



中华人民共和国工业和信息化部
石油和化工计量技术规范

JJF（石化）×××-202×

润滑油蒸发损失测定仪（诺亚克法）
校准规范

Calibration Specification for
Evaporation Loss of Lubricating Oil Testers (Noack Method)
（报批稿）

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

润滑油蒸发损失测定仪 (诺亚克法)

JJF（石化）×××-202×

校准规范

Calibration Specification for

Evaporation Loss of Lubricating Oil Testers (Noack Method)

归口单位：中国石油和化学工业联合会

主要起草单位：中国计量科学研究院

山东省计量科学研究院

北京易兴元石化科技有限公司

辽宁省计量科学研究院

参加起草单位：中国石化润滑油有限公司北京研究院

本规范委托全国石油和化工行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

宋小卫（中国计量科学研究院）
郭波（山东省计量科学研究院）
杜彪（北京易兴元石化科技有限公司）
郭小岩（辽宁省计量科学研究院）
孙威（辽宁省计量科学研究院）
陈晓翔（北京易兴元石化科技有限公司）
张森（山东省计量科学研究院）
张正东（中国计量科学研究院）
卢小新（北京易兴元石化科技有限公司）

参加起草人：

李贺然（中国石化润滑油有限公司北京研究院）

目录

引言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 测量标准及其他设备.....	3
7 校准项目和校准方法.....	3
7.1 校准项目.....	3
7.2 校准方法.....	3
8 校准结果.....	5
8.1 校准记录.....	5
8.2 校准证书.....	5
8.3 不确定度.....	5
9 复校时间间隔.....	6
附录 A 校准原始记录.....	7
附录 B 校准证书内页格式.....	9
附录 C 蒸发损失示值误差测量不确定度评定.....	10
附录 D 蒸发损失标准物质.....	12

引言

本规范依据JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》等基础性系列规范进行编制。

本规范主要参考NB/SH/T0059-2010《润滑油蒸发损失的测定诺亚克法》制定。

本规范为首次发布。

润滑油蒸发损失测定仪（诺亚克法）校准规范

1 范围

本规范适用于诺亚克法润滑油蒸发损失的测定标准中 A 法和 B 法润滑油蒸发损失测定仪(诺亚克法)的校准。其他蒸发损失测定仪可参照本规范进行校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和定义

3.1 蒸发损失 evaporation loss

采用诺亚克方法试验时，在有恒定气流抽出的条件下，润滑油试样在坩锅内加热所产生的挥发性油蒸气的质量损失。

3.2 伍德合金 wood metal

以金属铋为基的一类低熔点合金。伍德合金含铅（25%）、铋（50%）、锡（12.5%）、镉（12.5%）。

注：这些金属均有害健康，避免接触皮肤。

4 概述

蒸发损失测定法（诺亚克法）是将一定质量的试样置于蒸发坩锅内，在250℃和恒定气流抽送下，经60min后测定试样的质量损失。润滑油蒸发损失测定方法分为A法和B法两种。

A法与B法测量原理相同，差异仅限于样品的热传递方式不同。A法伍德合金诺亚克蒸发损失测定仪由电加热元件、带盖蒸发坩锅、温度计、接点温度计、玻璃管、玻璃瓶、压力计、真空泵、硅胶管等部件组成，装置示意图如图1所示。

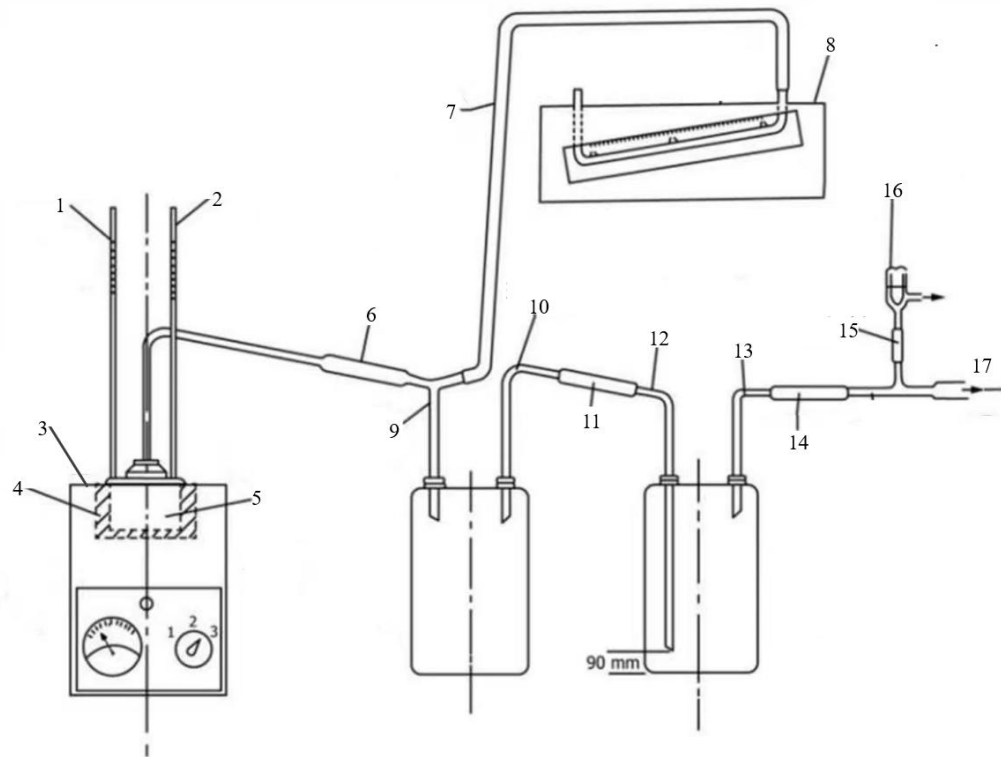


图1 A法伍德合金诺亚克蒸发损失测定仪示意图

注：1-温度计；2-接点温度计；3-电加热元件；4-伍德合金；

5-带盖蒸发坩埚；6,7,11,14,15-硅胶管； 8-压力计；

9-Y型玻璃管；10,12,13,-玻璃弯管；16-排气阀；17-真空泵入口。

B 法采用自动的非伍德合金的诺亚克蒸发损失测定仪。在实验过程中无需使用伍德合金进行金属浴，直接测试样品温度。

5 计量特性

示值误差与示值重复性的技术指标见表1。

表1 蒸发损失测定仪计量特性一览表

序号	项目	技术要求
1	蒸发损失示值误差	不大于 3.0 %
2	蒸发损失重复性	不大于 1.5 %
注：以上各项指标不是用于合格性判别，仅作参考。		

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度条件

(10~35) °C

6.1.2 湿度条件

相对湿度不大于85%。

6.1.3 其他条件

仪器周围不得有明显的震动和其他冷热源影响，并且仪器应安装在避风处。

6.2 测量标准及其他设备

表 2 蒸发损失测定仪校准项目和校准设备测量标准

序号	校准项目	测量标准名称及技术要求
1	蒸发损失示值误差	国家有证标准物质 ($U \leq 1.5\%$, $k=2$)
2	蒸发损失重复性	

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

蒸发损失测定仪的校准项目见表 2。

7.2 校准方法

7.2.1 校准前检查及准备

7.2.1.1 外观检查

仪器应具有名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。

仪器各部件齐全且连接良好，各旋钮及按键应能正常工作，无其他影响使用性能的缺陷。

7.2.1.2 校准前准备

A) 仪器检查

仪器应放在无气流波动的地方，在试验开始前，确保安装的玻璃组件和真空泵清洁，并且所有的连接处是密封的，并彻底清洁和干燥试验用的蒸发坩锅组件，检查蒸发坩锅和盖子上无漆膜，清洁坩锅透气孔及吸气管。

B) 开机准备

在试验前至少30 min打开仪器开关预热。

7.2.2 蒸发损失示值误差

7.2.2.1 蒸发损失测量

首先称量不带盖子的坩锅重量，精确到0.01 g。称取标准物质 $65.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 于坩锅中，精确到0.01 g，此时的质量称为 M_1 。

用蒸发坩锅钳和扳手拧紧坩锅盖，在此过程中，要确保试样不溅到坩锅盖内，一旦发生此情况，需重新清洁坩锅，再次进行试验。

A法蒸发损失测定仪操作步骤：在加热的孔座和两个温度计孔内加入足量的伍德合金或其他与伍德合金有相同作用的物质，使坩锅或温度计放入后，融化的金属充满剩余空间，并快速加热直至伍德合金融化，插入温度计使水银球触及孔底，调整加热体电功率，确保温度保持在 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将坩锅放入加热体的孔座中，确保加热体上两个螺钉下的法兰能克服伍德合金的浮力。将安装好的蒸发坩锅连接到仪器上，并快速（少于5 s）将坩锅的吸气管与Y型玻璃管对接，同时打开泵和秒表，并调节排空阀，确保 $20\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 水柱的压力差。在试验进行 $60\text{ min}\pm 5\text{ s}$ 后，将坩锅从加热体取出，并除去所有附着的合金，并将坩锅放入至少30 mm深度的温水中进行冷却。

B法蒸发损失测定仪操作步骤：将温度传感器连接到仪器上。按下加热器面板上的控制杆，将坩锅放入加热体的孔座中，旋转坩锅，将坩锅的圆形边缘置于螺钉下方，旋紧螺钉，调整吸气管的最终位置，使其正对Y型玻璃管臂，接着放松控制杆。将吸气管连接到Y形玻璃管臂上，连接处用夹具夹住。确保吸气管和Y形玻璃管臂的连接合理。准备就绪后，开始试验。在试验进行60 min后，移开试样的温度传感器，并在15 s内断开吸气管，按压控制杆，移开坩锅。将蒸发坩锅立即放入深度至少30 mm的冷水中。试验过程中，确保试样的温度保持在 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，压力曲线在 $20\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 水柱之内。

冷却30min后，将坩锅从水中取出，擦干外壁，小心地打开坩锅盖，确保试样没有接触坩锅盖内部。重新称量不带坩锅盖的坩锅重量，精确到0.01g，扣除空坩锅重量后，为标准物质试验后的重量，记为 M_2 。蒸发损失 m （质量分数，%）计算公式（1）如下：

$$m = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

M_1 ——试验前的样品质量，g；

M_2 ——试验后的样品质量，g。

按照以上步骤重复测量润滑油蒸发损失，要求测量2次。

7.2.2.2 蒸发损失示值误差

计算2次蒸发损失的算术平均值，按公式（2）计算蒸发损失示值误差 Δm ，结果精确到0.1%（质量分数）。

$$\Delta m = \left| \overline{m} - m_s \right| \quad (2)$$

式中：

\overline{m} ——2次蒸发损失算术平均值，%；

m_s ——蒸发损失标准物质标准值，%。

7.2.3 蒸发损失重复性

按公式（3）计算蒸发损失重复性 δ_m 。

$$\delta_m = m_{max} - m_{min} \quad (3)$$

式中：

m_{max} ——测得蒸发损失最大值，%；

m_{min} ——测得蒸发损失最小值，%。

8 校准结果

8.1 校准记录

校准记录应记录测量数据和计算结果。推荐的校准记录格式见附录A。

8.2 校准证书

经校准的蒸发损失测定仪应出具校准证书，校准结果应反映在校准证书上。校准证书包括的信息应符合JJF1071-2010中5.12的规定，推荐的校准结果格式见附录B。

8.3 不确定度

校准证书应给出相应校准项目的扩展不确定度，计算示例见附录C。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过 12 个月。如果对仪器的检测数据有疑议或仪器更换主要部件及修理后，应对仪器重新校准。

附录 A

润滑油蒸发损失测定仪（诺亚克法）校准原始记录格式

基本信息				
送校单位				
仪器名称				
制造厂		型号		
客户地址		出厂编号		
校准日期		校准地点		
相对湿度/%		环境温度 /℃		
依据技术文件	JJF（石化）xxx-xxxx 润滑油蒸发损失测定仪（诺亚克法）校准规范			
记录编号		证书编号		
校准员		核验员		
校准使用的计量基（标）准装置（含标准物质）/主要仪器				
名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级/最大允许误差	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)
校准前检查				
检查项目	检查结果			
外观检查				
校准方法	□A 法 □B 法			
校准结果				
	第 1 次校准	第 2 次校准		
试验前样品质量 M_1 (g)				
试验后样品质量 M_2 (g)				
加热温度 (℃)				

真空泵压差（mmH ₂ O）		
加热时长（min）		
蒸发损失 m （%）		
平均值（%）		
重复性（%）		
示值误差（%）		
扩展不确定度（%）（ $k=2$ ）		

附录 B

证书内页格式

证书编号					
校准机构授权说明					
依据技术文件	JJF (石化) XXX-XXXX 润滑油蒸发损失测定仪 (诺亚克法) 校准规范				
校准环境条件及地点					
地点					
相对湿度/%		环境温度/℃		其他	
校准使用的计量基 (标) 准装置 (含标准物质) / 主要仪器					
名称	测量范围	不确定度/ 准确度等级/ 最大允许误差	证书编号	证书有效期至	
				(YYYY-MM-DD)	
校准前检查					
检查项目	检查结果				
外观检查					
校准方法	□A 法 □B 法				
校准结果					
	第 1 次校准		第 2 次校准		
蒸发损失 m (%)					
平均值 (%)					
重复性 (%)					
示值误差 (%)					
扩展不确定度 (%) ($k=2$)					

附录 C

蒸发损失示值误差的测量不确定度评定

C.1 校准方法

将蒸发损失（诺亚克法）标准物质的 2 次测量结果的算数平均值与标准物质的标准值进行比较，以两者之差作为蒸发损失的示值误差。

C.2 测量模型

$$\Delta m = \left| \overline{m} - m_s \right| \quad (C.1)$$

式中：

Δm —— 蒸发损失（诺亚克法）的示值误差；

\overline{m} —— 2 次蒸发损失测量结果的平均值；

m_s —— 蒸发损失标准物质的标准值。

C.3 方差和灵敏系数

$$u_c^2(\Delta m) = \left(\frac{\partial \Delta m}{\partial \overline{m}} \right)^2 u^2(\overline{m}) + \left(\frac{\partial \Delta m}{\partial m_s} \right)^2 u^2(m_s) \quad (C.2)$$

$$\text{灵敏系数: } \frac{\partial \Delta m}{\partial \overline{m}} = 1 \quad \frac{\partial \Delta m}{\partial m_s} = -1$$

C.4 不确定度来源分析

C.4.1 蒸发损失标准物质引入的不确定度分量；

C.4.2 仪器的测量方法引入的不确定度分量；

C.4.3 仪器的测量重复性引入的不确定度分量；

C.5 不确定度计算

C.5.1 标准物质引入的不确定度分量 u_1

标准物质证书上可查到标准值的不确定度，以采用蒸发损失（诺亚克法）标准物质 GBW (E) 110119 对仪器校准为例，标准物质蒸发损失标准值为 11.3 %，不确定度为 0.9% ($k=2$)。

$$u_1 = \frac{U}{k} = \frac{0.9\%}{2} = 0.45\%$$

C.5.2 测量方法引入的不确定度分量 u_2

方法学研究表明，加样量、加热温度、加热时长以及真空泵压差等因素对测量结果的影响不超过 0.4%，采用 B 类不确定度方法，按照均匀分布计算。

$$u_2 = \frac{0.4}{\sqrt{3}} = 0.23\%$$

C.5.3 测量重复性引入的不确定度分量 u_3

校准时重复测量 2 次，蒸发损失 m 测量结果为 11.16% 和 11.31%，用极差法计算示值重复性引入的不确定度分量。（其中， C 为极差系数，查表得： $n=2$ 时， $C=1.13$ ）

$$u_3 = \frac{m_{\max} - m_{\min}}{C \times \sqrt{n}} = \frac{11.31 - 11.16}{1.13 \times \sqrt{2}} = 0.09\%$$

C.6 标准不确定度分量汇总

标准不确定度分量汇总见表 C.1。

表C.1 标准不确定度分量表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度 (%)
u_1	标准物质引入的不确定度	0.45
u_2	测量方法引入的不确定度	0.23
u_3	测量重复性引入的不确定度	0.09

C.7 合成标准不确定度

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} = \sqrt{0.45^2 + 0.23^2 + 0.09^2} = 0.51\%$$

C.8 示值误差扩展不确定度

$$\text{取 } k=2, U = 2 \times u_c = 1.03\%$$

适度放大，则 $U = 1.03\%$

附录 D

润滑油蒸发损失（诺亚克法）标准物质列表

标准物质名称	编号	标称值（%）	不确定度（%） （ $k=2$ ）
润滑油蒸发损失（诺亚克法）标准物质	GBW(E)110119	11	0.9
	GBW(E)110120	15	1.5