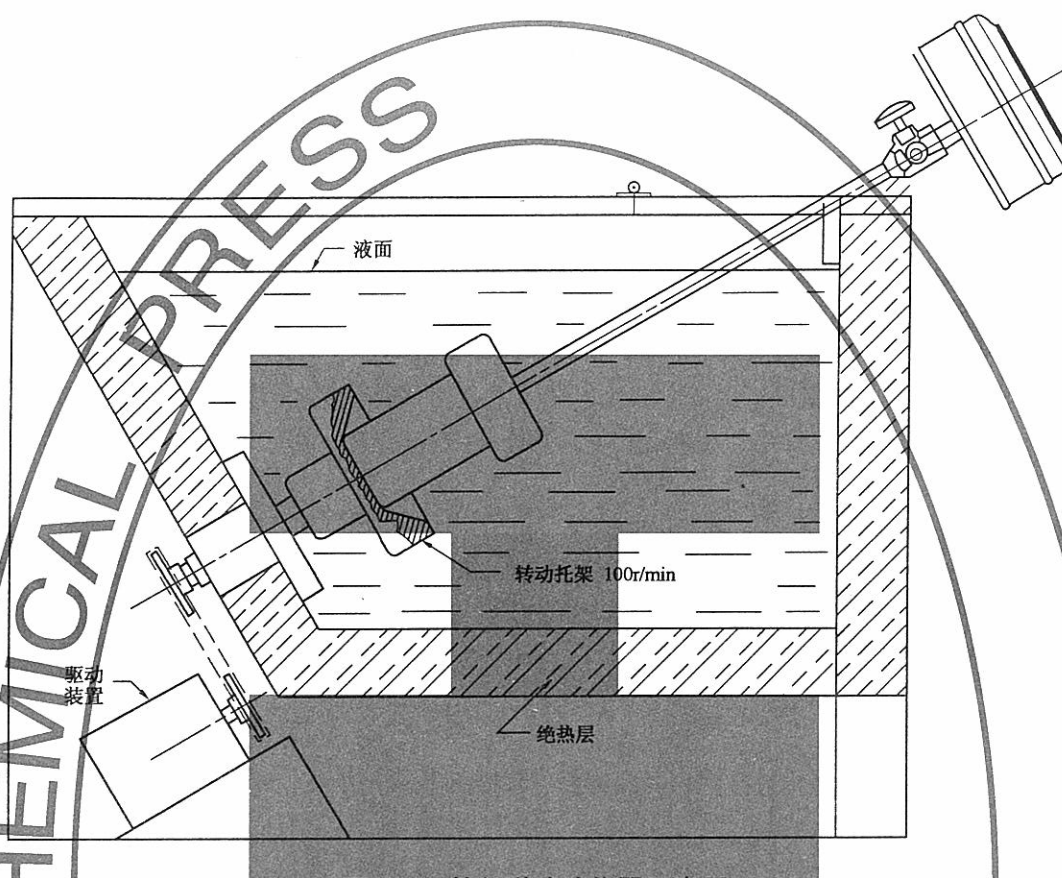


图1 旋转氧弹试验仪器示意图

6 试剂和材料

6.1 异丙醇：分析纯。

警告——易燃，对健康有害。

6.2 液体洗涤剂。

6.3 正庚烷：分析纯，纯度不低于99.0%（摩尔分数）。

警告——易燃，对健康有害。

6.4 氧气：纯度不低于99.5%，可调压力至620kPa。

警告——剧烈助燃。

6.5 氢氧化钾醇溶液(1%)：将12g氢氧化钾溶解在1L的异丙醇溶液中。

警告——易燃，对健康有害。

6.6 碳化硅砂布：粒度100号。

6.7 硅酮润滑脂。

6.8 催化剂线圈：电解铜丝，直径 $1.63\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ ，纯度99.9%，符合GB/T 3953的规定。相同级别的软铜丝也可使用。

6.9 溶剂油：符合GB 1922中2号或3号溶剂油的规定。

警告——易燃，对健康有害。

6.10 丙酮：分析纯。

警告——易燃，对健康有害。

6.11 水：符合GB/T 6682二级水的规格。

7 取样

7.1 样品可以从油罐、桶、小的容器或操作装置中得到，取样方法和设备见GB/T 4756规定。

8 仪器的准备

8.1 催化剂的准备

在使用前,用碳化硅砂布把3m长的铜丝磨光,并用清洁、干燥的布把铜丝上的磨屑擦干净。将铜丝绕成外径为44mm~48mm,重量为 $55.6\text{g} \pm 0.3\text{g}$,延伸高度为40mm~42mm的线圈。用异丙醇清洗并用空气干燥,如果需要,将线圈旋转插入玻璃盛样器中。每个样品使用一个新线圈。如果需要储存时间较长,可将线圈放在干燥的惰性气体中备用;过夜储存(小于24h),可将线圈置于正庚烷中。

注:按8.1所述准备的包装好的市售线圈也可用于本试验。

8.2 氧弹的清洗

用热的液体洗涤剂清洗氧弹体、平盖和弹柄内侧,并用水漂洗干净。用异丙醇冲洗弹柄内侧并用清洁的压缩空气吹干。如果氧弹体、平盖和弹柄内侧经简单清洗后仍可闻到酸味,要用1%的氢氧化钾醇溶液清洗并重复上面的步骤。

警告——没有消除氧化残渣会给试验结果带来不利影响。

8.3 玻璃容器的清洗

先用合适的溶液(溶剂油或丙酮)清洗和漂洗,然后在含水的洗涤溶液中浸泡或刷洗。用自来水充分擦洗和冲刷,再用异丙醇和蒸馏水冲洗,最后用空气干燥。如果有不溶物,在酸性溶液中浸泡一个晚上,并从自来水冲洗的步骤开始重复。

8.4 聚四氟乙烯盖子的清洗

用合适的溶剂去掉残余油迹并用洗涤溶液冲洗干净。用自来水充分漂洗,接着用蒸馏水漂洗最后用空气干燥。

9 试验步骤

9.1 装弹:称量装有新清洁好的催化剂线圈的玻璃盛样器的质量。向盛样器内加入 $50\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 的试样并加入5mL符合6.12规定的水。另外再向弹体中加入5mL符合6.12条规定的水,并将样品盛样器轻轻滑入弹体中(见注)。在盛样器上盖上聚四氟乙烯盖子,并在聚四氟乙烯盖子的顶部放置一个固定弹簧。在氧弹平盖密封槽中的O形密封圈的外层涂上一层薄薄的硅酮润滑脂来提供润滑,把氧弹平盖插入氧弹体中。

注:在氧弹体和盛样器之间的水能帮助热传递。

9.1.1 用手拧紧锁环。在压力表螺纹接头的螺纹上涂一层薄薄的硅酮润滑脂(聚四氟乙烯管带可代替硅酮润滑脂)并把压力表拧进氧弹沟槽的顶部中央。把与压力表相连接的氧气管线连接到氧弹弹柄的进口阀上,慢慢拧开氧气输送阀门直到压力达到620kPa,关上氧气输送阀门,拧松接头或使用一个泄放阀慢慢释放压力。重复吹扫步骤两次以上;以上吹扫步骤要持续大约3min。调节氧气调节阀,在室温25℃下使压力达到620kPa。对于汽轮机油,温度每高于或低于25℃室温2.0℃,压力就应相应增加或减少5kPa;对于绝缘油,温度每高于或低于25℃室温2.8℃,压力就应相应增加或减少7kPa,以获得所需的初始压力。当氧弹充满至所需的压力后,用手关紧进口阀门。如有必要,可把氧弹浸入水中试漏。

注:试漏后的氧弹要用毛巾擦干或吹风机吹干,避免把水带到热的试验油浴中引起油的溅射。

9.2 氧化:在搅拌情况下,使油浴达到规定的试验温度(汽轮机油为150℃,绝缘油为140℃)。关闭搅拌器,将氧弹插入转动架中,并记录时间。重新启动搅拌器。如果使用一个附加的加热器,在最初的5min内保持运行然后关闭(见注1)。在氧弹插入油浴15min内,油浴的温度要稳定到试验温度。保持试验温度在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 范围内(见注2)。

注1:对不同的仪器配置在插入氧弹后油浴达到试验温度的时间是不同的,应对所使用仪器进行考察。以得到在氧弹插入后使油浴温度波动不超过2℃和氧弹压力在30min达到如图2曲线A所示的稳定状态的一系列条件。

SH/T 0193 — 2008

注 2: 在整个试验过程中, 保持试验温度在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 范围内对试验结果的重复性和再现性是非常重要的因素。

9.3 在整个试验中, 保持氧弹完全浸没并连续匀速地转动。标准转动速度为 $100\text{r/min} \pm 5\text{r/min}$, 任何可察觉到的转速波动都会导致错误的结果。

9.4 当压力从最高点下降超过 175kPa 时, 试验结束(见注 1)。 175kPa 的压降通常与诱导期法的快速压降相对应, 但并不总是相对应, 当不符合时, 操作者要对试验的有效性提出疑问(见注 2)。

注 1: 标准的试验步骤是当压降达到 175kPa 时, 试验结束。然而操作者也可以选择较小的压降, 或选择预先定好大概 100min 的试验时间来观察油品的情况以结束试验, 100min 远远低于含抗氧剂新油的诱导期。

注 2: 典型的试验见图 2 的曲线 A, 预计最大压力在 30min 内达到, 形成一个压力平稳阶段, 然后可观察到诱导期法的快速压降。曲线 B 中, 在诱导期法转折点到达之前, 压力有一个平缓降低, 对此较难评价。虽然一些合成液体会产生此类型的曲线, 但是压力的逐渐降低可能是由于氧弹泄露造成的。如果怀疑有泄露, 用另外一个氧弹重做试验。如果重复试验仍得出相同类型的曲线, 则试验结果是有效的。

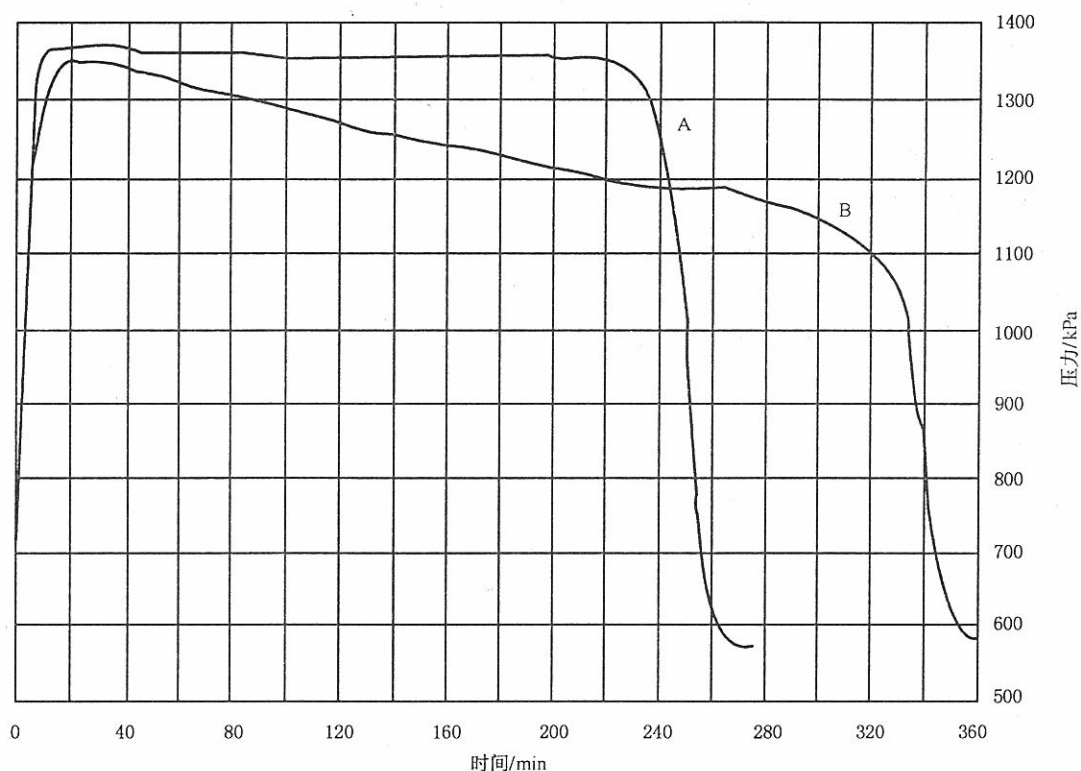


图 2 两个旋转氧弹试验的压力与时间关系曲线

9.5 试验结束后, 从油浴中取出氧弹并冷却到室温。尽快将氧弹浸入轻质矿物油中并在里面搅几下, 快速洗掉附着在上面的浴油。用热水清洗氧弹并在冷水中浸泡使其快速达到室温。也可以让氧弹在空气中冷却到室温。释放掉多余的氧压并打开氧弹。

10 报告

10.1 结果表示

10.1.1 根据图 2 曲线 A, 观察记录的压力 - 时间曲线并确立曲线中的平稳压力(见 9.4 注 2)。记录压力从平稳压力下降 175kPa 的时间。如果是重复试验, 两个平稳压力之差不应超过 35kPa 。

10.1.2 根据图 2 曲线 B, 观察记录的压力 - 时间曲线并确立试验在初始 30min 内达到的最大压力(见 9.4 注 2)。记录压力从最大压力下降 175kPa 的时间。如果是重复试验, 两个最大压力之差不应超过 35kPa 。

10.2 结果报告

10.2.1 根据图 2 曲线 A，试样的氧化寿命为试验开始到压力从平稳压力下降 175kPa 的时间 (min)。

10.2.2 根据图 2 曲线 B，试样的氧化寿命为试验开始到压力从最大压力下降 175kPa 的时间 (min)。

注：在结果报告中，建议注明试验是否使用不锈钢或镀铬铜氧弹。

11 精密度和偏差

11.1 精密度：按下述规定来判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

11.1.1 重复性(*r*)

同一操作者，用同一仪器对同一样品进行测定，所得连续测定结果之差，对于矿物绝缘油，不应超过 23min；对于汽轮机油，不应超过式(1)规定的数值：

$$r = 0.12X \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——重复测定结果的算术平均值，min。

11.1.2 再现性(*R*)

不同操作者，在不同实验室对同一样品进行测定所得两个独立的结果之差，对于矿物绝缘油，不应超过 43min，对于汽轮机油，不应超过式(2)规定的数值：

$$R = 0.22X \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X——两个独立测定结果的算术平均值，min。

11.2 偏差

本方法没有确立偏差。

附录 A
(规范性附录)
旋转氧弹仪器试验设备

A.1 氧弹、氧弹体、平盖、锁环和弹柄结构如图 A.1 ~ 图 A.4 所示。

单位为毫米

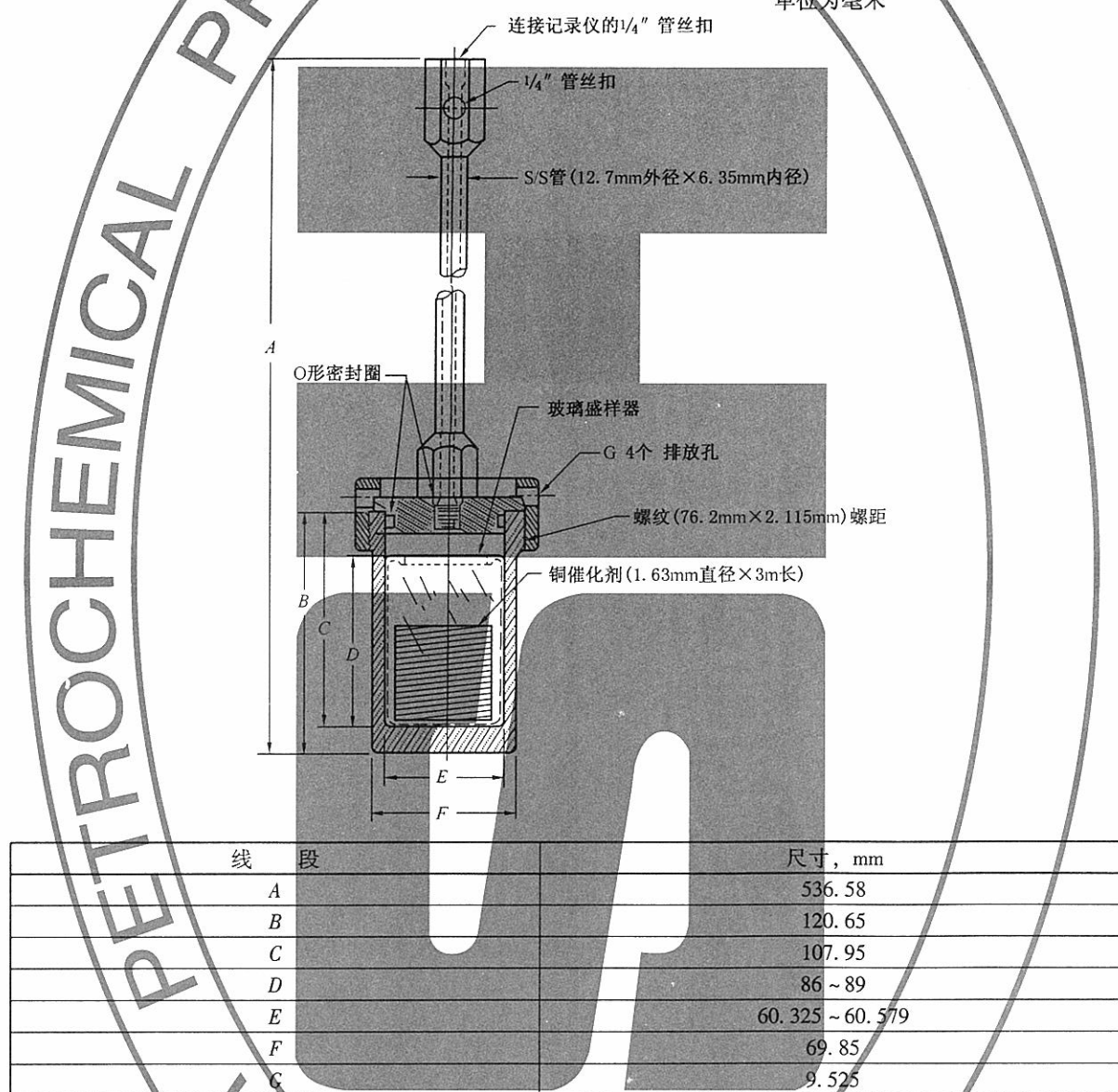


图 A.1 氧弹

A.1.1 氧弹体和弹盖由 0Cr18Ni10Ti 不锈钢制成以确保良好的传热性。内表面要光滑便于清洗。氧弹体和弹盖也可用 76.2mm 的铜棒制成,但要较厚地镀铬。

A.1.2 弹柄应由不锈钢制成,内径 6.4mm,并装有一个 6.4mm 的针形阀。

A.1.3 锁环由钢镀铬或铝青铜镀铬制成。

A.1.4 氧弹应能在 150℃ 下承受 3450kPa 的压力。

A.1.5 O 形密封圈由氟橡胶或硅橡胶制成。内径为 50.8mm,外径为 60.3mm。对于弹盖上较大的凹形密封槽需要内径为 54mm,外径为 60.3mm 的 O 形密封圈。

单位为毫米

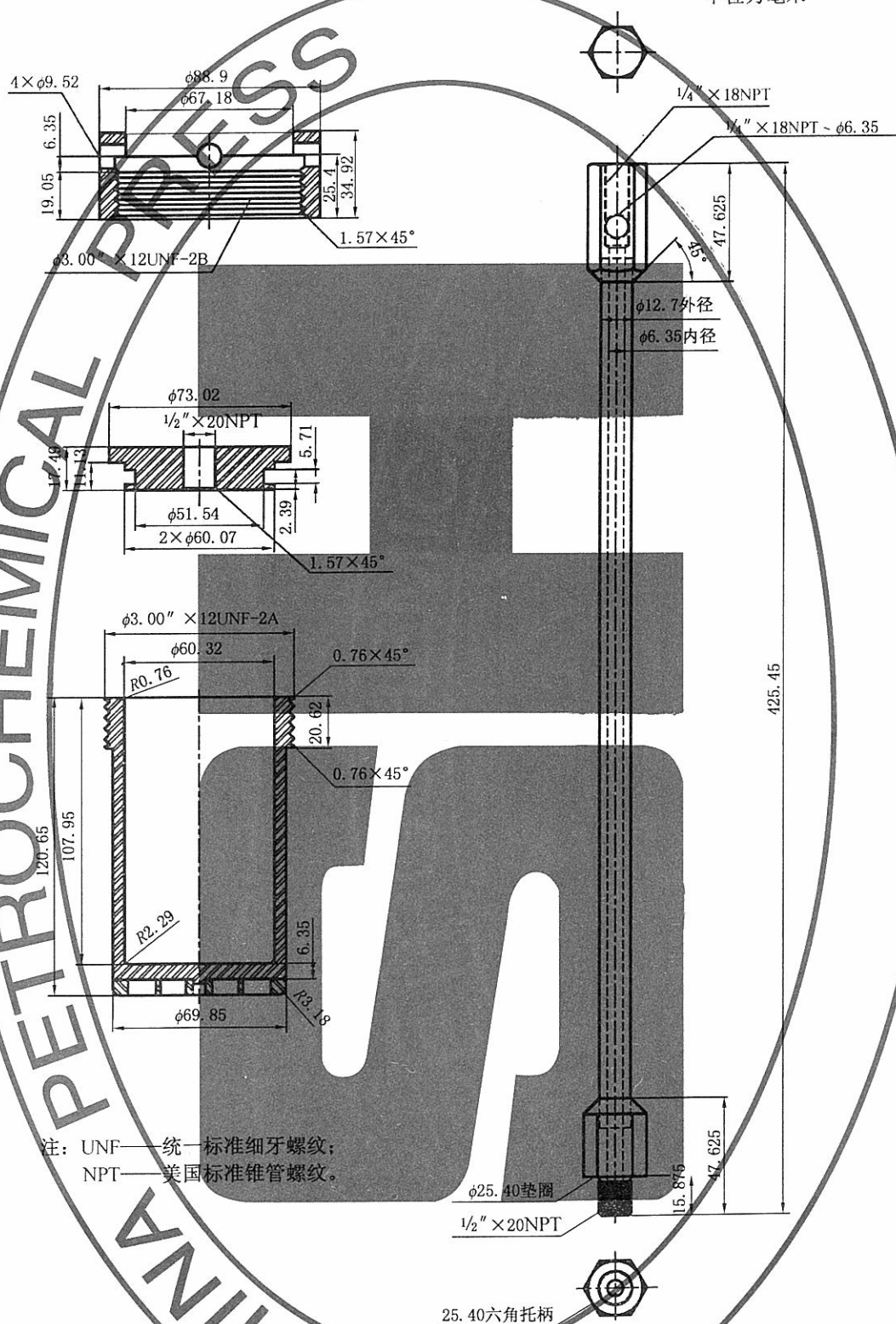


图 A.2 氧弹结构图

A.2 玻璃盛样器: 硼硅玻璃制, 175mL 容量, 带有铜催化线圈, 如图 A.5 所示, 玻璃盛样器应能滑入并固定在氧弹体中, 没有间隙。玻璃盛样器壁厚不大于 2.5mm, 质量不超过 100g。

A.2.1 玻璃盛样器顶部应盖有一个直径为 57.2mm 的聚四氟乙烯的盖子。盖子上有四个直径 3.2mm 的孔, 每个孔位于距盖子中心 9.5mm 的地方。盖子的厚度为 1.6mm。使用图 A.6 所示的不

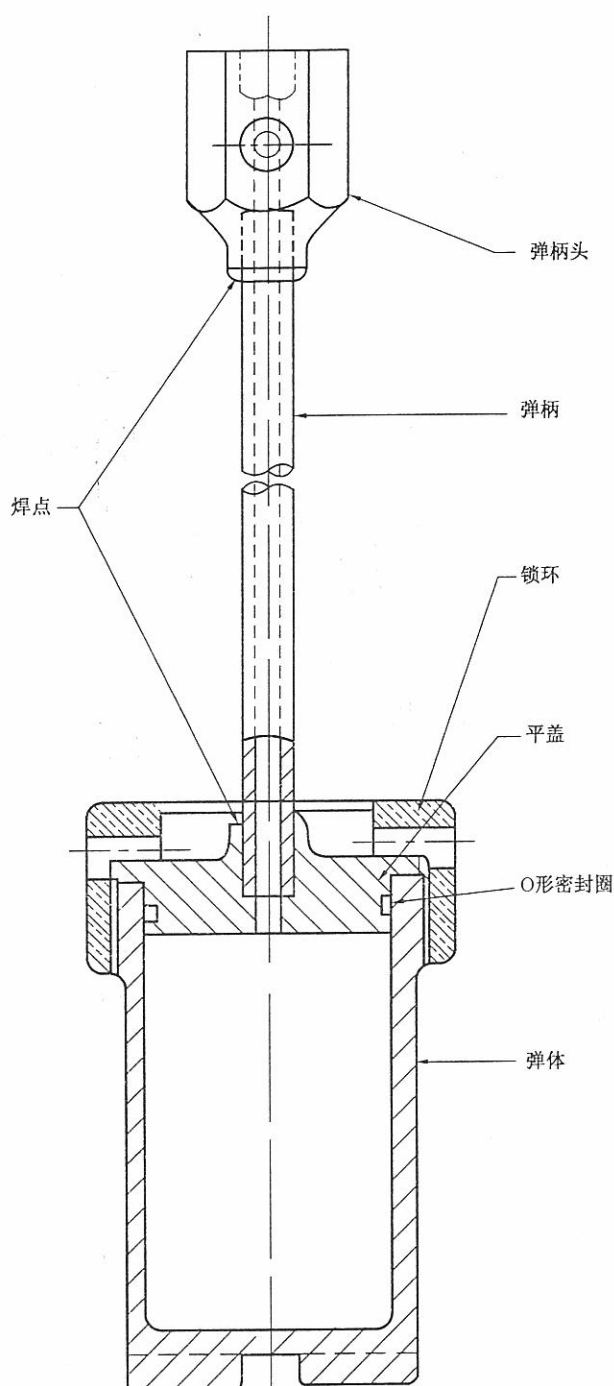


图 A.3 氧弹剖面图

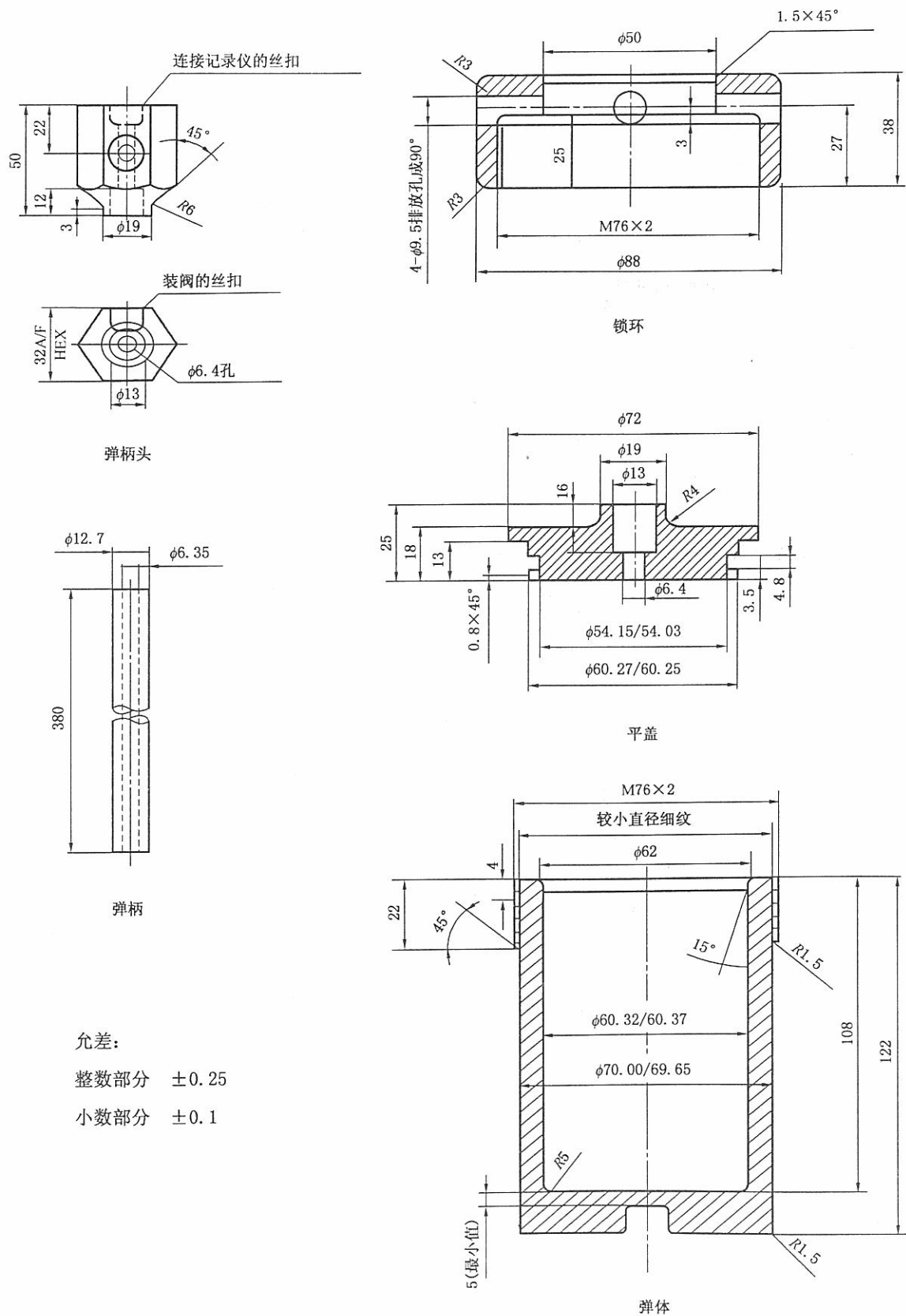
锈钢固定弹簧，来保证盛样器的旋转。装配图见图 A.7。

A.3 记录设备由下述部件组成：

A.3.1 记录仪：见图 A.8 所示，或指示压力表，量程为 0kPa ~ 1400kPa，分度为 25kPa。精度为总刻度间隔的 2.5% 或更小。自动记录压力表的安装应使压力表平面垂直于旋转轴。

A.3.2 压力测量系统：包括电子压力转换器，电源，固定设备和连接导线。旋转式转换连接器直接固定在氧弹柄上来代替标准机械压力记录仪。压力转换器的范围为 0kPa ~ 1400kPa。准确度在一个很宽的温度补偿范围内是有效的。转换器的输出信号导入一个数据记录仪，基于带微处理器的记录仪，或是一个采集数据的计算机。采集数据的仪器要能采集压力-时间数据。整个系统的数据精度在总刻度的 2.5% 内。

单位为毫米



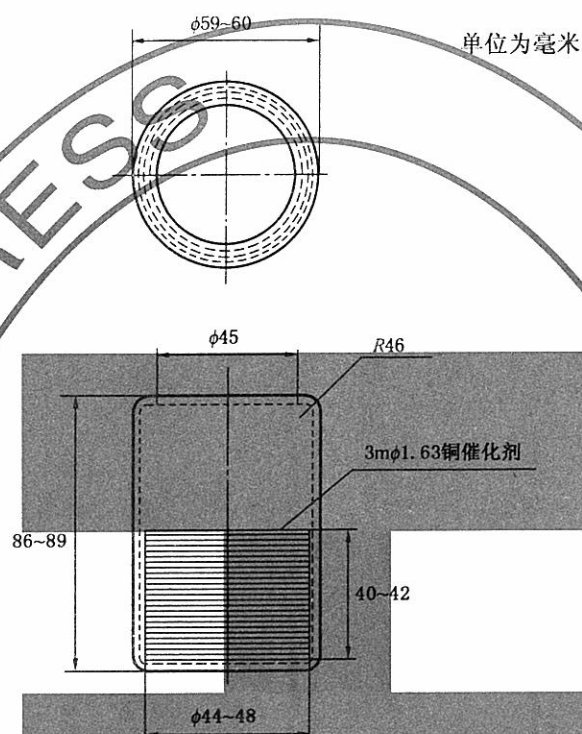


图 A.5 硅硼玻璃盛样器

单位为毫米

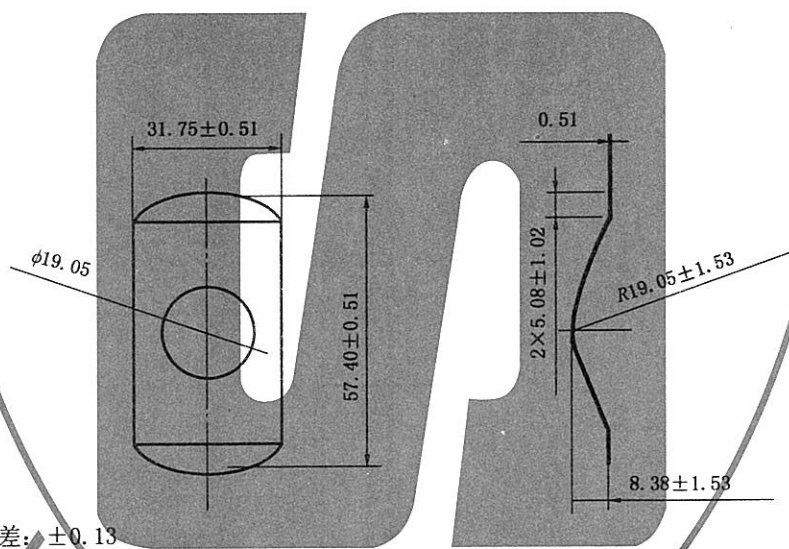
允差: ± 0.13

图 A.6 固定弹簧

A. 4 试验油浴: 装配有高效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液面下至少 25mm, 并以 $100\text{r/min} \pm 5\text{r/min}$ 的速度, 使氧弹成 30° 角轴向转动。

A. 4.1 油浴深度至少 230mm, 充满 30L 的油。硅油必须在通风柜中倒入油浴中, 以避免产生的油蒸气扩散。

A. 4.2 提供温度控制, 使油浴温度保持在试验温度 0.1°C 内。氧弹放入后 15min 内, 试验油浴能自动回升到试验温度。

A. 5 温度计, 汽轮机油使用 IP37C 温度计, 范围 $144^\circ\text{C} \sim 156^\circ\text{C}$, 分度值为 0.2°C , 技术规格详见

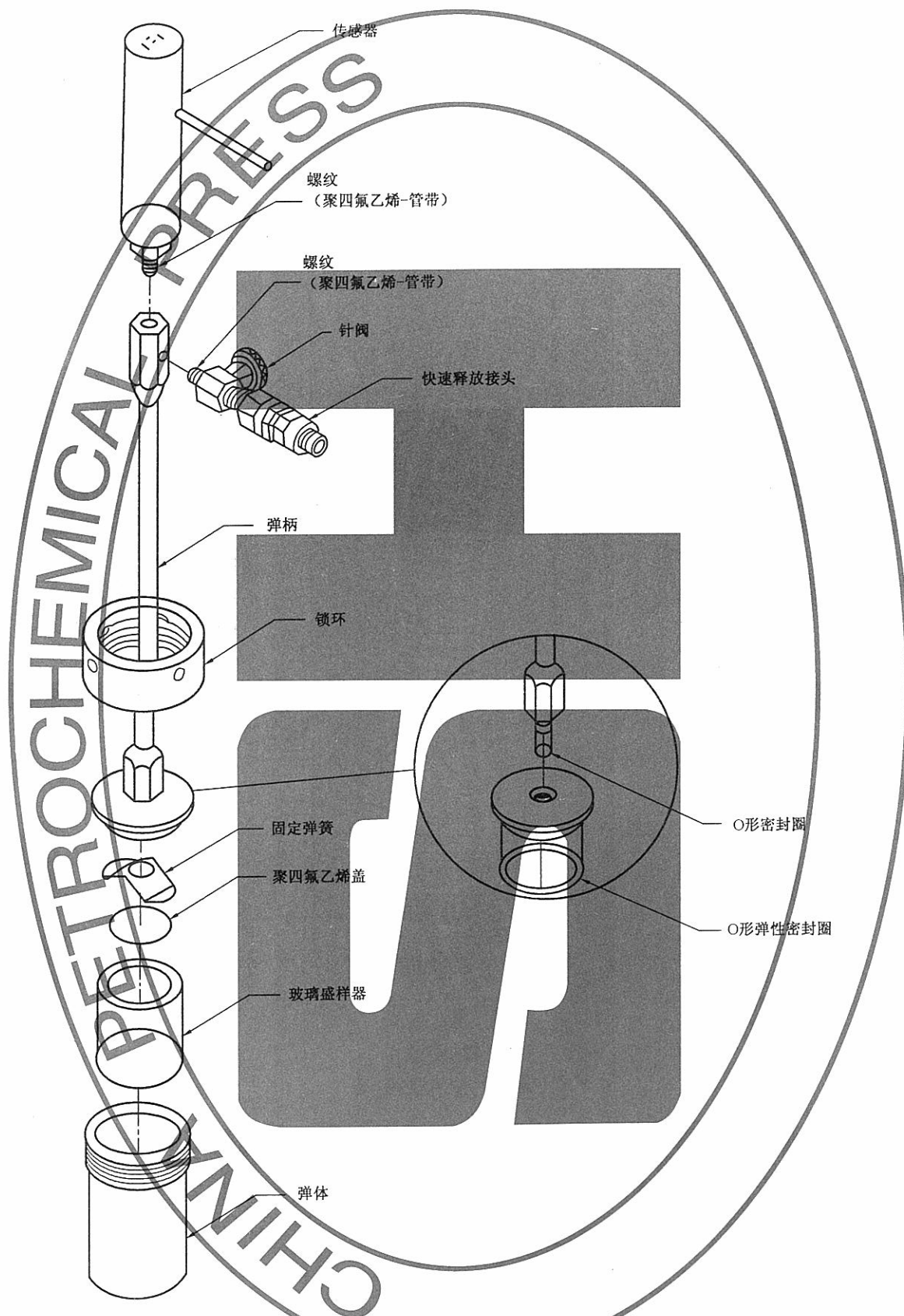


图 A.7 氧弹装配图

SH/T 0193 — 2008

附录 B 中表 B. 1 或精度为 0.1℃ 的其他温度测量设备；矿物绝缘油使用 ASTM96C 温度计，范围 120℃ ~ 150℃，分度值为 0.1℃，技术规格详见附录 B 中表 B. 2。

A. 6 压力表：测量氧弹内压力到 620kPa，分度值为 1.5kPa。

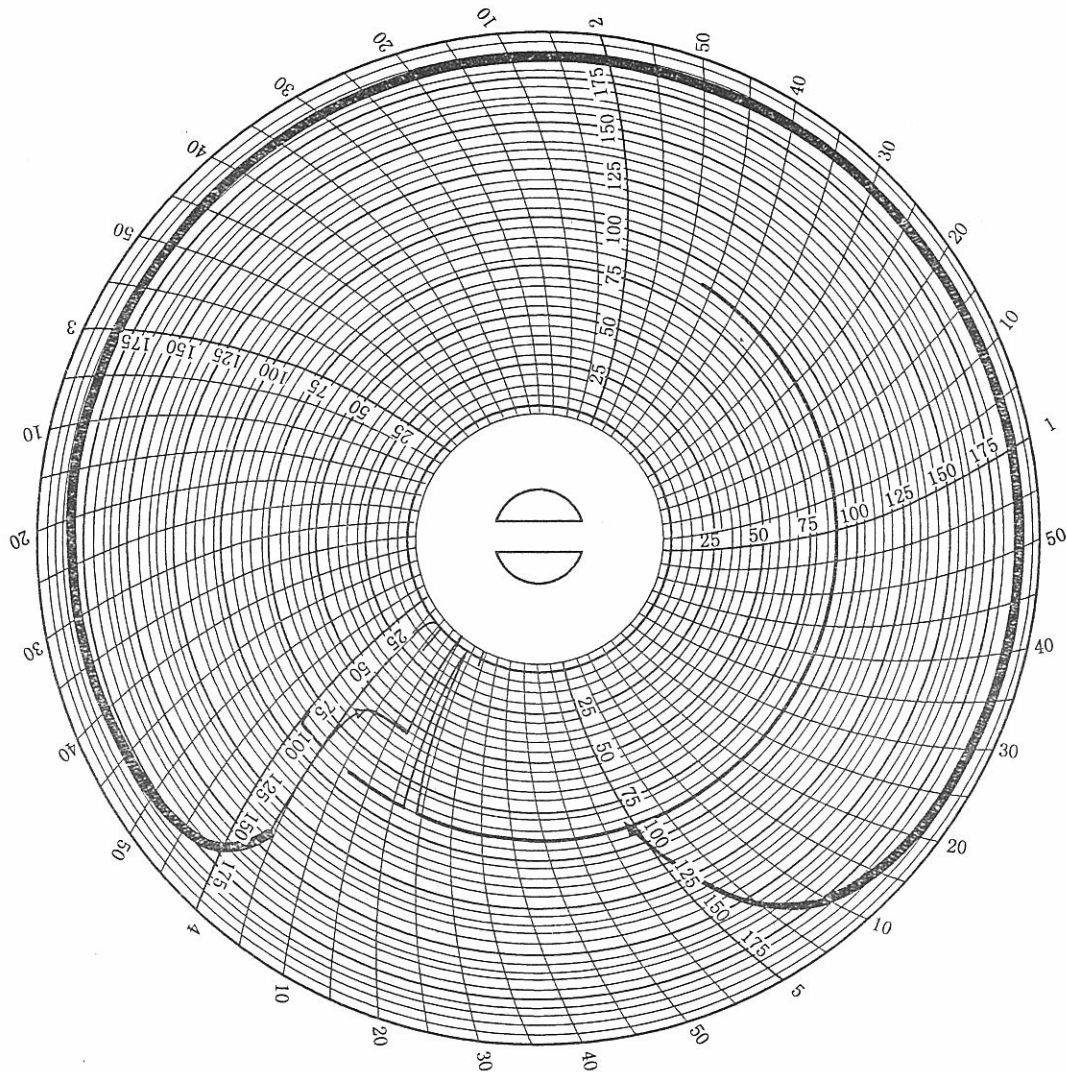


图 A. 8 压力表记录纸

附录 B
(规范性附录)
温度计技术规格

B. 1 汽轮机油和矿物绝缘油试验用温度计技术规格，详见表 B. 1 和表 B. 2。

表 B. 1 汽轮机油试验用温度计技术规格

温度范围,℃	144 ~ 156
浸没深度, mm	100
刻度标尺	
分度值,℃	0. 2
长刻线间隔,℃	1
数字标刻间隔,℃	2
最大刻线宽度, mm	0. 15

表 B.1 (续)

示值允差,℃	0.2
安全泡 允许加热最高温度,℃	要求的
总长度, mm	260 ~ 280
棒外径, mm	5.0 ~ 8.0
感温泡长度, mm	10 ~ 25
感温泡外径, mm	≤棒外径
刻线位置 感温泡底部至刻线 距离, mm 刻度范围长度, mm	150℃ 170 ~ 210 50 ~ 80

表 B.2 矿物绝缘油试验用温度计技术规格

温度范围,℃	120 ~ 150
浸没深度, mm	76
刻度标尺 分度值,℃ 长刻线间隔,℃ 数字标刻间隔,℃ 最大刻线宽度, mm	0.1 0.5 1.0 0.15
示值允差,℃	0.2
安全泡 允许加热最高温度,℃	190
总长度, mm	365 ~ 375
棒外径, mm	6.0 ~ 7.0
感温泡长度, mm	18 ~ 28
感温泡外径, mm	≥5 且 ≤棒外径
刻线位置 感温泡底部至刻线 距离, mm 刻度范围长度, mm	120℃ 116 ~ 130 185 ~ 219
中间泡顶部至感温泡底部最大距离, mm	41

中华人民共和国石油化工
行 业 标 准
润滑油氧化安定性的测定
旋转氧弹法
SH/T 0193—2008

*

中国石化出版社出版发行
地址：北京市东城区安定门外大街 58 号
邮编：100011 电话：(010)84271850
读者服务部电话：(010)84289974
[http: //www. sinopec-press. com](http://www.sinopec-press.com)
E-mail: [press@sinopec. com. cn](mailto:press@sinopec.com.cn)
北京密云红光制版公司排版
北京金明盛印刷有限公司印刷
全国各地新华书店经销
版权专有 不得翻印

*

开本 880 × 1230 1/16 印张 1.25 字数 26 千字
2008 年 10 月第 1 版 2008 年 10 月第 1 次印刷

*

书号：1580229 · 297 定价：15.00 元
(购买时请认明封面防伪标识)