



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Промышленность нефтяная и газовая СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРЬ ОТ ИСПАРЕНИЯ СМАЗОЧНЫХ МАСЕЛ МЕТОДОМ НОАКА

СТ РК АСТМ Д 5800 - 2011

ASTM D 5800 – 10 Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by noack method, (IDT)

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на ASTM D 5800 – 10 « Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by noack method», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернешнел.

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан и ТОО «САПА ИНТЕРСИСТЕМ» (в составе технического комитета № 33).

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 20 ноября 2011г. № 636-од.

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту ASTM D 5800 – 10 Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by noack method (Стандартный метод испытаний для определения потерь от испарения смазочных масел методом Ноака), авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешения ASTM Интернешнел.

Официальной версией является текст на государственном и русском языке.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр Американского национального стандарта - ASTM D 5800 - 10, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеется в Государственном фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия идентичная (IDT).

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября.2004 года № 603 II, Закона Республики Казахстан «О промышленной безопасности на опасных производственных объектах» от 3 апреля.2002 года № 314 I.

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2017 год
5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Промышленность нефтяная и газовая**СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРЬ ОТ
ИСПАРЕНИЯ СМАЗОЧНЫХ МАСЕЛ МЕТОДОМ НОАКА¹**

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт метода испытаний охватывает три процедуры для определения потерь от испарения смазочных масел (преимущественно машинных масел). В процедуре А применяется испарительный испытательный прибор Ноака; В процедуре В используется автоматический испарительный аппарат Ноака для металлов, не относящихся к сплаву Вуда; и в процедуре С используется испытательное оборудование Селби-Ноака для определения испаряемости. Метод испытаний связан с одной совокупностью рабочих условий, но может при необходимости легко применяться и к другим условиям, при необходимости.

1.2 Результаты испытаний методом Ноака, определенные с помощью Процедур А и В показывают соответствующие различия. Процедура А дает результаты более неточные по сравнению с Процедурой В по машинным маслам; но Процедура А дает более точные результаты по сравнению с Процедурой В по базовым компонентам.

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, рассматриваются, как стандартные. Никакие другие единицы измерения не включены в настоящий стандарт.

1.4 Настоящий стандарт не подразумевает рассмотрение всех вопросов, касающихся безопасности, если таковые имеются, относящихся к его использованию. Пользователь настоящего стандарта ответственен за установление перед его использованием соответствующих мер техники безопасности, охраны здоровья и регулятивных ограничений.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяется последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

¹ Настоящий метод испытаний находится под ведомством Комитета D02 по Нефтяным продуктам и Маслам, и непосредственную ответственность за него несет Подкомитет D02.06 по Анализам смазочных масел.

Настоящее издание утверждено 1 августа 2010 года. Опубликовано в августе 2010 года. Впервые утверждено в 1995 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2005 году как D 5800-08. DOI: 10.1520/D5800-10.

2.1 Стандарты ASTM:¹

ASTM D 4057-06* Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products. (Методика по отбору проб нефти и нефтепродуктов. Ручной метод).

ASTM D 4177-95* Standard Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products. (Методика по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D 6299-10e* Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance. (Методика по применению статистических методов поддержки качества и планирования контроля к оценке осуществления аналитической системы измерения).

ASTM D 6300-08* Standard Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants. (Методика по определению точности и погрешности данных для их использования в методах испытаний для нефтяных продуктов и смазочных масел).

DIN 1725-86* Aluminum Die Casting Alloys & Casting. (Спецификация для алюминиевых сплавов).

DIN 12785-77* Laboratory glassware; special purpose laboratory thermometers. (Спецификации для стеклянных термометров).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 Определения терминов, применяемых в данном стандарте:

3.1.1 **Потеря смазочного масла при испарении согласно методу Ноака** (evaporation loss—of a lubricating oil by the Noack method): Масса летучих испарений масла при его нагревании в испытательном тигле при установившемся потоке воздуха.

3.1.2 **Испаряемость** (volatility): Склонность жидкости превращаться в пар.

4 Краткое описание метода испытания

4.1 Измеренное количество образца помещается в тигель для испарения или реакционную колбу, которая затем нагревается до 250 °С при установившемся потоке воздуха, засасываемым через нее в течение 60 мин. Определяется потеря масла по массе.

4.2 Межлабораторные испытания показали, что Процедура А, Процедура В и Процедура С дают преимущественно равнозначные результаты, с коэффициентом корреляции $R^2 = 0,996$. См. отчет о научно-исследовательской работе по межлабораторному исследованию Селби-Ноака.

5 Значение и использование

5.1 Потери от испарения представляют особую важность в смазке двигателя. При возникновении высокой температуры возможно испарение части масла.

¹ Для справочных данных по стандартам ASTM, следует посетить веб-сайт ASTM, www.astm.org, или связаться со службой поддержки покупателей ASTM по адресу service@astm.org. Для получения более полной информации об ежегодной книге стандартов ASTM, сослаться на страницу Краткое изложение документа стандарта на веб-сайте ASTM.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

5.2 Испарение может способствовать потреблению масла в двигателе и может привести к изменению свойств масла.

5.3 Многие производители двигателей определяют максимально допустимые потери от испарения.

5.4 Некоторые производители двигателей, определяя максимально допустимые потери от испарения, ссылаются на настоящий метод испытания согласно спецификациям.

5.5 Процедура С, с использованием аппарата Селби-Ноака также позволяет собирать пары летучих масел для определения их физических и химических свойств. Элементарный анализ собранных летучих веществ может пригодиться при идентификации компонентов, таких как фосфор, который связан с преждевременным ухудшением катализатора системы выбросов.

Процедура А

6 Оборудование

6.1 *Испарительный испытательный прибор Ноака, состоящий:*

6.1.1 *Электрически нагреваемого блока-механизма, изготовленного из ковкого алюминиевого сплава (см. DIN 1725. Лист 1), изолированного от рубашке и основания для потери тепла (Предостережение: Этот блок нагревается до 250°C). Блок нагревается с помощью электрического нагревателя основания и рубашки, с общим потреблением энергии от 1кВ до 1.2 кВ. В этом отношении разница между обеими отдельными потребляемыми мощностями не должна превышать 0,15 кВ. В центре нагревательного блока находится отверстие для вставки тигля для выпаривания, пространство между блоком и тиглем заполняется сплавом Вуда или соответствующим ему эквивалентом. В ванне с жидким сплавом два захвата на блоке удерживают тигель, чтобы он не поднялся. Два дополнительных отверстия на равных расстояниях от центра блока предназначены для термометров (см. Рис. 1).*

6.1.2 *Тигель для выпаривания, с винтовой крышкой. Тигель изготавливается из нержавеющей стали (см. Рис. 2). Над опорным кольцом имеется резьба для крышки. Никелированная медная крышка герметизируется к тиглю с помощью внутренней конической поверхности уплотнения (См. Рисунок 3). Три сопла из закаленной стали позволяют потоку воздуха проходить через крышку. Трубка для экстрагирования, опущенная вниз, идет от резьбового и герметичного соединения к центру крышки.*

6.2 *Весы, допускающие взвешивание, по меньшей мере, 200 г, с точностью до 0,01г.*

6.3 *Зажим тигля и гаечный ключ.*

6.4 *Развертка, диаметром 2 мм.*

6.5 *Шарик от подшипника, диаметром 3,5 мм.*

6.6 *Термометр, М260 (см. DIN 12785) или датчик температуры, допускающий считывание температуры до 0,1 °C. Термометр должен калиброваться соответствующей процедурой при соответствующей частоте (как правило, каждые шесть месяцев).*

6.7 *Контрольный термометр контактного типа (для ручного метода).*

6.8 *Стеклянная вилкообразная деталь (трубка), внутренний диаметр 4 мм. Вертикальные прямые стороны, каждая 45 мм длиной, должны образовывать такой угол, чтобы сторона, соединенная с трубкой тигля для экстрагирования и вилкообразная деталь образовывали прямую линию. Прямая сторона составляет 60 мм в длину и находится под углом 45 °.*

6.9 *Стеклянные питающие трубки*, с внутренним диаметром 4 мм, каждое плечо трубки длиной 100 мм, находится под углом 45 ° на концах, входя в бутылки и выходя из них.

6.9.1 Наклонены под углом приблизительно 80 °.

6.9.2 Наклонены под углом приблизительно 100°, длиной до 20 мм основы колбы.

6.9.3 Наклонены под углом приблизительно 90 °.

6.10 *Две стеклянные бутылки*, емкостью приблизительно 2 л, оснащенные резиновыми пробками с высверленным отверстием для введения впускной и выпускной трубок (см. Рисунок 4).

6.11 *Манометр*, наклонной формы, водонаполненный, точностью 0,2 мм Н₂О или соответствующий датчик давления, допускающий измерение 20±0,2 мм Н₂О (удовлетворительным считается датчик давления от 0 до 50 мм Н₂О)

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Некоторые манометры используют воду в качестве эталонной жидкости, другие могут использовать жидкость более низкой плотности, для считывания в миллиметрах воды. Пользователи должны гарантировать, что манометр наполнен эталонной жидкостью соответствующей плотности.

6.12 *Стеклянная Т-образная деталь*, с прикрепленным выпускным клапаном.

6.13 *Вакуумный насос*.

6.14 *Таймер*, с точностью 0,2 с.

6.15 *Силиконовые резиновые трубки*, разрезанные по размеру, с внутренним диаметром 4 мм.

6.15.1 40-мм длиной; требуется три части.

6.15.2 300-мм длиной, и

6.15.3 100-мм длиной.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Использование автоматического оборудования допускается, если только оно дает равнозначные результаты, определенные в настоящем методе испытаний. Все аппаратные размеры, структура блока, тигля, теплоемкость и т.д., а также стеклянная посуда должны соответствовать спецификациям, представленным в настоящем методе испытаний.

7 Реагенты и материалы

7.1 *Смывающий растворитель* – Смесь нефти и толуола рекомендуется для очистки тигля. (**Предостережение:** Огнеопасен, пар вреден). Может потребоваться вымачивание в течении всей ночи.

7.2 Масла с известной потерей от испарения, значение которой предусматривается поставщиком масла. Некоторые примеры таких масел включают RL-N, RL 172 и RL 223, поставляемые СЕС. Могут использоваться масла, предоставляемые и другими поставщиками.

7.3 *Изолирующие перчатки*.

7.4 *Кисть*, такая как, жестяная кислотостойкая кисть (шириной от 15 мм до 25 мм).

7.5 *Сплав Вуда¹ или подходящий теплоноситель* – (**Предостережение:** Сплав Вуда содержит свинец (25 %), висмут (50%), сурьму (12,5 %) и кадмий (12,5 %); данные компоненты опасны для здоровья. Всегда избегать контакта с кожей).

¹ Единственным источником поставки сплава Вуда, известным комитету в настоящее время, является Sigma-Aldrich. Помощь покупателям, P.O. Box 14508, St. Louis, MO 63178. Если вы знаете других поставщиков, пожалуйста, предоставьте данную информацию Международному штабу ASTM. Ваши комментарии будут внимательно рассмотрены на совещании ответственного технического комитета¹, которое вы можете посетить.

8 Опасности

8.1 Угроза безопасности.

Персонал, использующий данный метод испытаний, должен быть хорошо обучен и ознакомлен со всеми типичными лабораторными методами, или работать под непосредственным руководством квалифицированного специалиста. В ответственность оператора входит гарантирование соответствия всем местным законодательным и установленным требованиям.

8.2 Предостережение

Несмотря на то, что данный метод испытаний предусматривает бессквозняковую зону выполнения испытаний, выпускные пары от испаряющегося масла должны вентилироваться. Должны быть приняты меры предосторожности во избежание воспламенения или взрыва.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Один из способов добиться бессквозняковой среды, и достичь большей безопасности в работе для приборов, используемых в настоящем методе испытаний, описан в Приложении ХЗ.

8.3 Дополнительные средства для предотвращения сквозняка (тяги воздуха), описанные в Приложении ХЗ не применялись в разработке положений о точности метода испытаний.

9 Подготовка оборудования

9.1 Стандартная сборка оборудования показана на Рисунок 5. Чтобы избежать нарушения теплового равновесия, оборудование должно собираться в бессквозняковой зоне и соответствовать Рисунок 5 в размерах и оборудовании (см. 8.2).

9.2 Добавить достаточное количество сплава Вуда или другого равнозначного материала в рабочую область нагревательного блока так, чтобы вокруг тигля и термометра остаточное пространство было заполнено жидким сплавом.

9.3 Используя самую высокую допустимую скорость нагрева, поднимать температуру нагревательного блока до тех пор, пока сплав Вуда не расплавится. Установить термометры так, чтобы их баллоны касались дна рабочей зоны, и убедиться, чтобы контактный термометр был вставлен сзади нагревательного блока. Отрегулировать мощность, подаваемую к нагревательному блоку так, чтобы температура поддерживалась при $250 \pm 0,5$ °C.

9.4 Собрать остальное оборудование, не включая тигель, как показано на Рисунке 5.

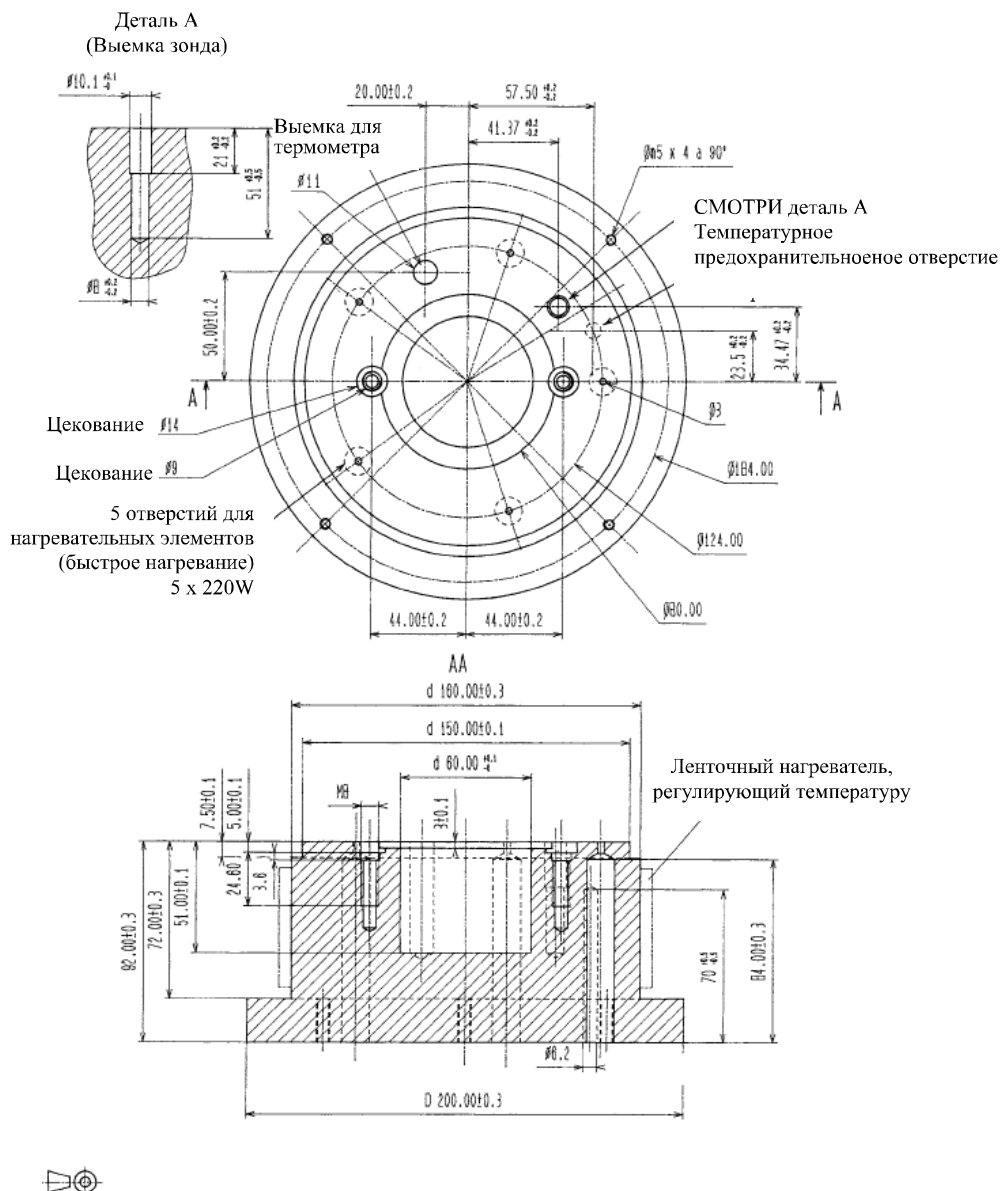
9.5 Поместить пустой тигель в нагревательный блок, прикрепляя фланец болтом, учитывая плавучесть сплава Вуда. Уровень расплавленного металла должен быть таким, чтобы его контур был виден на фланце тигля и на верхней части нагревательного блока.

9.6 Проверить, чтобы показания могли быть получены на шкале манометра или другом измерительном приборе, с помощью подсоединения тигля к собранному прибору. Должно быть получено показание $20,0 \pm 0,2$ мм.

9.7 Отсоединить и удалить тигель из собранного оборудования.

9.8 Выключить насос и нагревательный блок и вынуть тигель и термометры из расплавленного сплава Вуда. С помощью кисти, смахнуть прилипший к тиглю сплав Вуда обратно в нагревательный блок.

9.9 Очистить вилкообразную деталь и стеклянную трубку, чтобы предотвратить накопление конденсата.



ПРИМЕЧАНИЕ Все размеры в миллиметрах

Рисунок 1 - Нагревательный блок

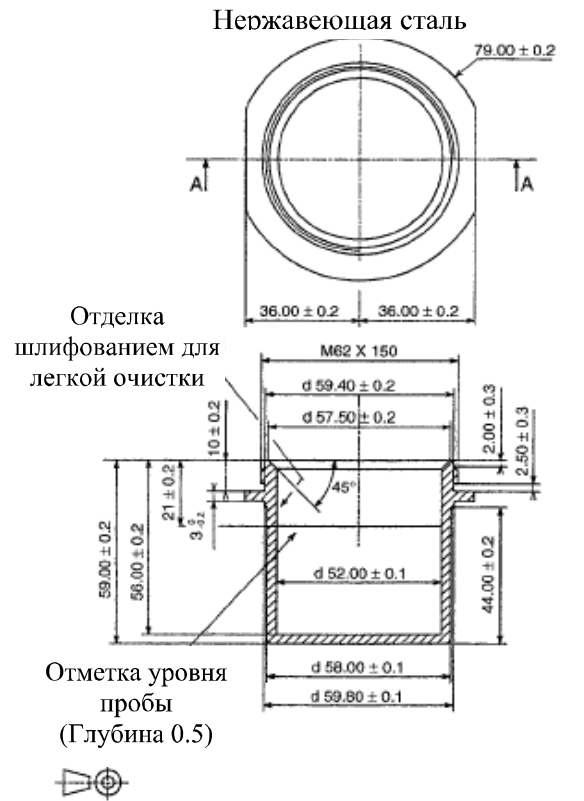


Рисунок 2 - Тигель

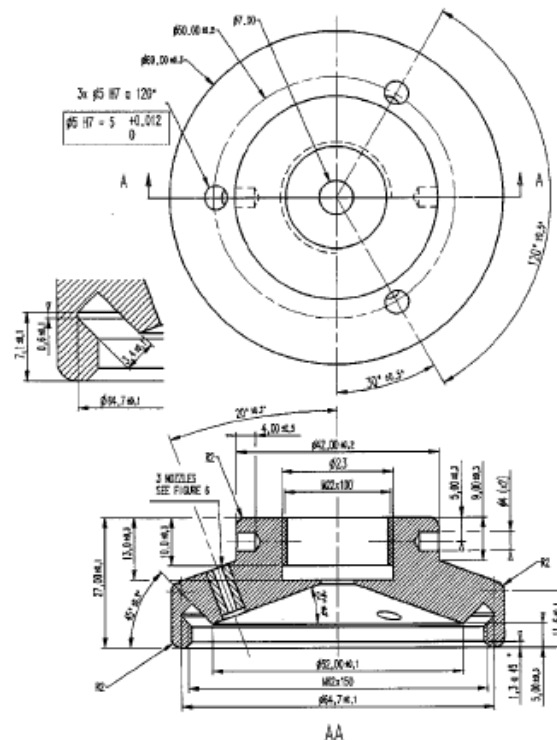


Рисунок 2 - Крышка

10 Проверка

10.1 Включить насос и нагревательный блок и убедиться, что оборудование (установка) собрано, за исключением тигля, как показано на Рисунке 5.

10.2 Проверить, чтобы тигель и крышка были без лаковых отложений.

10.2.1 После каждого испытания, очищают тигель и крышку растворителем и дают им высохнуть. Стойкий лак можно вычистить под давлением с помощью шлифовочной машины для стекла.

10.3 Пропустить развертку через каждые три выпускные отверстия в крышке, чтобы убедиться, что они чистые. (**Предостережение** – Использование развертки диаметром больше 2 мм может расширить выпускные отверстия. Это может привести к наибольшим потерям из-за увеличения потока воздуха).

10.4 Пропустить шарик от подшипника через экстракционную трубку, чтобы убедиться, что она очищена от грязи.

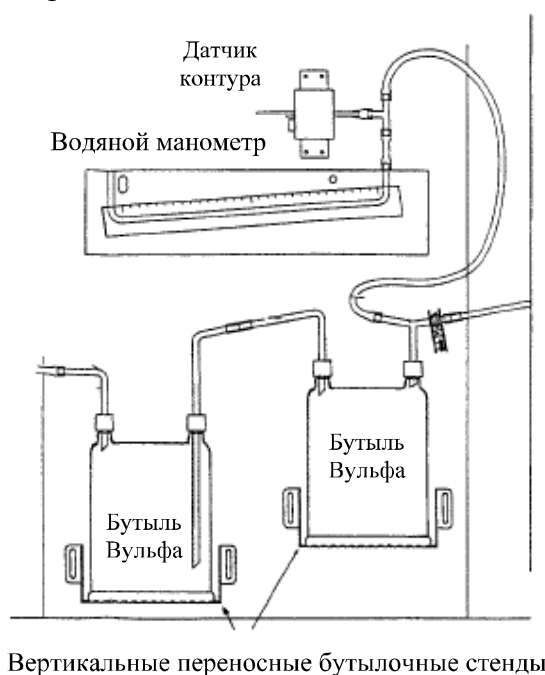


Рисунок 4 - Стеклопосуда

10.5 Взвесить пустой тигель без крышки с точностью до 0.01 г.

10.6 Отвесить в тигель $65,0 \pm 0,1$ г эталонного масла.

10.7 Завинтить крышку с помощью зажима или гаечного ключа.

10.8 Убедиться, что температура нагревательного блока составляет $250 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Поместить тигель в рабочую зону в нагревательном блоке, закрепляя фланец болтом, учитывая плавучесть сплава Вуда. Переключить орган управления нагревательного блока для компенсации теплоемкости тигля. Сразу же (менее чем через 5 с) подсоединить экстракционную трубку тигля к плечу стеклянной вилкообразной детали, делая стыковое соединение. Одновременно запустить насос и секундомер и настроить выпускной клапан, чтобы перепад давления составлял $20 \pm 0,2$ мм.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Когда тигель находится в испытательной позиции, его фланец должен промываться с верхней части нагревательного блока. Любое выступание фланца тигля над нагревательным блоком может предполагать накопление шлака сплава Вуда на дне рабочей зоны нагревательного блока. Нагревательный блок и баллон термометра должны очищаться, а сплав Вуда заменяться на регулярной

основе во избежание накопления шлака. Окисленный сплав Вуда повлияет на теплопередачу к тиглю и, следовательно, может оказывать отрицательное воздействие на полученные результаты.

10.9 Отрегулировать орган управления на нагревательном блоке с целью поддержания температуры блока приблизительно на 5°C ниже температуры испытания. Повторно отрегулировать орган управления температуры так, чтобы температура испытания была переустановлена в пределах 3 мин от начала испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 Температура и давление будут контролироваться автоматически при использовании автоматизированного оборудования.

10.10 В начале испытания постоянное внимание следует уделять поддержанию требуемого давления. Как только оно становится устойчивым, обычно в течение 10 – 15 мин, периодически проверяют, чтобы температура и перепад давления оставались постоянными на протяжении всего периода испытания.

10.11 После 60 мин $\pm$ 5 с, снять тигель с нагревательного блока, удалить прилипший сплав и поместить тигель в теплую водяную ванну на глубину не менее 30 мм. Промежуток времени от конца испытания до погружения тигля не должен превышать 60 с.

10.12 По истечении 30 мин вынуть тигель из воды, высушить снаружи и аккуратно снять крышку.

10.13 Повторно взвесить тигель без крышки с точностью до 0,01 г.

10.14 Рассчитать с точностью до 0,1 % масса/масса (М/М) потери от испарения эталонного масла.

10.15 Сравнить полученные результаты с данным значением эталонного масла. Если результат в пределах 6 % значения, повторить процедуру, начиная с 11.1, используя испытательный образец.

10.16 Если результат не находится в пределах 6 % данного значения, проверить, чтобы установка соответствовала тому, что показано на Рисунок 5 и, чтобы придерживались процедуры. Проверить калибровку термометра и датчика давления.

10.17 Перепроверить потери от испарения эталонного масла.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 Не следует позволять, чтобы в 2-литровых стеклянных бутылках скапливался конденсат. Его следует убирать и промывать растворителем 2-литровые стеклянные бутылки до того, как соберется, максимум 1 см конденсата.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 Оборудование подлежит промывке через каждые десять испытаний, если испытания проводятся часто. Если испытания проводятся не часто, оборудование промывается перед испытанием первого образца.

11 Процедура

11.1 Отвесить в прокаленный тигель $65 \pm 0,1$ г представленного испытательного образца с точностью до 0,01 г.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 Образец в соответствии с Методикой D 4057 или Методикой D 4177.

11.2 Продолжить, как изложено в 10.7 - 10.12.

11.3 Рассчитать с точностью до 0,1 % М/М потери от испарения образца.

12 Расчеты и результаты

12.1 Потери от испарения получаются из разницы в весе до и после 1 часа при 250°C.

$$\text{потери от испарения} = \frac{(B - A) - (C - A)}{B - A} \times 100, \quad (1)$$

Где,

A - вес пустого тигля,

B - вес тигля с образцом, и

C - вес тигля с образцом после 1 часа нагревания.

13 Протокол испытаний

13.1 Зарегистрировать следующую информацию.

13.1.1 С точностью до 0,1 % М/М как потери от испарения (Метод испытания D5800).

14 Точность и погрешность¹

14.1 В межлабораторном контроле использовалось ручное, полуавтоматическое и автоматизированное оборудование. Точные значения были рассчитаны по статистическому исследованию результатов межлабораторных испытаний следующим образом.

14.1.1 *Повторяемость* – количественное измерение точности, связанное с отдельными результатами, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в одной той же лаборатории за короткий промежуток времени. В обычных рабочих условиях данного метода испытаний были превышены значения повторяемости только в одном случае из двадцати.

$$\text{Повторяемость} = 5,8 \% \times \text{среднюю потерю от испарений М/М} \quad (2)$$

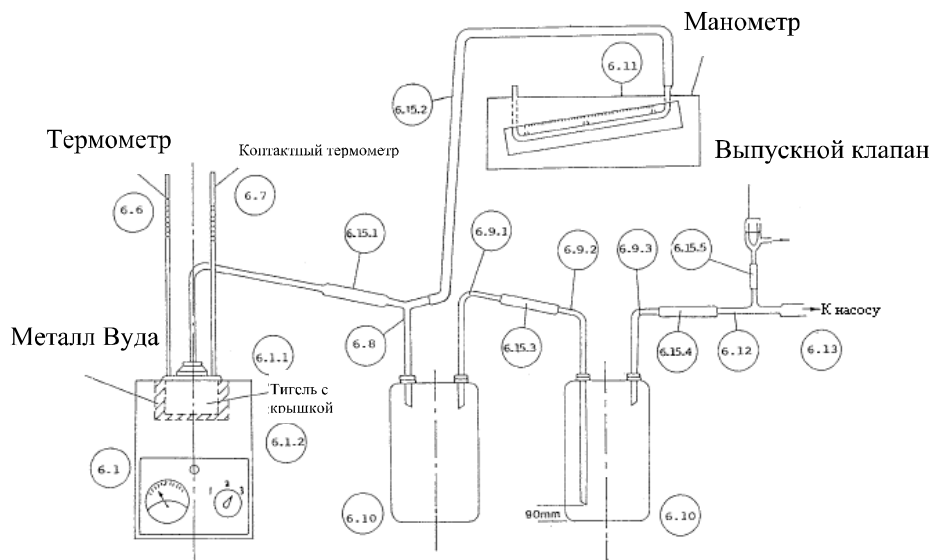


Рисунок 5 - Испытательный аппарат

14.1.2 *Воспроизводимость* – количественный показатель точности с отдельными результатами, полученными в разных лабораториях на идентичном испытательном

¹ Дополнительные данные представлены в Международных штабах ASTM и могут быть получены по запросу отчета о научно-исследовательской работе RR: D02-1462.

оборудовании. При нормальном и правильном проведения испытания, полученные значения были превышены только в одном случае из двадцати.

$$\text{Воспроизводимость} = 18,3 \% \times \text{среднюю потерю от испарений М/М} \quad (3)$$

Контроль температуры

14.2 Процедура в настоящем методе испытаний не имеет погрешности, так как значение испаряемости определяется только на основе настоящего метода испытаний.

Процедура В – Установка, предназначенная не для сплавов Вуда

15 Введение

15.1 В следующей процедуре описывается автоматический метод испытаний, в котором используется такой же принцип и такой же тигель, что в процедуре А. Отличается только теплоотдача к образцу. Здесь не используется сплав Вуда, а температура образца непосредственно контролируется.

16 Аппарат

16.1 *Выпарной испытательный прибор Ноака* (см. Рисунок 6), включающий следующее:

16.1.1 *Нагревательный блок-механизм*, нагреваемый электрическими нагревателями основания и рубашки, имеющий общую потребляемую мощность, достаточную для обеспечения температурного режима, одинакового с режимом, зарегистрированным при нагревании образца в нагревательном блоке сплава Вуда. В центре нагревательного блока находится рабочая зона для вставления испарительного тигля. Нагреватель рубашки применяется определенной формы, для обеспечения прямого контакта с тиглем. Предусматривается механизм для раскрытия зажимов при вставлении тигля. Два захватывающих приспособления на блоке предотвращают поднятие тигля, а нагреватель основания приводится в действие пружиной с целью обеспечения прямого контакта с тиглем.

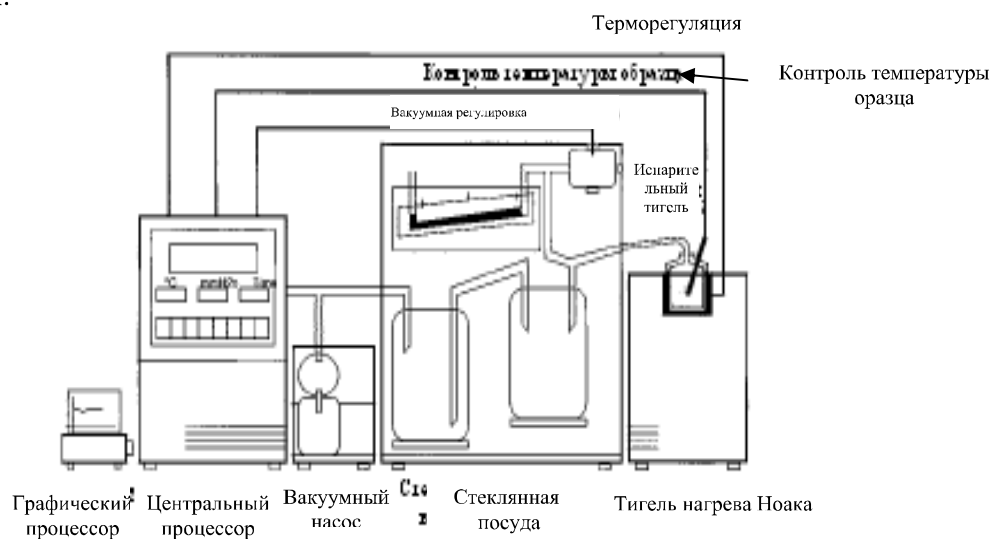


Рисунок 6 - Автоматический испарительный прибор Ноака для сплавов, не относящихся к сплавам Вуда

16.1.2 *Испарительный тигель*, с винтовой крышкой (см. Рисунок 7). Тигель изготавливается из нержавеющей стали (см. Рисунок 8). Над опорным кольцом имеется резьба для крышки. Никелированная медная крышка (см. Рисунок 9) герметически прикреплена к тиглю с помощью внутренней конической поверхности уплотнения. Три сопла из закаленной стали (см. Рисунок 10) позволяют потоку воздуха проходить через крышку. Трубка для экстрагирования (см. Рисунки 11 и 12), опущенная вниз, идет от резьбового и герметичного соединения в центр крышки.

16.1.3 *Датчик температуры* – прибор для измерения температуры образца должен иметь точность $0,5^{\circ}\text{C}$ или еще точнее, и разрешение $0,1^{\circ}\text{C}$ или еще точнее. Для датчика предусматривается свидетельство о калибровке при $250,0^{\circ}\text{C}$ с точностью $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Его диаметр составляет 4 мм, а его положение определяется, как указано на Рисунке 8. Он должен калиброваться соответствующей процедурой при соответствующей частоте (как минимум один раз в год).

16.2 *Весы*, допускающие взвешивание как минимум 500 г с точностью до 0,01 г.

16.3 *Зажим тигля и гаечный ключ*.

16.4 *Развертка*, 2-мм диаметр.

16.5 *Шарик от подшипника*, диаметром от 3 мм до 5 мм.

16.6 *Сборка стеклянной посуды*, строго соответствующая описанию в 6.6-6.12 и 6.15 Процедуры А.

16.7 *Вакуумный насос*.

16.8 *Центральный процессор* (CPU), ведущий наблюдение за температурой образца, вакуумом, временем, нагреванием и печатанием. Образец нагревается до температуры $245,2 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, зарегистрированной в образце во время испытания прибором для сплавов Вуда (1ч при 250°C) с автоматической корректировкой продолжительности испытания. Автоматическая корректировка продолжительности испытания используется для того, чтобы испытание могло начаться с нагревательного блока при комнатной температуре или при высокой температуре, когда осуществляются несколько испытаний без фазы охлаждения. Центральный процессор автоматически регулирует перепад давления, составляющий $20 \pm 0,2$ мм. Данные условия могут проверяться с помощью печатного отчета.

16.9 *Принтер*, для распечатки графиков температуры и вакуума образца, записанных во время испытания.

17 Реагенты и материалы

17.1 *Смывающий растворитель* – смесь нефти и толуола, рекомендуемая для очистки тигля. (**Предостережение** – Огнеопасен, пар вреден). Может потребоваться вымачивание в течение всей ночи.

17.2 *Эталонная жидкость Ноака* – масло с известными потерями от испарения, значение которых предусматривается производителем.

17.3 *Изолирующие перчатки*.

17.4 *Прокладочная бумага*.

18 Опасные факторы

18.1 *Угроза безопасности*.

Персонал, использующий данный метод испытаний, должен быть хорошо обучен и ознакомлен со всеми типичными лабораторными методами, или работать под непосредственным руководством квалифицированного специалиста. В ответственность

оператора входит гарантирование соответствия всем местным законодательным и установленным требованиям.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 Сообщалось, что в ходе испытаний с использованием эталонной жидкости Ноака, термпары некоторых приборов могут подвергаться действиям испарений. Хотя сигнализация прибора показывала, что колебания температуры больше, чем разрешено в тесте, нагреватель не отключался. Таким образом, предлагается, контакт с изготовителем прибора для устранения возможной неисправности.

18.2 Предостережение

Несмотря на то, что данный метод испытаний предусматривает бессквозняковую зону выполнения испытаний, выпускные пары от испаряющегося масла должны вентилироваться к внешнему источнику. Должны быть приняты меры предосторожности во избежание воспламенения или взрыва (См. Примечание 3).

18.3 Дополнительные средства для предотвращения сквозняка (тяги воздуха), описанные в Приложении ХЗ не применялись в разработке положений о точности метода испытаний.

19 Подготовка оборудования

19.1 Стандартная сборка оборудования показана на Рисунке 6. Во избежание нарушения теплового равновесия, оборудование должно собираться в бессквозняковой зоне и соответствовать размерам и оборудованию Рисунка 6. (Смотреть 18.2).

19.2 Подготовить автоматизированный прибор к работе в соответствии с инструкциями производителя по калибровке, проверке, и работе оборудования.

19.3 Очистить стеклянные бутылки, стеклянные трубки и вилкообразную деталь, чтобы избежать накопления конденсата.

ПРИМЕЧАНИЕ 10 Нельзя допускать скапливания конденсата в 2-литровых стеклянных бутылках. Они должны промываться растворителем и просушиваться до накопления максимум 2 см конденсата.

20 Проверка

20.1 Включить прибор как минимум за 30 мин до начала испытания, чтобы достичь стабилизации температуры на графике измерений.

20.2 Убедиться, что сборка стеклянной посуды и вакуумный насос очищены, и все соединения герметичны.

20.3 Тщательно очистить и высушить все части тигля и его вспомогательных устройств перед началом испытания. Проверить, чтобы тигель и крышка были без лака. Трудноудаляемый лак следует удалять легким шлифованием тонким порошком карборунда на ватном тампоне, смоченном в растворителе или волокнистым шлифующим тампоном, после чего следует промыть растворителем.

20.4 Пропустить развертку через каждые три сопла в крышке, чтобы убедиться, что они чистые. (**Предостережение** – Использование развертки диаметром больше 2 мм может расширить сопла. Это может привести к неправильному результату по потерям из-за увеличения потока воздуха).

20.5 Пропустить шарик от подшипника через экстракционную трубку, чтобы убедиться, что она очищена от загрязняющих веществ.

20.6 После 30 мин периода стабилизации, откалибровать прибор, измеряющий температуру, в соответствии с инструкциями производителя.

20.7 Откалибровать устройство, измеряющее вакуум, в соответствии с инструкциями производителя.

20.8 Взвесить пустую манжету без крышки с точностью до 0,01 г.

20.9 Отвесить в тарированный тигель $65,0 \pm 0,1$ г эталонной жидкости с точностью до 0,01 г. Это масса называется M_1 .

20.10 Завинтить крышку с помощью зажима и гаечного ключа. Во время этой фазы убедиться, чтобы образец не разбрызгивался на внешней части крышки. Если это произошло, даже только один раз, испытание необходимо повторить, начиная с п. 20.3.

20.11 Подсоединить датчик температуры образца к прибору.

20.12 Нажать на стопорную рукоятку, расположенную спереди нагревательного блока. Поместить тигель в нагревательный блок. Вращать тигель, защищая фланец под головками винта. Отрегулировать конечное положение экстракционной трубки так, чтобы она находилась впереди плеча стеклянной вилкообразной детали, и отпустить стопорную рукоятку.

20.13 Подсоединить экстракционную трубку к плечу стеклянной вилкообразной детали и закрепить соединение зажимом. Убедиться, что экстракционная трубка из нержавеющей стали, вилка разъема и правое плечо вилкообразной детали выравнены надлежащим образом.

20.14 Начать испытание нажатием кнопки ON на центральном процессоре. В стандартной конфигурации активируется принтер. Если нет, то обратиться к инструкции по эксплуатации для активизации печатания в реальном времени кривых температуры и вакуума образца.

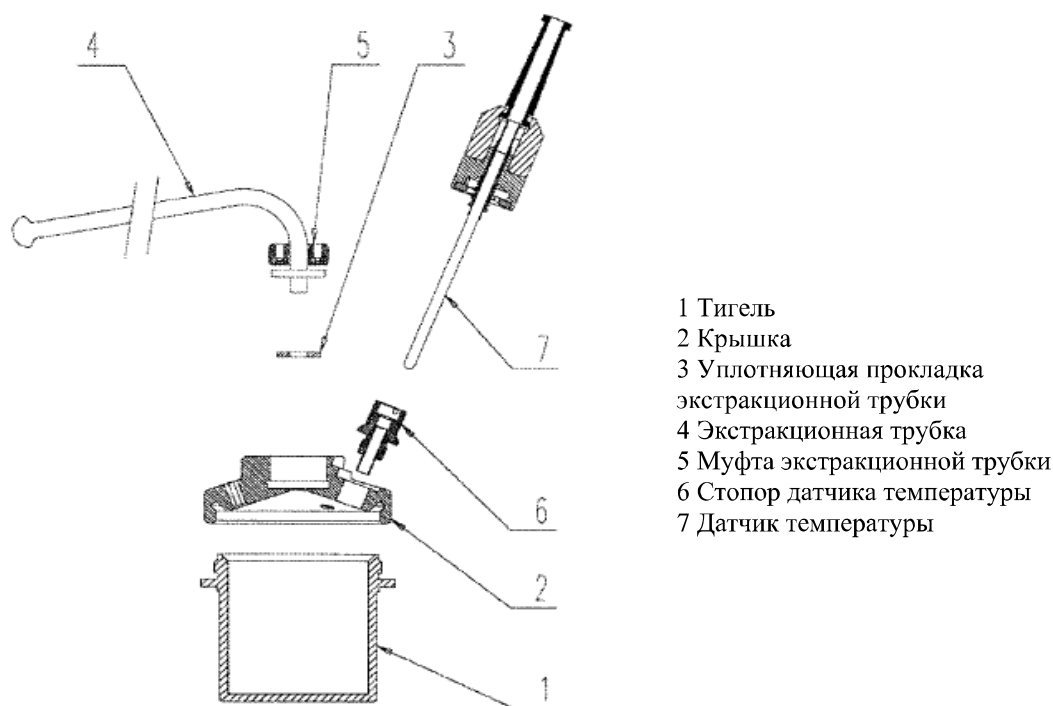


Рисунок 7 - Тигель с датчиком температуры

20.15 Когда подается звуковой аварийный сигнал о последних трех минутах испытания, остановить звуковой аварийный сигнал нажатием кнопки OFF. Встать перед оборудованием и приготовиться отсоединить экстракционную трубку.

20.16 После 60 мин испытание автоматически останавливается, и звучит сигнал об окончании испытания. Снять датчик температуры образца. Отсоединить экстракционную трубку в течение, максимум, 15 с. Опустить стопорную рукоятку. Убрать тигель. Остановить звуковой аварийный сигнал нажатием кнопки OFF.

20.17 Поставить тигель в холодную водяную ванну на минимальную глубину 30 мм.

20.18 Проверить печатный отчет, чтобы убедиться, что температура образца и начерченные кривые вакуума остались в указанных пределах. Если один из графиков выходит за установленные пределы, проверить, чтобы аппарат соответствовал инструкции производителя и, чтобы соблюдалась процедура. После этих проверок повторить испытание, начиная с 20.2.

20.19 После 30 мин, вынуть тигель из водяной ванны, высушить снаружи и аккуратно убрать крышку. Этот этап очень важен. Убедиться, чтобы образец не контактировал с внутренней стороной крышки.

ПРИМЕЧАНИЕ 11 Очень важно, чтобы во время обращения с тиглем, в начале и в конце испытания, чтобы образец в нем не разбрызгивался на внутреннюю поверхность крышки. Если это происходит, то приводит к большим потерям и необходимости повторения испытания.

20.20 Повторно взвесить тигель без крышки с точностью до 0,01 г.

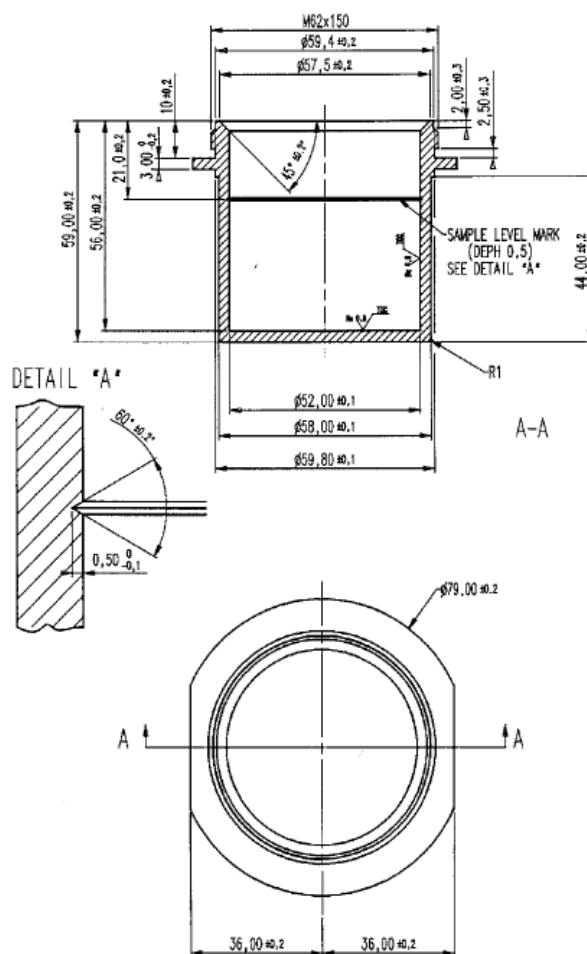


Рисунок 8 - Тигель Ноака (Деталь 1 Рисунок 7)

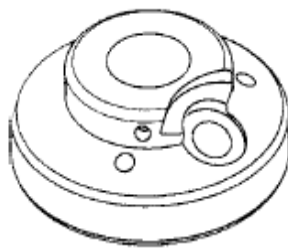


Рисунок 9 - Крышка тигля (Деталь 2 Рисунок 7)

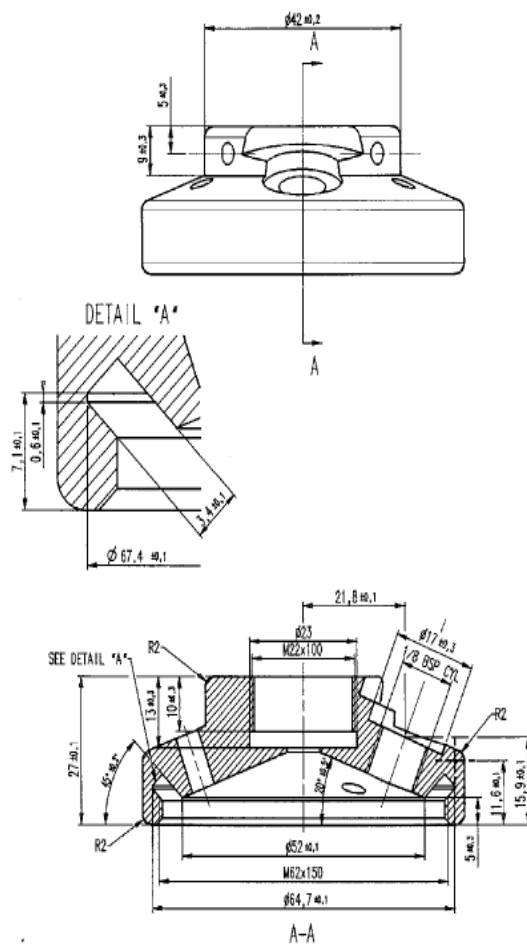


Рисунок 9 - Крышка тигля (продолжение)

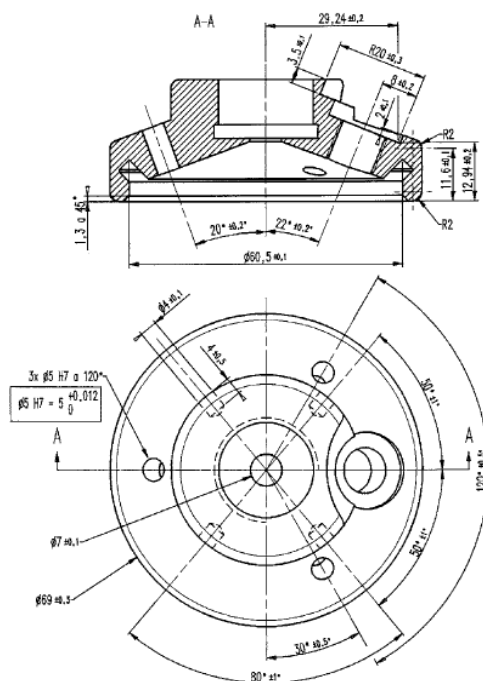


Рисунок 9 - Крышка тигля (продолжение)

20.21 Рассчитать массу M_2 вычитанием массы пустого тигля из массы, измеренной в п. 20.19.

20.22 Рассчитать с точностью до 0,1 % М/М потери от испарения эталонной жидкости, используя следующее уравнение:

$$[(M_1 - M_2)/M_1] \times 100, \quad (4)$$

Где,

M_1 - масса образца до испытания, и

M_2 - масса образца после испытания при 245,2°C

20.23 Сравнить результат, полученный относительно значения, заданного для эталонной жидкости. Если результат находится в рамках установленных пределов, приступить к Разделу 21.

20.24 Если результат не входит в установленные пределы, проверить, чтобы аппарат соответствовал инструкции производителя и, чтобы соблюдалась процедура.

20.25 Перепроверить потери от испарения эталонного масла. Для этого нужно продолжить как описано в 20.2

21 Процедура

21.1 Отвесить в тарированный тигель $65 \pm 0,1$ г представительного образца с точностью до 0,01 г.

ПРИМЕЧАНИЕ 12 Образец соответствует Методике D 4057 или Методике D 4177.

21.2 Продолжить, как описано в 20.3 - 20.20.

21.3 Рассчитать с точностью до 0,1 % М/М потери от испарения образца с помощью Уравнения 4.

22 Расчет

22.1 Потери от испарения получают из разницы в весе до и после испытания. Образец нагревают в соответствии с профилем температуры, записанном в образце, когда он испытывался с прибором сплава Вуда (1 ч при 250°C) с автоматической корректировкой продолжительности испытания. Автоматическая корректировка продолжительности испытания используется для того, чтобы можно было начать испытание с нагревательного блока при комнатной температуре или при высокой температуре при проведении нескольких испытаний без фазы охлаждения. Проверка данных условий может быть выполнена с помощью печатного отчета. Рассчитать потери от испарения с помощью следующего уравнения:

$$[(M_1 - M_2)/M_1] \times 100, \quad (5)$$

Где,

M_1 - $B - A$,

M_2 - $C - A$,

A - вес пустого тигля,

B - вес тигля с образцом,

C - вес тигля с образцом после испытания.

22.2 В зависимости от типа испытуемого образца, наблюдались некоторые различия в результатах, определенных с использованием Процедур А и В. Результат испытания, полученный с помощью одной из процедур может быть превращен в оцененный результат на основе другой процедуры следующим образом:

$$\text{Значение по процедуре В Ноака} = 1,030 \times \text{Значение по процедуре А Ноака} \quad (6)$$

22.2.1 Следующие отношения основаны на результатах испытания межлабораторного контроля по машинным маслам с испаряемостью в пределах от 10,5 до 21,5% Ноака:

$$\text{Значение по процедуре А Ноака} = 0,970 \times \text{Значение по процедуре В Ноака} \quad (7)$$

95 % доверительные пределы для коэффициента регрессии в Уравнении 6 составляют 1,021-1,033; 95 % доверительные пределы для коэффициента регрессии в Уравнении 7 составляют 0,968-0,980.

22.2.2 Следующие отношения основаны на результатах испытания межлабораторного контроля по базовым компонентам с испарениями в пределах от 4 до 25% Ноака:

$$\text{Значение по процедуре В Ноака} = 0,962 \times \text{Значение по процедуре А Ноака} \quad (8)$$

$$\text{Значение по процедуре А Ноака} = 1,039 \times \text{Значение по процедуре В Ноака} \quad (9)$$

95 % доверительные пределы для коэффициента регрессии в Уравнении 8 составляют 0,950 – 0,959; 95 % доверительные пределы для коэффициента регрессии в Уравнении 9 составляют 0,968 – 0,980.

ПРИМЕЧАНИЕ 13 Результаты испытаний по методу Ноака не должны округляться до использования коэффициента умножения, данного в Уравнениях 6-9.

23 Отчет

23.1 Записать следующую информацию:

23.1.1 С точностью до 0,1 % М/М в виде потерь от испарения (Метод испытаний D 5800, Процедура В).

23.2 Преобразование значений из D 5800 А или D 5800 В в другие:

23.2.1 Только если известна природа испытательного образца, другими словами, является ли он базовым компонентом или машинным маслом, потери от испарения, вычисленные в 22.2.1 на основе либо Процедуры А или Процедуры В, могут быть преобразованы в равнозначный результат на основе другой процедуры. Соответствующая формула из вышеуказанных формул должна выбираться и применяться в соответствии с типом испытуемого образца (машинного масла или базового компонента).

23.3 Запротоколировать преобразованный результат из Процедуры А в Процедуру В, или из Процедуры В в Процедуру А с точностью до 0,1 % в виде потерь от испарения испытательного образца при преобразовании из исходной процедуры в рассчитанную основную процедуру.

23.4 Если неизвестно, что природа испытательного образца представляет собой либо базовый компонент либо машинное масло, то результаты испытания, с использованием D 5800 В, должны устанавливаться, как обрабатываемые согласно D 5800 В и значение процента испарения, полученное таким образом, будет нуждаться в дополнительной информации относительно природы (свойств) испытательного образца для расчетов, проводимых для выведения стандартного значения с помощью D 5800 А.

23.4.1 Преобразованные результаты должны протоколироваться относительно D 5800 А (преобразованные из результатов, полученных согласно D 5800 В) или относительно D 5800 В (преобразованные из результатов, полученных D 5800 А).

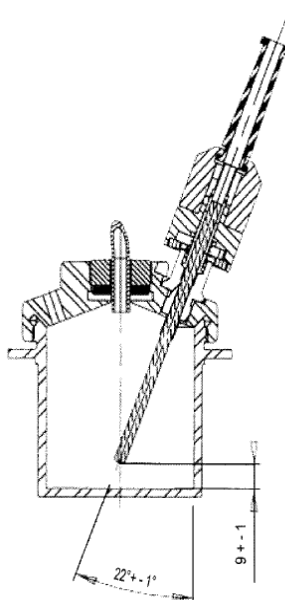


Рисунок 10 - Положение датчика температуры образца

24 Точность и погрешность

ПРИМЕЧАНИЕ 14 Оборудование, доступное из ISL, BP 40, 14790 VERNON-France использовалось для разработки положения по точности для Процедуры В.⁵

24.1 Чтобы оценить точность Процедуры В, результаты испытаний, полученные из межлабораторного исследования анализировались, следуя Методике D 6300.

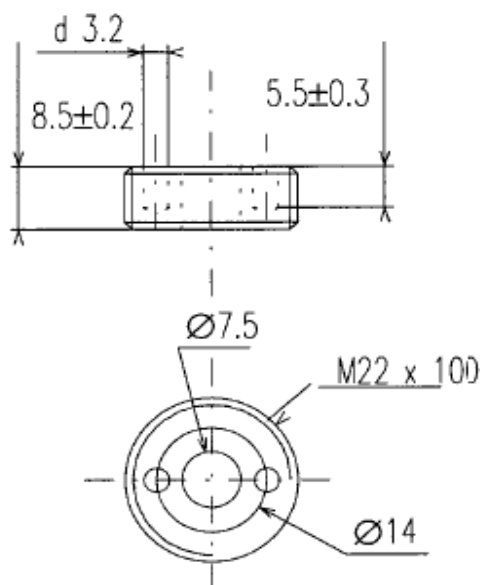
24.2 Межлабораторное исследование включило в себя 8 масел, два базовых масла и шесть обработанных масел, прошедших испытание в двенадцати лабораториях.



**Рисунок 11 - Экстракционная трубка (нержавеющая сталь)
с прокладкой (Детали 3 и 4 Рисунка 7)**

24.3 Точность настоящего метода испытания, как определено статистическим исследованием результатов испытаний межлабораторного исследования, следующая:

24.3.1 *Повторяемость* – разница между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором с помощью того и того же оборудования в постоянных рабочих условиях на идентичных испытательных материалах, в конечном итоге, будет превышать следующее значение только в одном случае из двадцати.



**Рисунок 12 - Гайка экстракционной трубки (нержавеющая сталь)
(Деталь 5 Рисунка 7)**

$$\text{Повторяемость} = 0,095X^{0,5} \quad (10)$$

Где,
X - среднее двух рассматриваемых определений.

24.3.2 *Воспроизводимость* – разница между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичных испытательных материалах, в конечном итоге, будет превышать следующие значения только в одном случае из двадцати.

$$\text{Воспроизводимость} = 0,26X^{0,5}, \quad (11)$$

Где,

X - среднее двух рассматриваемых определений

24.4 Погрешность.

Так как нет общепринятых эталонов для определения погрешности для данной процедуры, нет никакого положения относительно погрешности.

ПРОЦЕДУРА С - Определение испаряемости методом Селби-Ноака

25 Оборудование¹

25.1 Прибор Селби-Ноака, (см. Рисунке 13), включая стеклянную посуду и другие части:

25.1.1 Основание колбы для реакции, допускающее быстрое нагревание образца до температуры испытания 250 °С.

25.1.2 Верхняя часть реакционной колбы.

25.1.3 Коалесцирующий фильтр.

25.1.4 Фильтр насоса.

25.1.5 Дроссельная трубка.

25.1.6 Дроссельная крышка, ряда увеличивающихся размеров.

25.1.7 Кожух термopары

25.1.8 Магнитная мешалка.

25.1.9 Термopара.

25.1.10 Измерительная рейка, известной длины.

25.1.11 Уплотнительные кольца из витона.

25.1.12 Патроны коалесцирующего фильтра.

25.1.13 Патроны фильтра насоса.

25.2 Весы, допускающие взвешивание, по меньшей мере, 300 г с точностью до 0,01 г.

25.3 Лабораторный стакан, 600 мл.

25.4 Пробковое кольцо, способное удерживать колбу для сбора во время взвешивания.

25.5 Цифровой таймер.

25.6 Конический стеклянный адаптер.

26 Реагенты и материалы

26.1 Очищающий растворитель, такой как VarCleen, способный удалять лак со стеклянной посуды.

¹ Единственным источником поставки оборудования, известным комитету в настоящее время, является Tappas Co., 4800 James Savage Rd., Midland, MI 48642. Если вы располагаете сведениями о других поставщиках, сообщите данную информацию Международному штабу ASTM. Ваши комментарии будут рассмотрены на совещании ответственного технического комитета, который вы можете посетить.

26.2 Углеводородный растворитель, такой как гексан.

26.3 Средняя величина испаряемости эталонного масла.

26.4 Высокая испаряемость эталонного масла.

26.5 Масло насоса, подходящее для вакуумного насоса, установленного в приборе.

27 Подготовка оборудования

27.1 Поместить прибор на лабораторный стол, если это возможно (а не в вытяжной шкаф), с целью обеспечения минимума колебания атмосферного давления. Прodelать выпускное отверстие вакуумного насоса, предусмотренное на задней стороне прибора металлической или пластиковой трубкой, ведущей к соответствующему отводу выкидной трубы. Помещен ли прибор на стол или в вытяжной шкаф, убедиться, что встроенная дверка прибора (которая служит и в качестве регулятора тяги, и в качестве ограждения) плотно закрыта и защелкнута для всех калибровок и испытаний, как показано на Рисунке 13.

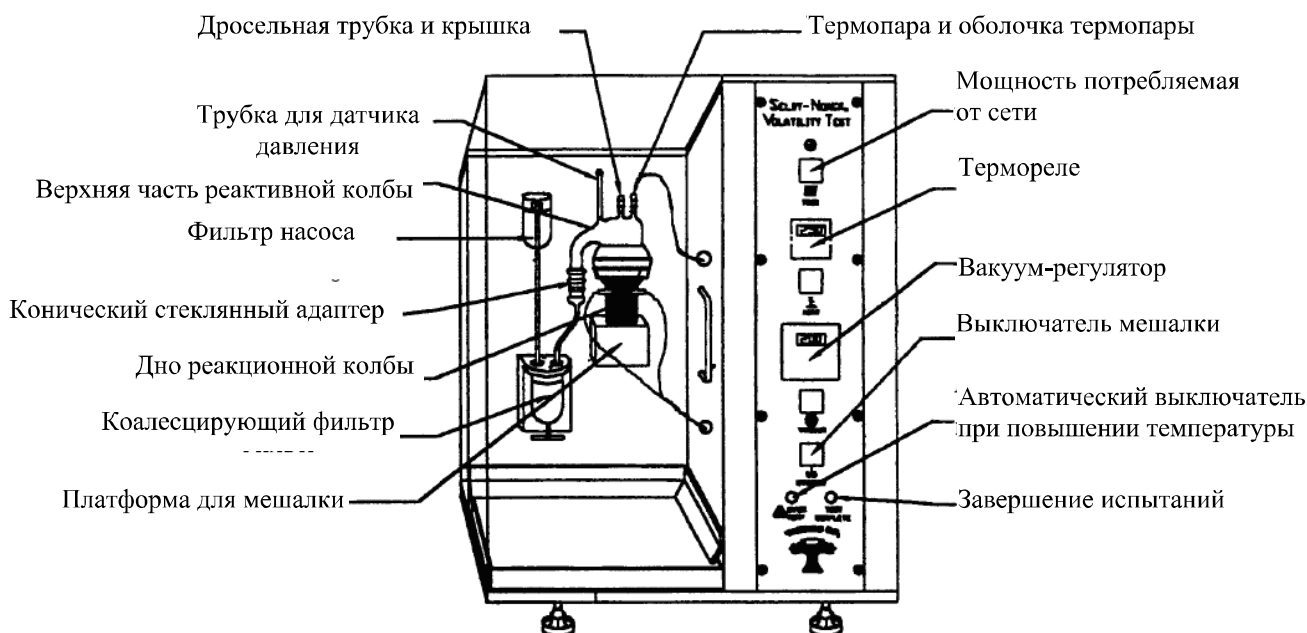


Рисунок 13 - Испытательное оборудование Селби-Ноака

27.2 Установить высоту выходного отверстия дроссельной трубки на 11,4 см над внутренним дном реакционной колбы.

27.2.1 Измерить длину измерительной рейки и длину дроссельной трубки (без крышки) в сантиметрах.

27.2.2 Прибавить измеренную длину дроссельной трубки без крышки к 11,4 см.

27.2.3 Использовать значение, полученное в 27.2.2 для установления длины измерительной рейки прикреплением муфты на этой высоте. Это даст желаемое значение от нижнего края измерительной рейки до нижней части муфты.

27.2.4 Направить заостренную пластиковую деталь на дроссельную трубку относительно верхней части участка с резьбой и убедиться, что дроссельная крышка удалена.

27.2.5 На время собрать нижнюю и верхнюю части реактора и разместить дроссельную трубку в нужное положение.

27.2.6 Вставить измерительную рейку через дроссельную трубку. Когда нижний конец рейки коснется дна реактора, нижняя поверхность муфты должна быть выше верхнего конца дроссельной трубки.

27.2.7 Установить заостренную пластиковую деталь на дроссельном отверстии, чтобы достичь легкого контакта между верхним концом дроссельной трубки и нижней поверхностью муфты на мерной рейке, чтобы установить соответствующую позицию.

27.3 Вставить два соединителя термопары в розетку термопары на корпусе.

27.4 Вставьте греющий кабель в нагревательное соединение на кожухе.

27.5 Убедиться, что внутренняя часть дна реактора чистая (см. 30.5) и другая стеклянная посуда, металлические детали и трубки не содержат какой-либо осадок масла.

27.6 Если требуется сбор испаряемого масла, прочистить коалесцирующий фильтр углеводородным растворителем, высушить и установить новый фильтрующий патрон.

27.7 Включить главный переключатель питания, находящийся на передней панели.

27.8 До начала работы прибора закройте защитную дверцу.

28 Калибровка

28.1 Откалибровать термопару при 100 °C или выше относительно сертифицированного термометра или другого стандартного прибора измерения температуры и, при необходимости, отрегулировать калибровочный отвод на термореле согласно инструкциям производителя.

28.2 Предварительно нагреть дно (основание) реакционной колбы, помещая чистую колбу (без магнитной мешалки внутри) на платформу реакционной колбы. Поместить термопару внутри колбы и убедиться, чтобы кончик плотно касался внутренней стенки. Установить термореле на 100 °C и включить переключатель нагревателя. Когда температура достигнет 100 °C, установить таймер на 5 мин.

28.3 По истечении 5 минут, выключить переключатель нагревателя и подождать пока колба остынет до ниже 50 °C. После охлаждения проверить сухой вес основания реакционной колбы по отношению к весу предыдущих взвешиваний.

ПРИМЕЧАНИЕ 15 Последовательные взвешивания должны быть умеренно постоянными (т.е. в пределах $\pm 0,02$ г), хотя вес будет уменьшаться обычным образом по истечении дней и месяцев использования. Любое внезапное увеличение в весе или беспорядочная флуктуация указывают на то, что внешнее изолирующее покрытие основания реакционной колбы загрязнено и колбу необходимо повторно прокалить в соответствии с 28.2 до тех пор, пока не будет восстановлен постоянный вес.

28.4 Взвесить колбу с палочкой для перемешивания и записать значение с точностью до 0,01 г.

28.5 Налить $65 \pm 0,02$ г эталонного масла в реакционную колбу. Зарегистрировать массу масла с точностью до 0,01 г.

28.6 Вставить дроссельную крышку соответствующего размера в дроссельную трубку, удостоверившись, что существует хорошая герметизация. Вставить дроссельную трубку (с дроссельной крышкой) в центральное стеклянное коническое соединение на верхней части реакционной колбы и удостовериться, что она как следует закреплена.

28.7 Вставить кожух термопары, без термопары, в соединение термопары на верхней части реакционной колбы со сгибом, повернутым в сторону от стеклянного бокового плеча.

28.8 Соединить верхнюю часть и основание реакционной колбы и вставить сборку в подготовленный зажим для колбы.

28.9 Поднять платформу мешалки, чтобы обеспечить устойчивость основанию реакционной колбы.

28.10 Если требуется сбор летучих веществ, взвесить сборку чистого коалесцирующего фильтра, включая фильтрующий патрон и зарегистрировать результаты с точностью до 0,01 г.

28.11 Закрепить к держателю указатель в направлении воздушного потока (относительно вакуумного насоса).

28.12 Подсоединить впускную трубку коалесцирующего устройства к безизоляционному концу конического стеклянного адаптера (который далее будет подсоединен к боковому плечу верхней части реакционной колбы).

28.13 Подсоединить трубку к стороне впуска коалесцирующего фильтра и подсоединить конический стеклянный адаптер к боковому плечу верхней части реакционной колбы и закрепить стеклянным зажимом.

28.14 Подсоединить вакуумный шланг из фильтра насоса (над коалесцирующим фильтром) к выпускному соединению на коалесцирующем фильтре.

28.15 Подсоединить шланг от датчика давления к безизоляционному соединению на верхней части реакционной колбы рядом с боковым плечом. После выполнения подсоединений, проверить, чтобы верхняя часть реакционной колбы была горизонтальна основанию реакционной колбы и, чтобы уплотнительное кольцо между ними находилось в соответствующем положении.

28.16 Осторожно ввести термопару в кожух термопары таким образом, чтобы пластмассовая трубка закрывала стык между термопарой и кожухом термопары. Это не приведет к утечкам.

28.17 Удостовериться, чтобы термопара контактировала со стенкой. Это можно увидеть, смотря вниз через верхнюю часть реакционной колбы. Важно, чтобы термопара касалась внутренней стенки реакционной колбы, как минимум на 0,5 дюймов (12,7 мм) ниже поверхности масла для получения соответствующих результатов.

28.18 С помощью вакуумного управляющего выключателя Открыть/Заккрыть, установленного в положении середина или Поток, включить выключатель On/Off на верхней панели.

28.19 Нажать на выключатель Множитель/Поток/Заданное значение измерительного прибора, используя круговую шкалу заданного значения, отрегулировать вакуум до 2,00 см (20 мм) воды на показателях счетчика. При показании 2,00 отпустить выключатель Множитель/Поток/Заданное значение измерительного прибора.

28.20 Сильно нажать одним пальцем поверх отверстия в дроссельной крышке и переключить вакуумный управляющий выключатель Открыть/Заккрыть на закрытую позицию. Показания вакуума должны увеличиваться до устойчивого значения (оно должно быть ниже 19,00 см воды). Как только оно установится, продолжая удерживать палец на месте, выключить вакуумный насос и проверить вакуум, чтобы понаблюдать насколько хорошо он удерживает вакуум. Убрать палец с крышки и снова проверить вакуум; он должен быстро упасть до нулевого показателя.

28.21 Если обнаружена утечка, перепроверить все стеклянные фитинги, дроссельную трубку и кожух термопары на надлежащее крепление. Повторить этап 28.20. Если нет утечки, то перейти к 28.22.

ПРИМЕЧАНИЕ 16 Вакуумная консистентная смазка высокой температуры может использоваться для герметизации утечек, при необходимости. Вакуумная консистентная смазка не должна использоваться на компонентах, которые взвешиваются во время процедуры испытания.

28.22 С уже включенным вакуумным выключателем, и регулированием 2,00 см воды, включить мешалку. Визуально контролировать перемешивание.

28.23 Установить термореле на 250 °С и включить выключатель нагревателя. Автоматический таймер активизируется при включении переключателя нагревателя. Таймер отключит нагреватель, вакуум и двигатель мешалки через 1 ч.

28.24 Установке дают остыть до температуры, безопасной для обработки (приблизительно 20 мин). Пока она горячая, для обращения с ней можно использовать перчатки.

28.25 Взвесить испаренное масло (при необходимости).

28.25.1 Отделить трубку от сборки коалесцирующего фильтра и отделить сборку от держателя.

28.25.2 Взвесить всю сборку коалесцирующего фильтра и зарегистрировать результаты с точностью до 0,01 г. Вычесть вес предыдущей сухой сборки из 28.10 для получения веса испаренного масла.

28.25.3 Сохранить испаренное масло, при необходимости, закачиванием через сливной кран в основание корпуса коалесцирующего фильтра.

28.26 Убрать трубку датчика давления и термопару, а затем удалить верхнюю часть реакционной колбы. Дроссельная трубка и кожух термопары могут оставаться в том же положении во время очистки и повторной сборки. (Если масло прилипает к концу кожуха, коснуться им боковой стенки основания реактора, чтобы вернуть его в реакционную колбу).

28.27 Взвесить и зарегистрировать основание реакционной колбы плюс оставшееся остаточное масло с точностью до 0,01 г и либо выбросить, либо сохранить остаточное масло для дальнейшего анализа.

28.28 Очистить всю стеклянную посуду и металлические детали, как описано в 30.1 - 30.7.

28.29 Вычислить процент потерь испаряемости эталонной жидкости с точностью до 0,1 % (см. Раздел 31).

28.30 Сравнить результат с данным значением эталонной жидкости. Если результаты находятся в рамках пределов, перейти к процедуре отбора проб.

28.31 Если результат не находится в пределах эталонной жидкости, проверить соблюдение всей процедуры, а также герметичность установки оборудования. Проверить калибровку термореле и датчика давления.

ПРИМЕЧАНИЕ 17 Процедуры по калибровке термореле и датчика давления можно найти в руководстве по эксплуатации для проведения испытания на летучесть методом Селби-Ноака.

28.32 Если нет ошибок в установке или, если указана процедура, перейти к изменению размера дроссельной крышки. Размер должен меняться с шагом 0,001, чтобы каждое изменение соответствовало напрямую связанному изменению, составляющему 0,3 % потерь от испарения. Выбранное дроссельное отверстие должно быть наименьшего размера, дающего точные результаты. Повторить испытание на эталонной жидкости после внесения каких-либо изменений.

ПРИМЕЧАНИЕ 18 При использовании новой стеклянной посуды или, если размер дроссельного отверстия неизвестен, начать с дроссельного отверстия 0,084 и увеличивать, пока не будет достигнут хороший результат.

28.33 Если проблемы остаются, следует связаться с производителем прибора.

29 Процедура отбора проб

29.1 Выполнить этапы 28.4 - 28.28, заменяя испытательный образец на эталонную жидкость.

29.2 Рассчитать процент потерь от испарений опытного образца с точностью до 0,1%.

29.3 Собрать испаренное масло (при желании для будущего анализа) с коалесцирующего фильтра путем помещения маленького контейнера под спускной кран фильтра и открывая его, чтобы выпустить масло.

ПРИМЕЧАНИЕ 20 Рекомендуется, чтобы эталонная жидкость испытывалась для подтверждения калибровки в начале каждой серии испытаний проб и в начале дня черед день непрерывного испытания. Если испытание не проводится на ежедневной основе, испытывать эталонную жидкость в начале каждого дня испытания. Если процент потерь от испарения эталонной жидкости не находится в пределах ограничений, до начала испытаний проб проверить прибор на точность работы или повторно откалибровать и то, и другое.

30 Очистка

30.1 Очистить всю стеклянную посуду и металлические детали, за исключением основания реакционной колбы, соответствующим углеводородным растворителем (например, гексаном, гептаном, циклогексаном).

30.2 Если коалесцирующий фильтр используется для сбора испаренного масла, он может быть очищен во время разборки. Отвинтить чашку для сбора, удалить фильтрующий элемент и очистить соответствующим углеводородным растворителем (например, гексаном, гептаном, циклогексаном). При повторной сборке фильтрующий элемент может быть заменен на новый чистый фильтрующий элемент. Фильтр может быть также удален из держателя, при необходимости, для очистки.

30.3 Чтобы предотвратить соприкосновение масла с внешней поверхностью основания реакционной колбы, перевернуть внешний край основания реакционной колбы чистым полотенцем и быстро вылить содержимое в лабораторный стакан, чтобы захватить стержень мешалки. Продолжая удерживать колбу перевернутой, удалить полотенце, вытереть края насухо и затем осторожно ополоснуть внутреннюю часть колбы углеводородным растворителем. Когда установка чистая, протереть ее насухо другим полотенцем.

ПРИМЕЧАНИЕ 20 Если изоляционное покрытие основания реакционной колбы загрязнится, соблюдать инструкции из Примечания 15.

30.4 Если масло пролилось на наружную часть изоляционного материала основания реакционной колбы, сразу же смыть масло соответствующим углеводородным растворителем. Соблюдать осторожность, чтобы не разлить масло на другие участки изоляционного материала. Когда все масло будет удалено, высушить основание реакционной колбы источником воздуха. Перед тем как продолжить процедуру испытания колба должна быть полностью высушена при комнатной температуре.

30.5 Поместить 10 мл лака в основание реакционной колбы. Вставить чистое бумажное полотенце в растворитель и тщательно протереть колбу внутри, удаляя лак, который может присутствовать на стенках. Осторожно промыть горячей водой и высушить.

30.6 Если на других стеклянных частях образуется лаковая пленка, очистить их согласно той же процедуре, которая указана в 30.5 или вставить части в раствор,

разбавленный наполовину водой или концентрированный раствор для снятия лака на всю ночь.

30.7 Очистить конец термопары с помощью полотенца, смоченного в растворе для снятия лака. Протереть полотенцем, смоченным в горячей воде, и просушить, чтобы удалить оставшейся очищающий раствор.

31 Расчет

31.1 Процент испаряемости определяется потерей массы, которая определяется вычитанием объединенного веса основания колбы и масла после испытания (см. 28.27) из их объединенного веса до испытания (см 28.4 и 28.5).

ПРИМЕЧАНИЕ 21 Процент испаряемости получают путем деления потери массы реакционной колбы на точную массу испытательной пробы масла, зарегистрированной ранее: так, если вес пробы масла равен 65.1 г, а вес потерь масла равен 10.2 г, тогда $(10.2 \text{ г} / 65.1 \text{ г}) \times 100 = 15.67 \%$.

31.2 Массу собранных летучих веществ получают вычитанием веса сборки коалесцирующего фильтра до испытания (см. 28.10) из его веса в конце испытания (см. 28.26).

ПРИМЕЧАНИЕ 22 Процент собранных летучих веществ получается путем деления массы собранных летучих веществ, т.е. если вес сборки пустого коалесцирующего фильтра составляет 163,2 г, а вес сборки фильтра после выпаривания получился 9,8 г и, если вес потерь, показанный в 31.1, составляет 10.2 г, то собрано летучих веществ $(9,8 \text{ г} / 10,2 \text{ г}) \times 100 = 96,08 \%$.

32 Протокол испытаний

32.1 Запротоколировать потери от испарения с точностью до 0,1 %.

32.2 Ограниченное количество имеющихся в наличии данных показывает, что Процедуры А и С дают схожие результаты для составных машинных масел. Тем не менее, в наличии нет сравнительных данных для базовых компонентов. Для количественного анализа соотношения необходима дальнейшая работа.

33 Точность

ПРИМЕЧАНИЕ 23 Оборудование, перечисленное в отчёте о научно-исследовательской работе,⁵ использовалось для разработки положения по точности. Это не является подтверждением или сертификацией Международной организации ASTM.

33.1 Межлабораторное исследование включало шесть испытательных масел, испытываемых на восьми приборах восемью разными операторами. Образцами, измеренными в данном исследовании, являлись машинные масла, охватывающие диапазон потерь от 11,84 % до 20,18 %.

33.2 *Повторяемость* — разница между последовательными результатами, полученными одним и тем же оператором, с помощью одного и того же оборудования при постоянных рабочих условиях на идентичных испытуемых материалах, в конечном итоге, вероятно, будет, при нормальном и правильном функционировании метода испытания, превышать следующее значение только в одном случае из двадцати:

$$\text{Повторяемость, \% потерь от испарения} = 0,81 \quad (12)$$

33.3 *Воспроизводимость* – разница между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичных испытуемых материалах, вероятно, будет долгое время при нормальном и правильном функционировании метода испытания, превышать следующее значение только в одном случае из двадцати:

$$\text{Воспроизводимость, \% потерь от испарения} = 1,62 \quad (13)$$

34. Контроль качества для Процедур А, В и С

34.1 Процедуры А, В и С требуют подтверждения эксплуатационных качеств оборудования с помощью анализа образца контроля качества (QC).

34.2 До проверки процесса измерения пользователю метода испытаний необходимо определить среднее значение и контрольные пределы образца QC. (См. Методику D 6299 и MNL 7⁷).

34.3 Зарегистрировать результаты QC и проанализировать контрольными картами или другими статистически равнозначными методами для установления статистического контрольного статуса общего процесса испытания. (См. Методику D 6299 и MNL 7⁷). Любые неуправляемые данные должны инициировать исследование основной причины (причин). Результаты данного исследования могут, но не обязательно, привести к повторной калибровке оборудования.

34.4 Частота испытаний QC зависит от демонстрируемой устойчивости процесса испытания, требований покупателей и рекомендаций производителя оборудования. Точность образца QC должна периодически проверяться по точности метода испытания ASTM с целью гарантии качества данных.

34.5 Рекомендуются, чтобы по возможности, тип образца QC, который регулярно испытывается, был представительным для регулярно анализируемых образцов. Следует иметь в наличии необходимые запасы материала для образца QC на установленный период использования, и они должны быть однородными и постоянными при предполагаемых условиях хранения.

35 Ключевые слова

35.1 Потеря смазочных материалов от испарения; испаряемость по методу Ноака; испаряемость смазочных материалов

Приложение А
(информационное)

1 Полезные рекомендации по испаряемости по методу Ноака (Процедуры А и В)

1.1 Быть уверенным в использовании правильной манометрической жидкости для заполнения манометра. Плотность жидкости имеет важное значение и должна относиться к одному из видов, предназначенных для манометра (см. 6.11, Примечание 1). Единицей давления являются миллиметры воды (подразумевается при 1 Г). Не каждый манометр, который дает показания в миллиметрах воды, предназначен для использования с водой в качестве манометрической жидкости. Обращаться к справочнику или производителю по поводу свойств надлежащей манометрической жидкости.

1.2 Убедиться, что емкость манометра наполнена так, чтобы манометр показывал точно нуль без внешнего вакуума или давления. Это следует проверять перед каждой серией испытаний. Испарение может потребовать время от времени пополнения емкости манометра. Также важно, чтобы установка была соответствующим образом выравнена.

1.3 Для наклонных манометров, убедиться, что значения читаются в одном и том же положении, как при 1 мм, так и при 20 мм воды.

1.4 Резиновые трубки, используемые для соединений, следует периодически менять, так как масляный туман может послужить причиной набухания резины после длительного периода службы.

1.5 Необходимо проводить чистку через определенные промежутки времени от нежелательных примесей, налипших на частях системы выпуска, особенно на стеклянных вилкообразных деталях.

1.6 При введении образца наблюдается падение температуры металлической ванны. Проверять, чтобы температура восстанавливалась приблизительно через 3 мин.

1.7 Сильная тяга воздуха или турбулентность вокруг датчика давления или нагретого тигля может неблагоприятно повлиять на достоверность и точность испытания. Не помещать оборудование в сквозняковую зону; тем не менее, выпускаемые пары из испаряемого масла должны вентилироваться во внешний источник.

1.8 Между испытаниями чистить тигель и покрывать тщательно растворителем, и давать ему высохнуть. Удалять трудноудаляемый лак погружением в горячий раствор детергента, легким шлифованием тонким порошком карборунда или тампоном с тонким абразивом.

1.9 Должен быть точно установлен и поддерживаться вакуум, или могут быть значительно изменены значения Ноака. Запустить насос за 30 мин до испытания. Вакуумный насос должен очищаться ежедневно с помощью углеводородного растворителя (обратиться к производителю по поводу смешиваемого растворителя). Ежедневно проводить испытание под давлением; пропустить вакуум пока не стабилизируется давление.

1.10 Также общим источником проблемы является накопление конденсированной жидкости в трубках или в соединениях.

1.11 Эталонное масло СЕС, RL-172, следует анализировать каждый день, когда анализируются образцы. Убедиться, что используется правильный сертификат характеристик правильного эталонного масла. Некоторые поставщики могут не верно обновлять сертификаты характеристик эталонного масла. Обратить внимание, что значения потерь от испарения разные для Процедур А и В.

1.12 Чистота экстракционной трубки, стеклянных и силиконовых систем трубок и форсунки должна обеспечиваться до начала всех испытаний.

СТ РК АСТМ Д 5800-2011

1.13 Должно контролироваться возможное загрязнение стенки термодатчика шлаком или сплавом Вуда. Шлак должен периодически проверяться и удаляться после серии испытаний.

1.14 Проверить все соединения, чтобы убедиться, что до начала испытания, они герметичны. Должна поддерживаться регулировка всех соединений без каких-либо ограничений. Все трубки должны позволять потоку спускаться к вакуумному насосу (без нижней точки).

1.15 Проверять, чтобы пружина держателя датчика температуры работала должным образом, чтобы правильно установить датчик. Датчик температуры следует очищать для удаления лака.

1.16 На автоматических приборах, если до испытания показание давления отличается от нуля, повторно калибруют давление.

1.17 Если экстракционная трубка ослаблена, затянуть ее или проверить прокладку.

1.18 Ванна для сплава Вуда должна быть наполнена и переполнена через край тигля и стенки термодатчика.

1.19 Постоянно во время обращения с тиглем для образца, следует быть внимательным, чтобы не разбрызгать образец для испытаний на крышку тигля, особенно, когда убирают крышку. Использование держателя, установленного на столе, для удержания тигля, может помочь предотвратить разбрызгивание во время работы с тиглем (см. 20.10).

1.19.1 Не перетягивать крышку тигля и не использовать экстракционную трубку в качестве ручки для затягивания или открытия крышки.

1.20 *Расчет времени*

Поместить тигель в ванну, подсоединить вакуум и включить таймер в быстрой последовательности насколько это возможно, почти одновременно.

1.21 Запустить насос до включения секундомера для испытания. Электронное оборудование прибора должно включаться, как минимум, за 30 мин до начала первого испытания, для того, чтобы разогреть вакуумный датчик. Также можно оставить включенной электронику на всю ночь.

1.22 Периодически во время проведения серии испытаний проверять калибровочный термометр относительно зарегистрированной температуры. Цепь электронного оборудования для измерения температуры должна проверяться, по меньшей мере, ежемесячно с помощью модели откалиброванного датчика температуры.

1.23 *Окончание испытания*

Отсоединить вакуум по окончании времени испытания и поместить тигель в охлаждающую ванну на 1 мин.

1.24 Соблюдать осторожность, чтобы не наклонить тигель при обращении с ним во время испытания, особенно в конце испытания.

1.25 Пока тигель не достиг комнатной температуры не следует проводить конечное взвешивание. Не использовать дополнительную силу (например, молоток), чтобы открыть или закрыть тигель.

1.26 В конце испытания, проверить экраны давления и температуры с автоматических приборов, чтобы увидеть, что во время проведения серии испытаний поддерживались надлежащие параметры.

2. Полезные рекомендации по испаряемости по методу Селби-ноака (Процедура С)

2.1 Убедиться, что термопара касается боковой поверхности основания реакционной колбы.

Это можно осуществить, посмотрев вниз через верхнюю часть реакционной колбы при размещении термопары.

2.2 Чтобы уменьшить возможные проблемы относительно потока, убедиться, что шланг от установки к вытяжному шкафу или выходному отверстию нигде не зажат.

2.3 Чтобы избежать утечек, крепко зафиксировать стеклянную посуду, кожух термопары и дроссельную трубку.

2.4 Для получения точных результатов, удостовериться, что испытание проводится до 1 ч (в рамках 15 с).

2.5 По окончании испытания стеклянная посуда с помощью термоперчаток может быть удалена на 20 мин для охлаждения. Это позволяет сразу же начать другую серию испытаний со вторым набором стеклянной посуды.

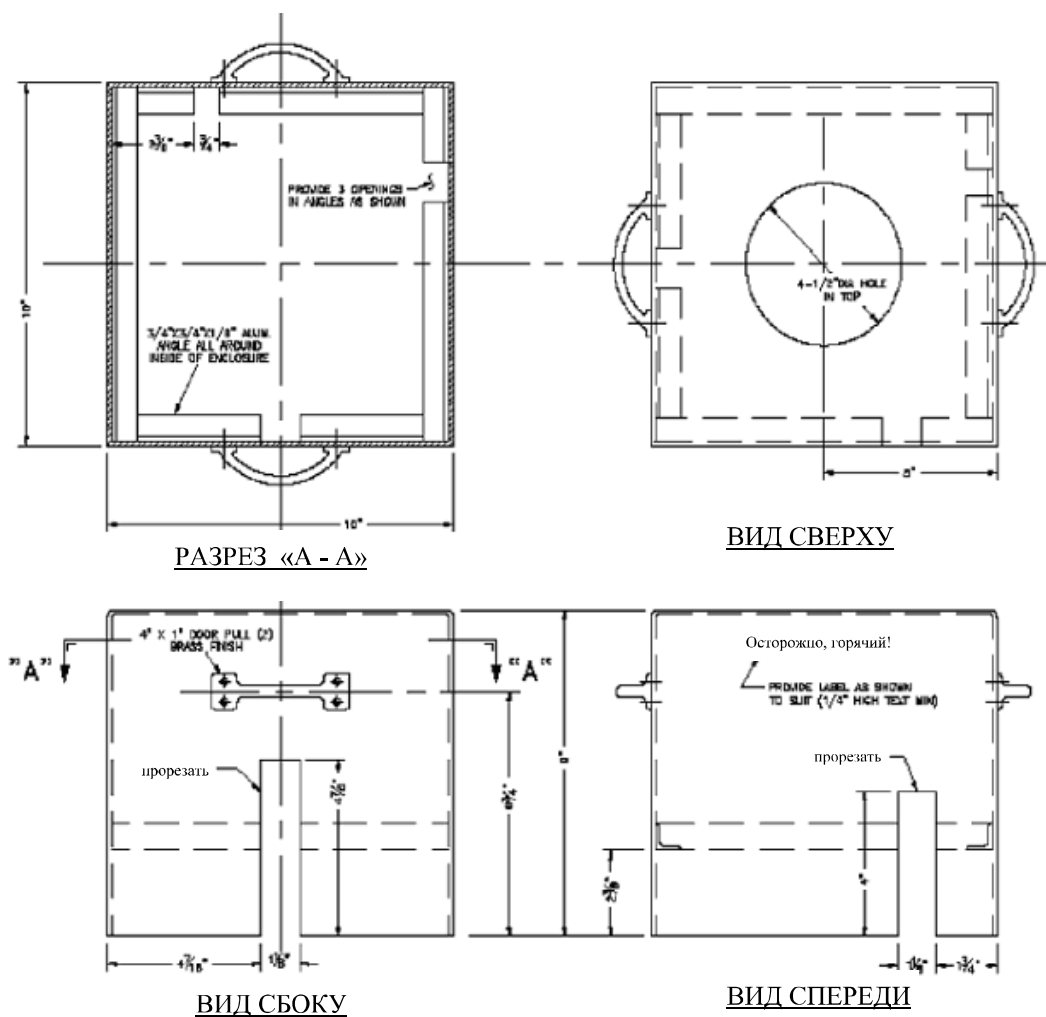
2.6 В качестве альтернативы, могут использоваться два набора верхних и донных колб, каждые со своими собственными дроссельными трубками и крышками.

3 Дефлектор тяги воздуха для оборудования Ноака, используемых в Процедурах А и В

3.1 Важно иметь бессквозняковую среду для работы с прибором Ноака в лаборатории. Вспомогательные устройства, показанные на рис. 3.1, предназначены обеспечивать безопасность, так же как и бессквозняковую среду с целью использования прибора в вытяжном шкафу. Прибор изолируется с помощью металлической коробки, что значительно уменьшает воздушный поток вокруг образца и допускает достаточный теплообмен при проведении испытаний.

3.2 Вспомогательные устройства для приборов, используемых в процедурах А и В могут быть изготовлены из 14 GA листового алюминия в виде коробки, прикрепленной к верхней части нагревательного блока, чья длина и ширина немного больше, чем размеры верхней части нагревательного блока. Коробка имеет окна с боков для прохода наружу выпускных трубок и проводов датчика температуры, а также отверстие в верхней части, чтобы позволить выделение тепла.

3.3 Диаграмма общей формы вспомогательных устройств показана на Рисунке 3.1. Различные модели приборов могут потребовать незначительно отличающихся размеров на практике.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 Изготовленная коробка по размерам, показанным на сборке

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Материал коробки – 14 GA алюминий.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Держатели и 3/4 дюймовые уголки, прикрепленные на коробке.

Рисунок 3.1 - Защитная коробка оборудования

УДК 622.053.6-034(083)

МКС 75.150

Ключевые слова: Потеря смазочных материалов от испарения; испаряемость по методу Ноака; испаряемость смазочных материалов