

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0765—2021

代替 SH/T 0765—2005

柴油润滑性的评定 高频往复式试验机法

**Diesel fuel—Assessment of lubricity using the high-frequency
reciprocating rig (HFRR)**

2021-11-16 发布

2022-05-16 实施

国家能源局 发布

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 SH/T 0765—2005《柴油润滑性评定法（高频往复试验机法）》。与 SH/T 0765—2005 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——将文件名称由《柴油润滑性评定法（高频往复试验机法）》更改为《柴油润滑性的评定 高频往复式试验机法》；

——按照测量磨斑直径的方式不同将标准分为方法 A（数码照相显微镜法）和方法 B（目测显微镜法）（见第1章）；

——将参考油分成高润滑性参考油 A 和低润滑性参考油 B 两种，并更改了相关的规定（见 5.3 条，2005 版的 5.4 条）；

——更改了 HFRR 试验机示意图（见图 1，2005 版的图 1）；

——更改环境温度可接受范围为 20℃~26℃，环境湿度可接受范围为 48%~58%，（见图 2，2005 版的图 2），增加了要求仲裁试验在环境温度 23℃±1℃，环境相对湿度 53%±3%的条件下进行；

——增加了对“试验片”和“试验球”的部分要求（见 6.2 条和 6.3 条，2005 版的 6.2 条和 6.3 条）；

——增加了取样的相关内容（见第 7 章）；

——更改了试验片、试验球和金属零件清洗的相关内容（见 8.1 条，2005 版的 7.1 条）；

——更改了试验标定和校正的相关内容（见 8.2 条，2005 版的 7.2 条）；

——更改了磨斑直径的测量方法，可采用 A 法或 B 法，如果存在争议，以 A 法作为仲裁方法（见第 10 章，2005 版的第 10 章）；

——更改了精密度内容，其中 A 法重复性要求不大于 50μm，再现性要求不大于 80μm；B 法重复性要求不大于 70μm，再现性要求不大于 90μm（95%置信水平）（见第 12 章，2005 版的第 12 章）；

——更改了试验报告内容，报告磨斑直径（WSD），取消报告校正磨斑直径（WS1.4）（见第 13 章，2005 版的第 11 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。

本文件由中国石油化工集团有限公司提出。

本文件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。

本文件负责起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本文件主要起草人：陈大忠、宋海清、胡晓明、杨鹤、郝丽春、陶志平、赵杰、徐华玲、郭涛、胡泽祥。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2005 年首次发布为 SH/T 0765—2005；

——本次为第一次修订。

柴油润滑性的评定 高频往复式试验机法

警示：本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此，用户在使用本文件前应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了一种采用高频往复式试验机（HFRR）评价柴油润滑性的试验方法。本文件规定了两种测量磨斑的方法，其中方法 A 为数码照相显微镜法，方法 B 为目测显微镜法。

本文件适用于柴油机燃油，包括含改善润滑性添加剂的柴油。

注：目前尚不清楚本文件是否能够预测包括未进行相关性实验的非石油基燃油在内的、所有含添加剂的燃油，但是也没有数据表明此类燃油不在本文件的适用范围之内。

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 230.1 金属材料洛氏硬度试验 第1部分：试验方法

GB/T 308.1—2013 滚动轴承球 第1部分：钢球

GB/T 4016—2019 石油产品术语

GB/T 4340.1 金属材料维氏硬度试验 第1部分：试验方法

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 10610 产品几何技术规范（GPS） 表面结构轮廓法评定表面结构的规则和方法

GB/T 17754—2012 摩擦学术语

GB/T 18254—2016 高碳铬轴承钢

GB/T 27867 石油液体管线自动取样法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

边界润滑 boundary lubrication

在摩擦面间不完全依靠润滑剂承载，还包含其他物质形成的低剪切强度化合物膜的润滑状态。

[来源：GB/T 17754—2012，6.5]

3.2

润滑性 lubricity

液体的一种特性。指在施加负荷的具有相对运动并伴随摩擦的表面之间液体影响摩擦的能力。

注：本文件是用振动球上的磨斑大小来评价液体润滑性的，测量磨斑大小用微米表示，运动球上的磨斑是振动球与浸泡在样品中的固定试验片在严格控制条件下相互运动摩擦后产生的。

3.3

磨斑直径 wear scar diameter (WSD)

采用高频往复试验机 (HFRR) 法进行燃料润滑性评定时, 通过一个浸泡在试样中的静止钢片和一个与之接触的往复运动的钢球, 在严格控制的条件下相互运动后, 产生在钢球上的磨斑尺寸经测量和计算后所得的平均磨斑直径。

[来源: GB/T 4016—2019, 2.15.051]

4 方法概要

试样放在给定温度下的油盒内, 固定在垂直夹具中的试验钢球对水平安装的静止试验片上进行加载, 试验球以设定的频率和往复振荡, 球与片的接触界面应完全浸泡在试样中。球和片的材质、试验温度、载荷、频率、冲程和试验环境空气的温湿度都是确定的, 试验温度为 $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、载荷为 $200\text{g} \pm 1\text{g}$ 、频率为 $50\text{Hz} \pm 1\text{Hz}$ 、冲程为 $1\text{mm} \pm 0.02\text{mm}$, 试验环境空气温度范围在 $20^{\circ}\text{C} \sim 26^{\circ}\text{C}$, 试验环境空气相对湿度范围为 $48\% \sim 58\%$ 。用产生在试验球上的磨斑来评价试样的润滑性。

5 试剂与材料

5.1 压缩空气: 如果使用压缩空气吹干试验件和金属零件, 要求压缩空气压力范围为 $140\text{kPa} \sim 210\text{kPa}$, 碳氢化合物体积分数少于 $0.1\text{mL}/\text{m}^3$, 水体积分数少于 $50\text{mL}/\text{m}^3$ 。

警示: 使用易燃物品时应高度谨慎。

5.2 丙酮: 分析纯。

警示: 高度易燃, 蒸气可引发闪燃。

5.3 参考油: 用两种参考油来检验试验设备的性能, 参考油 A 为高润滑性参考油, 参考油 B 为低润滑性参考油, 这两种参考油应标明 HFRR 数值 (WSD) 和扩展不确定度, 用 μm 表示。参考油储存在干净的带有铝箔内衬盖子的硼硅酸盐玻璃瓶中或带有环氧树脂内衬的金属容器中, 密封避光冷藏 ($4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)。用户可选择权威部门组织的经过多家试验室间循环比对的参考油。

警示: 易燃。

5.4 手套: 丁腈手套或天然乳胶手套。

5.5 庚烷: 化学纯。

警示: 高度易燃, 蒸气可引发闪燃。

5.6 异辛烷: 化学纯。

警示: 高度易燃, 蒸气可引发闪燃

5.7 2-丙醇: 化学纯。

警示: 高度易燃, 蒸气可引发闪燃

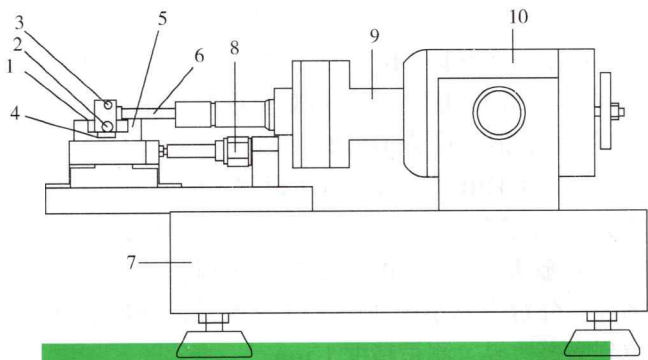
5.8 抹布: 无绒一次性棉纸。

5.9 甲苯: 化学纯。

警示: 高度易燃, 蒸气可引发闪燃, 有害健康。

6 仪器

6.1 试验仪器 (见图 1): 使用一个钢球按加载负荷对固定的试验片进行加载, 并以固定的频率和冲程往复运动, 球和片的接触面完全浸泡在试样中, 试验条件见表 1, 试验环境条件见图 2。油盒能够牢靠固定试验片及容纳试样。通过加热台加热容纳试样的油盒来控制试样的温度, 油盒应与加热台紧密连接。为了控制不同的参数, 仪器的控制单元应具有存储数据、检索以及电子标定冲程长度功能。



- 标引序号说明：
- 1—油盒；
 - 2—试验球；
 - 3—施加载荷；
 - 4—试验片；
 - 5—加热台；
 - 6—振动杆；
 - 7—底座；
 - 8—摩擦力传感器；
 - 9—位移传感器；
 - 10—振动器。

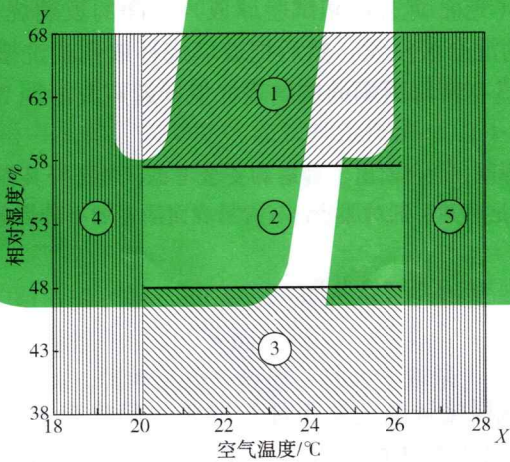
图1 HFRR 试验机示意图

表1 试验条件

参数	数值
油样体积/mL	2±0.2
冲程/mm	1±0.02
频率/Hz	50±1
试验环境的空气 ^a	见图2
液体温度/℃	60±2
试验载荷 ^b /g	200±1
试验时间/min	75±0.1
油盒表面面积/mm ²	600±100

^a试验环境的空气条件是在距油盒 0.1 m~0.25 m 的范围内进行测量，并应控制在图 2 所示的可接受条件范围内。
要求仲裁试验在环境温度 23℃±1℃，环境相对湿度 53%±3%的条件下进行。

^b所加的试验载荷为砝码的质量。



- 标引序号说明：
- 1—不能接受条件范围-过湿；
 - 2—可接受条件范围；
 - 3—不能接受条件范围-过干；
 - 4—不能接受条件范围-过冷；
 - 5—不能接受条件范围-过热。

图2 试验环境条件

6.2 试验片：材料为退火的高碳铬轴承钢，符合 GB/T 18254—2016 的要求，牌号为 GCr15 的钢棒加工而成，维氏硬度 HV30 为 190~210（根据 GB/T 4340.1 测定），表面粗糙度 $R_a < 0.02 \mu\text{m}$ （根据 GB/T 10610 测定）。用户可选择权威部门组织的经过多家试验室用参考油验证的试验片。

6.3 试验球：材料为高碳铬轴承钢，符合 GB/T 18254—2016 的要求，直径为 6 mm，符合 GB/T 308.1—2013，28 级要求，洛氏硬度 HRC 为 58~66（根据 GB/T 230.1 测定），表面粗糙度 $R_a < 0.05 \mu\text{m}$ ，用户可选择权威部门组织的经过多家试验室用参考油验证的试验球。

6.4 数码照相显微镜（A 法）：放大倍数为 100 倍，按照显微镜生产厂家指导安装和标定，数码照相机能够捕捉到干净的磨斑图像，分辨率不小于 2048×1536 像素，测量系统应具备水平和垂直两个方向测量功能，或者光标能定位到磨斑边界，测量精度 $1 \mu\text{m}$ 。

6.5 目测显微镜（B 法）：金相类型显微镜，测量精度 $1 \mu\text{m}$ 。

6.6 干燥器：装有干燥剂，用来储存试验片、试验球和金属零件。

6.7 清洗槽：采用足够容积的、带有无缝不锈钢清洗槽、功率为 40W 或更大的超声波清洗机。

6.8 计时器：采用能够精确测量到 $75\text{min} \pm 0.1\text{min}$ 的机械或电子计时器。

7 取样

7.1 如果无特殊说明应按照 GB/T 4756 或 GB/T 27867 的规定进行取样。

7.2 取样应使用清洁容器，如玻璃瓶、无锈无屑清洁的金属罐或反应活性较小的塑料容器，应尽量避免暴露在阳光或紫外线下。推荐使用带有环氧树脂内衬的金属罐或带有铝箔内衬盖子的硼硅酸盐玻璃瓶作为样品容器。

7.3 建议使用新样品容器装样品，如果重复使用样品容器，建议参照附录 A 的规定清洗样品容器。

8 准备和标定

8.1 仪器准备

8.1.1 试验片和试验球

使用干净的镊子把试验片（光面朝上）和试验球放入干净的玻璃烧杯中，用甲苯、庚烷或者体积比为 1:1 的异辛烷与 2-丙醇的混合液浸没，然后把玻璃烧杯放到清洗槽内清洗 7 min。把试验片（光面朝上）和试验球一起转移到盛有新鲜丙酮的玻璃烧杯里，超声波清洗 2 min，然后自然干燥或吹干试验片和试验球，放在干燥器中。

注 1：甲苯是比较合适的清洗溶剂，但目前出于健康和安全考虑，可选择其他替代溶剂，如庚烷或者体积比为 1:1 的异辛烷与 2-丙醇的混合液，这两种溶剂对那些含有大量表面活性剂组分燃油的清洗效率还未完全通过试验来检验。

注 2：可使用 $140\text{kPa} \sim 210\text{kPa}$ 压力的压缩空气吹干。

8.1.2 金属零件

把夹具、螺钉以及所有与试样接触的金属零件和器皿一起放在一个干净的玻璃烧杯内，用甲苯、庚烷或者体积比为 1:1 的异辛烷和 2-丙醇的混合液浸没，把烧杯放在超声波清洗槽中清洗 7 min，然后用干净的镊子，把金属零件放入一个盛有丙酮的烧杯里，放到超声波清洗槽内清洗 2 min。取出零件然后自然干燥或吹干，如果不是立即使用，应储存在干燥器中。

8.2 校准和校正

8.2.1 温度

每 12 个月用校准过的温度测量装置核对油盒的温度控制系统。

8.2.2 频率

每 3 个月用校准过的频率计核对振动器的频率。

8.2.3 冲程

每 3 个月使用试验机电控自有标定功能标定冲程长度。

8.2.4 运转时间

每 12 个月用标定过的计时器核查运转时间。

8.2.5 试验机性能

8.2.5.1 仪器的性能是使用两种参考油分别进行一次试验来检验的，如果某种参考油的磨斑直径（WSD）超出规定范围，应使用该参考油再做两次试验，如果这两次试验中有一次超出范围，应对仪器和冲程进行检验。如果低润滑性参考油的试验结果过低，可能需更换参考油。如有必要，应按照仪器手册步骤标定试验机，然后再用两种参考油进行试验。

8.2.5.2 每做 20 个试验或每超过 90 天，应使用两种参考油对试验机进行校验，以时间间隔较短为准。

9 试验步骤

9.1 严格按照清洁要求和规定的清洗程序进行操作，在拆装过程中，使用干净的镊子，以防止清洗过的试验零件（试验片、试验球、试件夹具）被污染，并且不要刮伤试验件。

9.2 用镊子把试验片放进油盒，光面朝上，然后将其固定在油盒里，再把油盒固定在试验机上。

9.3 用镊子把试验球放进夹具内，然后将其固定在夹具上，再把夹具固定在振动臂的末端。在拧紧此构件之前，要确保夹具水平。

9.4 在距离油盒 0.1m~0.25m 的范围内，测量空气温度和相对湿度，为了准确控制空气温度和相对湿度，试验主机应放在恒温恒湿箱内工作。如果空气温度和湿度测量值不符合图 2 中可接受条件范围的要求，在进行试验以前，应采取一些措施来改变环境状况。记录空气温度和相对湿度值。

注：相对湿度是重要参数，本文件精密度是在图 2 中规定的可接受条件范围内的相对湿度条件下给出的，超出此范围进行试验会影响试验结果。

9.5 用一次性移液管或干净的移液管，把 $2\text{ mL} \pm 0.2\text{ mL}$ 试样加入油盒里。

9.6 放下振动臂，并在振动臂上悬挂一个 200 g 的砝码。

9.7 设置温度控制系统、冲程和振动频率试验参数值，如表 1 所示，开始试验。

9.8 试验运行 75 min。试验结束时，抬起振动臂，拆下夹具。

9.9 从夹具取下试验球之前，使用干净的溶剂清洗试验球夹具，然后使用抹布擦干。

9.10 拆下油盒，倒掉试验油。

9.11 试验球从夹具中取出之前，把试验球夹具中的试验球放在显微镜下，按第 10 章的规定测量磨斑直径。

9.12 完成磨斑直径的测量后，从夹具中取出试验球，与试验片储存在一起，建议试验件至少保存 12

个月。

10 磨斑测量

10.1 概述

本文件有两种测量磨斑直径的方法：A 法——数码照相显微镜法，B 法——目测显微镜法。其中 A 法为推荐方法，因为其测量精度高、使用方便。如果存在争议，以 A 法作为仲裁方法。

10.2 A 法——数码照相显微镜法

10.2.1 打开数码照相机显微镜光源，放置试验球到载物台卡槽里，显微镜放大倍数为 100 倍。

10.2.2 调整载物台使磨斑位于视野中心位置。

10.2.3 调整光源强度以获得清晰、明亮的图像。

10.2.4 调整显微镜载物台，直到磨斑边缘聚焦清楚，参见附录 B。

10.2.5 使用照相机捕捉磨斑图像。

10.2.6 在 X 轴和 Y 轴方向分别测量磨斑直径，精确到 10 μm，并记录读数。

10.3 B 法——目测显微镜法

10.3.1 放置试验球于放大 100 倍的显微镜下。

10.3.2 移动试验球使磨斑位于显微镜视野中心，调整载物台使磨斑边缘聚焦清楚，参见附录 B。

10.3.3 在 X 轴和 Y 轴方向分别测量磨斑直径，精确到 10 μm，并记录读数。

11 试验结果

按式 (1) 计算磨斑直径， D_{WSD} ，单位为微米 (μm)：

$$D_{\text{WSD}} = (X+Y) / 2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——与振动方向垂直的磨斑尺寸长度，单位为微米 (μm)；

Y——与振动方向平行的磨斑尺寸长度，单位为微米 (μm)。

12 精密度

12.1 概述

本精密度是通过磨斑直径范围在 200 μm~700 μm 的样品，经循环试验建立的。其中包括 6 个中间馏分油，3 个不含添加剂的柴油基础油，1 个生物柴油，2 个含不同浓度添加剂的柴油。每个试样都用数码照相显微镜和目测显微镜分别测量磨斑直径，分别给出了两种测量方式的精密度数据。按下述规定判断试验结果的可靠性 (95%置信水平)。

12.2 重复性 r

同一操作者，在同一实验室，使用同一仪器，对同一试样进行连续测定所得的试验结果之差不应超出表 2 中规定的值。

表 2 重复性

A 法——数码照相显微镜法	B 法——目测显微镜法
$r = 50\ \mu\text{m}$	$r = 70\ \mu\text{m}$

12.3 再现性 R

不同操作者，在不同实验室，使用不同的仪器，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超过表 3 中规定的值。

表 3 再现性

A 法——数码照相显微镜法	B 法——目测显微镜法
$R = 80\ \mu\text{m}$	$R = 90\ \mu\text{m}$

13 试验报告

试验报告应包括以下信息：

- a) 注明本文件；
- b) 磨斑直径（WSD）测量方法（例如，A 法或 B 法）；
- c) 试验样品的简要说明；
- d) X 和 Y 方向上的磨斑尺寸，精确到 $10\ \mu\text{m}$ ；
- e) 试验开始和结束时的空气温度和相对湿度；
- f) 磨斑直径（WSD），精确到 $10\ \mu\text{m}$ ；
- g) 试验件标识；
- h) 两种参考油最近试验的日期和试验数据；
- i) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
样品容器清洗规程

A.1 样品容器

样品容器包括带有环氧树脂内衬的金属容器和带有铝箔内衬盖子的硼硅酸盐玻璃瓶，带有石蜡或塑料涂层的与样品接触的容器盖子不适用于评价润滑性试验。

A.2 带有环氧树脂内衬的金属容器清洗过程

A.2.1 新的带有环氧树脂内衬的金属容器清洗过程：如果容器收集含有相同类型添加剂的油样，使用收集的油样冲洗容器认为是合适的做法。容器在收集样品之前使用将要收集的样品冲洗容器3次，每次使用容器体积10%~20%的样品冲洗，拧紧盖子，摇晃至少5 s，下次冲洗更换样品。最后一次冲洗样品倒出后，容器可装样品运输至实验室进行试验。

A.2.2 使用过的带有环氧树脂内衬的金属容器清洗过程：每次使用容器体积10%~20%的丙酮、甲苯、异丙醇或者庚烷冲洗3次。每次冲洗应拧紧盖子，摇晃至少1 min，每次更换新的溶剂。最后1次冲洗倒出溶剂后，使用空气吹干容器。

A.3 带有铝箔内衬盖子的硼硅酸盐玻璃瓶清洗过程

A.3.1 使用实验室清洗剂按质量分数1%混合自来水充满容器，拧紧瓶盖，放置浸泡至少10 min。

A.3.2 使用清洗剂大力刷洗所有瓶子和盖子表面。

A.3.3 使用热水（60℃~75℃）重复清洗瓶子和盖子，直到泡沫消失。

A.3.4 润湿盖子并浸泡至少10 min。

A.3.5 使用热水（60℃~75℃）重复刷洗，清洗直到泡沫消失。

A.3.6 使用热蒸馏水（60℃~75℃）清洗2次以上。

A.3.7 使用烘箱在115℃~125℃下烘干瓶子和盖子。

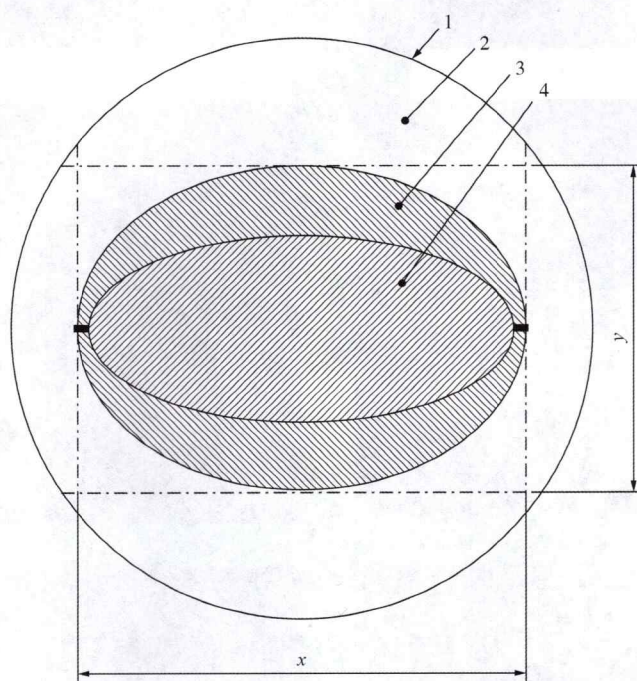
A.3.8 冷却之后，拧紧瓶盖。

附录 B
(资料性附录)
HFRR 磨斑的测量

B.1 试验球上磨斑的外观随燃油的类型而变化，特别是当含有改善润滑性添加剂存在时更是如此。总的来说，磨斑看上去是球运动方向上一连串的划痕，它在 X 方向比 Y 方向要稍大。

B.2 在有些情况下，例如，当用低润滑性参考油试验时，球上的磨斑和变色（但未磨过）区域的边界是清楚的，这就能容易地确定磨斑的尺寸。在另一些情况下，磨斑中心擦伤的部分被不够清晰的磨损区域包围了，并且球上磨损和未磨损的区域没有明显的边界，在这些情况下，要看清或测量真实的磨斑形状是困难的（见图 B.1）。总的磨斑包含清晰的磨损区域和不够清晰的磨损区域。

B.3 不同磨斑的形状以及整个磨斑边界的界定方法见图 B.2。



标引序号说明：

1—试验球（相对于磨斑缩小了直径）；

2—未磨损区域；

3—不够清晰的磨损区域；

4—磨损区域。

图 B.1 边界不够清晰的磨斑示例

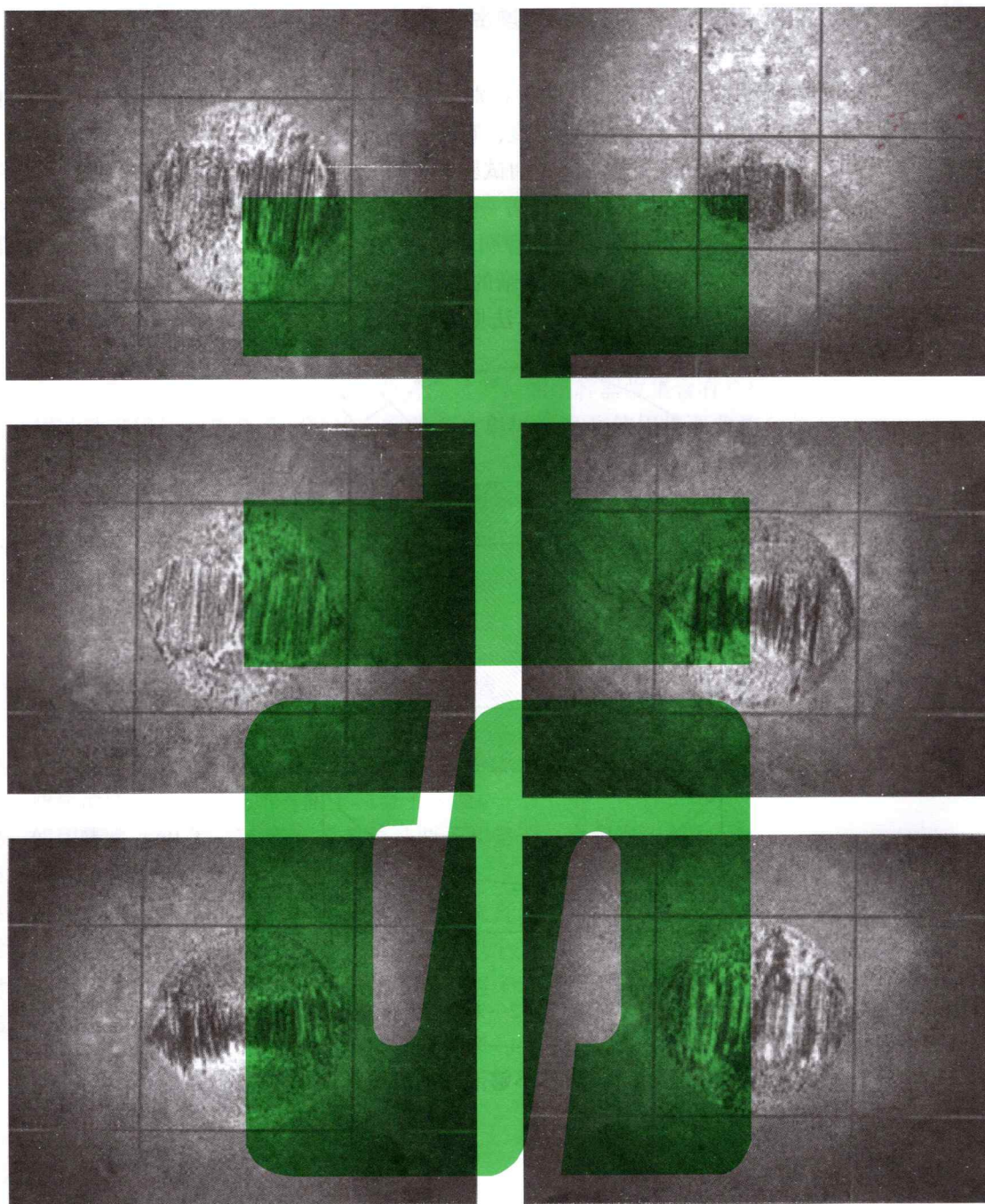


图 B.2 磨斑实例

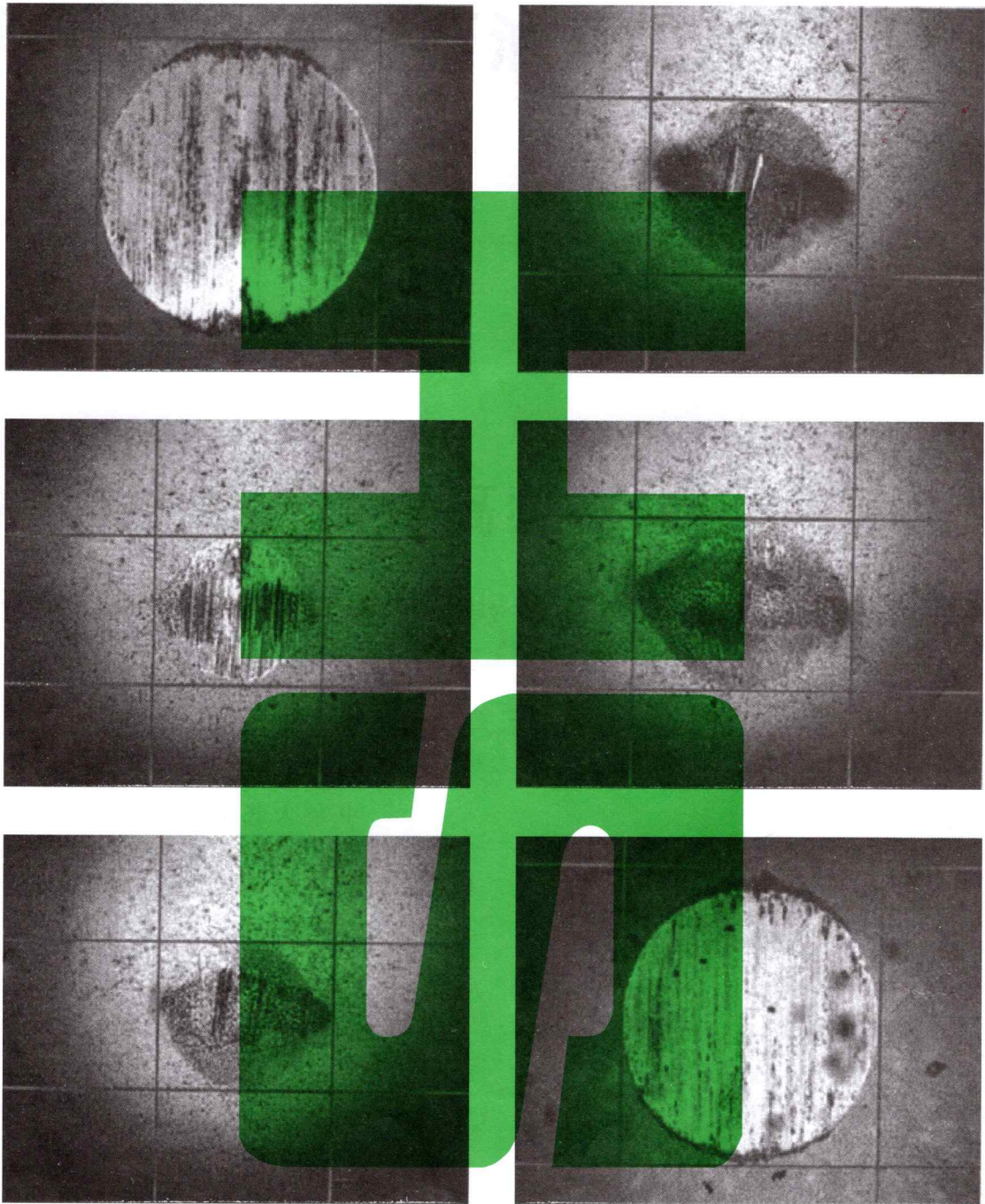


图 B.2 磨斑实例 (续)

中华人民共和国
石油 化 工 行 业 标 准
柴油润滑性的评定 高频往复式试验机法
NB/SH/T 0765—2021

*

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) 57512500
石化标准编辑部电话：(010) 57512453
发行部电话：(010) 57512575
<http://www.sinopec-press.com>
E-mail: 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 印张 1 字数 25 千字
2022 年 3 月第 1 版 2022 年 3 月第 1 次印刷

*

书号：155114·2104 定价：40.00 元