ICS

团体标准

T/CSMXXXX—2021

|  |
| --- |
|  |

钢丝拉拔用粉粒状润滑剂

Wire drawing dry power lubricant

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
| 本稿完成日期：2020年9月18日 |

2020-××-××发布

2020-××-××实施

中国金属学会 发布

目  次

[前  言 II](#_Toc17301)

[1 范围 1](#_Toc14157)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc11667)

[3 术语和定义 1](#_Toc4266)

[4 分类及标志 1](#_Toc27803)

[5 技术要求 2](#_Toc1114)

[6 试验方法 3](#_Toc18650)

[7 检验规则 12](#_Toc27857)

[8 包装、标志、运输、贮存及质量证明书 12](#_Toc6945)

[附　录　A （资料性附录）润滑剂中钙的分析方法 12](#_Toc19067)

[附　录　B （资料性附录）水分含量的测定——烘箱重量法 14](#_Toc714)

前  言

本标准按照GB/T1.1—2009及GB/T20004.1—2016给出的规则起草。

本标准由中国金属学会新材料团体标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：中钢集团郑州金属制品研究院有限公司、常州市实创润滑剂有限公司、江苏兴达钢帘线股份有限公司、巩义市恒铭金属制品有限公司、湖北恒鑫化工有限公司。

本标准主要起草人：

钢丝拉拔用粉粒状润滑剂

1. 范围

本标准规定了固体拉拔润滑剂产品的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、质量证明书、包装、运输和贮存。

本标准适用于由工业硬脂酸、工业氢氧化钠及工业氢氧化钾或者由工业氢化油、工业氢氧化钙制备而成的固体拉拔润滑剂。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 123173—2008表面活性剂 洗涤剂试验方法

GB 11986—89表面活性剂 粉体和颗粒休止角的测量

QB/T 2623.4—2003（2009）肥皂实验方法 肥皂中水分和挥发物含量的测定

QB/T 2623.3—2003（2009）肥皂实验方法 肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定

GB/T 191 包装储运图示标志

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件:

**钠皂 sodium soaps**

钠皂。

**钙皂 calcium soaps**

钙皂。

**钠钙混合皂 sodium soap and calcium soap mixed soaps**

钠钙混合皂。

**含有填充剂**

加有固体形式的添加剂，例如固体润滑剂（石墨、二硫化钼）、金属氧化物等，当承受高压时以提高润滑性。

1. 分类及标志
   1. 产品分类

产品分为钠皂类、钙皂类和钠钙混合皂。

* 1. 产品标志

产品标志由“钠皂”、“钙皂”或“钠钙混合皂”的汉语拼音首字母“N”、“G”或“NG”、“脂肪酸”百分含量“XX”、添加“填充剂”代号（如石墨S，二硫化钼M，极压剂Y）、规定的颗粒度大中小（D、Z、X）组成。

示例：N80YD

N—— 钠皂 “钠”字汉语拼音的首字母；

80—— 脂肪酸百分含量（%）；

Y—— 添加 “极压剂”的代号；

D—— 颗粒度为大。

示例：G60SZ

G—— 钙皂 “钙”字汉语拼音的首字母；

60—— 脂肪酸百分含量（%）；

S—— 添加 “石墨”的代号；

Z—— 颗粒度为中。

示例：NG70MX

NG —— 钠钙混合皂 “钠钙”字汉语拼音的首字母；

70—— 脂肪酸百分含量（%）；

M—— 添加 “二硫化钼”的代号；

X—— 颗粒度为小。

1. 技术要求
   1. 外观

产品为白色、灰白色或浅黄色颗粒及粉末。

添加石墨等特殊材料要标示清楚。

* 1. 堆密度

1.0±0.25 g/cm3。

* 1. 粒度

润滑剂粒度大小与分布要求按表1。

表1润滑剂粒度大小与分布

|  |  |
| --- | --- |
| 粒度大小 | 分布百分比 |
| 小于20目（830 μm ） | 10～20 |
| 20目～100目（149 μm～830 μm ） | 50～60 |
| 大于100目（149 μm） | 20～40 |

* 1. 流动角（休止角）

25°～40°。

* 1. 摩擦性能

摩擦系数≤0.15（边界润滑）。

* 1. 水分

水分含量≤3.0%。

* 1. 灰分

灰分含量10%～75%。

* 1. 软化温度

润滑剂软化温度要求按表2。

表2润滑剂软化温度范围

|  |  |
| --- | --- |
| 润滑剂产品 | 软化温度 |
| 钠皂 | 100℃～270℃ |
| 钙皂 | 105℃～410℃ |
| 钠钙混合皂 | 105℃～400℃ |

* 1. 脂肪酸含量

钠皂脂肪酸含量：40%～92%。

钙皂脂肪酸含量：20%～88%。

* 1. 有害物质

镉及其化合物（以Cd计）<100 ppm。

铅及其化合物（以Pb计）<1000 ppm。

汞及其化合物（以Hg计）<1000 ppm。

六价铬化合物（以Cr计）<1000 ppm。

* 1. 硼砂含量

如有请在质量证明书上标注清楚硼砂含量。

* 1. 亚硝酸盐含量

如有请在质量证明书上标注清楚亚硝酸盐含量。

* 1. 其他

1%水溶液的pH值。

皂的水溶性。

1. 试验方法
   1. 外观检验

在自然光线下，用肉眼距试样0.3m处检测。

* 1. 堆密度
     1. 检验方法

用天平称取50g试样（精确至0.5g），放入容量为100mL的量筒中，将量筒底部放在橡胶板台面上碰撞25次，然后读出体积V （精确至1mL),按式（1）计算表观密度：

---------------------------------（1）

* + 1. 允许差

两次测定结果之差不大于0.05%。

* 1. 粒度
     1. 仪器

标准套筛振动机

* + 1. 分析步骤

称量200g试样，置于振筛机最上层筛网，启动电源设定震动15 min关闭。称量各层筛网中余留试样。

* + 1. 分析结果的表述

以质量分数表述产品各尺寸颗粒的含量。

* + 1. 允许差

两次测定结果之差不大于3%。

* 1. 流动角
     1. 流动角测定装置（亦可使用专业流动角测定仪器）
        1. 带刻度的铁架台。
        2. 玻璃漏斗，漏斗颈内径10 mm，颈出口平齐，用圆环固定在铁架台上，使颈口距底板100 mm。
        3. 透明平口容器，外径60 mm～110 mm，高15mm～25 mm，用线栓一重物，从漏斗中垂下，找出轴线与底板的交点，作一记号，将透明平口容器放于其上，使中心与记号重合，全部装置应防震。
        4. 带刻度的量筒，容量250 mL。
     2. 检验方法
        1. 样品的准备

如果样品在盛器中结块，而翻转后重新获得流动性，则仍可用于检验。

* + - 1. 取样

用带刻度的量筒取无团块试样250 mL。

* + - 1. 测定

在无震动的条件下，将试样倒入预先堵塞颈口的玻璃漏斗中，打开漏斗颈，让试样流出，若漏斗尺寸较小，试样要边流边加入。在流动停止1 min后，测量锥体高度，按式（2）计算流动角。用不同份样品进行至少三次试验。

-----------------------------（2）

式中：H—锥体高度

d—透明容器的直径

三次测量的算术平均值为结果，平行测量差超过5% 需重新测量。

* + 1. 允许差

同一个装置，两次测量结果之差不大于1°30′。

* 1. 摩擦性能
     1. 仪器
        1. 梯姆肯、法莱克斯、MM-200摩擦试验机等均可。
     2. 测定步骤

根据使用的仪器说明进行操作，方法需完善。

* + 1. 分析结果的表述

以摩擦系数表述摩擦性能。

* 1. 水分
     1. 仪器

快速水分测定仪SH-10（上海天平仪器厂）。仲裁试验时采用恒温箱重量法。

* + 1. 分析步骤

现取现做，称取5g试样，均匀平铺在水份测定仪的样品盘中。将水份测定仪设置为105℃，点击开始测定，读取并记录数据。

* + 1. 分析结果的表述

以质量分数表述水分含量。

* 1. 灰分
     1. 检验方法

用已知重量为m1的坩埚城区试样2g（精确至0.01g），在电炉上慢慢灰化，带确认无燃烧性后，置于马弗炉中，在800℃温度下灼烧1.5 h～2h，取出，置于干燥器内冷至室温，称出重量m2，重复一次灼烧操作，两次重量差不大于0.001g，认为恒重，按式（3）计算灰分：

--------------------------------（3）

式中：m1为空坩埚重；

m2为坩埚加灰分重。

* + 1. 允许差

两次测量结果之差不大于1%。

* 1. 软化温度
     1. 仪器
        1. 压片机
        2. 热分析仪TMA（上海精密科学仪器厂RJY-1P、美国热电）
     2. 分析步骤
        1. 样品制备

称取1g试样，研磨成细粉末状，在制样机上用0.5 MPa 压制成Φ5mm×h2.5mm的测试样圆片。针入棒Φ1mm×h5mm。

* + - 1. 软化温度测定

将样品置于热分析仪中，温度测试范围为50℃～450℃，升温速度为15℃/min，将样品置于试样托架上，载荷15g，置于程控电炉中，启动电炉及测量系统，自动采集位移曲线和DTMA曲线，以变形开始到结束为软化区间，以位移由正转负的“0”点为软化点，对应的温度为该样品的软化温度。

* + 1. 分析结果的表述

以摄氏温度表述软化温度。

* 1. 脂肪酸含量测定
     1. 仪器、试剂
        1. 量杯。
        2. 真空干燥箱。
        3. 磁力搅拌器透。
        4. 盐酸（GB622-2006）。
        5. 乙醇（95%）。
        6. 氢氧化钠标准溶液,C(NaOH)=0.200 mol/L。
        7. 酚酞溶液（0.1%乙醇溶液）。
     2. 分析步骤
        1. 20%酸溶液的配制

用量杯移取20mL浓盐酸、10mL乙醇（为了分散均匀，增加溶解性），加入到盛有80mL去离子水的200mL的烧杯中。

* + - 1. 测定

称取1g～2g（m1）试样，研磨成细粉末状，加入到100 mL 20%的酸溶液中，用磁力搅拌器搅拌5min加热反应到皂完全分解，如分解不完全，则补加5mL 95%乙醇，继续至反应完全。蒸发除去乙醇后，加水澄清分层，取下冷却，用滤纸过滤。形成的脂肪酸硬块，经反复冲洗，直至滤液洗至中性（pH≈7)。取出滤纸展开，用水冲入200mL烧杯中，加10mL乙醇（95%)加水至体积约70mL,再加热溶化脂肪酸，取下，加酚酞5滴，趁热（70℃)用氢氧化钠标准溶液滴定。开始时慢滴，待皂类形成分散后，加快滴定速度，当第一次出现红色时，再次煮沸，取下，稍冷，在60～70℃,滴定至红色出现，30秒不褪色为终点，记读数VNaOH,按式（4)计算脂肪酸含量。

* + - 1. 分析结果的表述

脂肪酸含量的质量分数w，按式（4）计算：

-----------------------------（4）

式中：cNaOH—NaOH标准溶液浓度;

VNaOH—NaOH滴定脂肪酸消耗体积mL;

270—脂肪酸平均分子量。

* + 1. 允许差

平行测定两个结果的差数不应大于2%，以平行测定两个结果的算术平均值为结果值。

* 1. 有害物质的检测
     1. 试样处理

试样如需预处理，按照6.8中方法进行酸化，使用过滤脂肪酸后的溶液，使用RoHS仪器测定。

* + 1. 检验方法
       1. X射线荧光光谱法

一次性快速定性分析样品中的铅、汞、镉、铬元素。对均质样品无须制样，可进行无损测试。

注：Cr为测得该元素的总含量，如果其显示超标并不代表Ⅳ价Cr超标。

* + - 1. 斑点法测六价铬

利用显色反应，直接定性测试样品表面涂层中六价铬，简便快速。如出现阳性反应，需要用分光光度法等进行确证分析。

* + - 1. 分光光度分析法

六价铬的含量测试，使用紫外分光光度计。

该方法是六价铬测试的经典方法，可参考多项国内外标准，如EPA3060A等。

* + - 1. 电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES法）

铅、汞、镉、总铬的含量测试。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪；

选择采用微波消解、湿法消解、干法消解等手段溶解样品，一次性同步测定铅、汞、镉、总铬的含量。

* + - 1. 原子吸收分析法（AAS法）

铅、镉的含量测试。

原子吸收光谱仪；

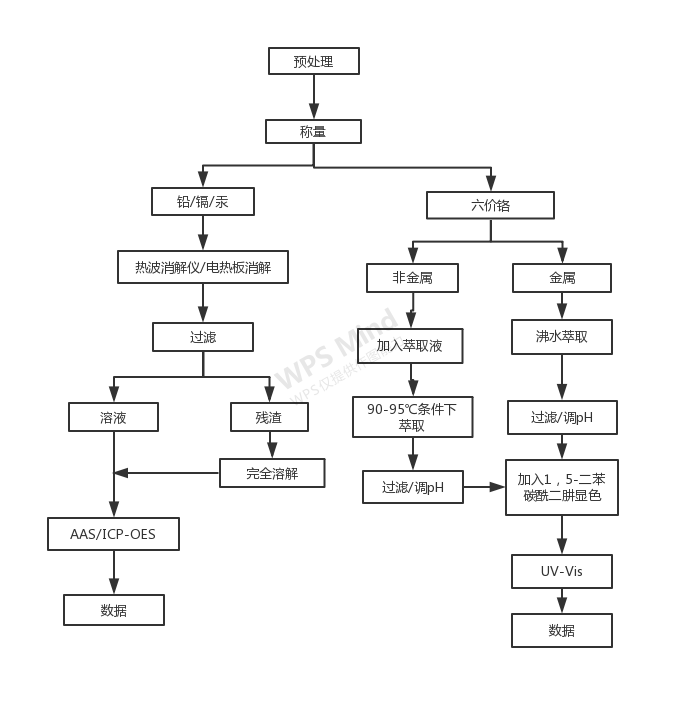
AAS方法是至成熟的金属元素仪器测试方法之一，特征原子吸收谱线选择性强，对于铅、镉等元素的测试灵敏度高。

* + - 1. 冷原子吸收光谱分析法（CVAAS法）

测汞仪；

检测汞的经典方法。

* + 1. 检验流程图



* 1. 硼砂的检测
     1. 试剂
        1. 氢氧化钠溶液，20%。
        2. 盐酸（GB622-2006）。
        3. 乙醇（95%）。
        4. EDTA溶液，C(Na2H2Y）=0.05 mol/L。
        5. 酚酞溶液（0.2%乙醇溶液）。
        6. 甘露醇（固体）。
        7. 氢氧化钠标准溶液，C(NaOH）=0.100 mol/L。
     2. 分析步骤
        1. 20%酸溶液的配制

用量杯移取20mL浓盐酸、10mL乙醇（为了分散均匀，增加溶解性），加入到盛有80mL去离子水的200mL的烧杯中。

* + - 1. 测定

称取1g～2g（m1）试样，研磨成细粉末状，加入到100 mL20%的酸溶液中，用磁力搅拌器搅拌5min 加热反应到皂完全分解，如分解不完全，则补加5mL 95% 乙醇，继续至反应完全，蒸发除去乙醇后，加水澄清分层，取下冷却，用滤纸过滤，取滤液。

滤液置于250mL锥形瓶中，加20%NaOH溶液5mL，煮沸，取下稍冷，滴酚酞3～5滴，加1+1HCl调至沉淀溶解，溶液清亮后15mL EDTA（络合金属，防止水解），用NaOH滴定至粉红色（不计量，但不能过量），加甘露醇0.5g，用0.100 mol/L NaOH标准溶液滴定至粉红色，再加0.5g甘露醇，继续滴定，粉红色不消失为终点，记下体积VmL。

* + - 1. 分析结果的表述

硼含量（以硼砂Na2B4O7·10H2O计），按式（5）计算：

----------------------------（5）

式中：C—标准氢氧化钠的摩尔浓度，mol/L；

V—消耗氢氧化钠的体积，mL；

m1—称取试样量，g；

381.37—硼砂Na2B4O7·10H2O的摩尔质量，g/mol。

* + 1. 允许差

平行测定两个结果的差数不应大于2%，以平行测定两个结果的算术平均值为结果值。

* 1. 亚硝酸盐
     1. 取样

取脂肪酸过滤溶液。

* + - 1. 重氮化偶合分光光度法。

在pH1.7以下，水中亚硝酸盐与氮基苯磺酰胺重氮化，再与盐酸N-(1萘)-乙二胺产生偶合反应。生成紫红色的偶氮染料。比色定量。

* + 1. 试剂
       1. 氢氧化铝悬浮液。

称取125g硫酸铝钾[KAl(SO4)2.12H2O]或硫酸铝铵[NH4Al(SO4)2.12H2O]溶于1000mL纯水中。加热至60℃，缓缓加入55mL氨水(ρ20=0.88g/mL)。使氢氧化铝沉淀完全。充分搅拌后静置，弃取上清液。用纯水反复洗涤沉淀，至倾出上清液中不含氯离子（用硝酸银溶液试验）。然后加入300mL纯水成悬浮液，适应前振摇均匀。

* + - 1. 对氨基苯磺酰胺溶液（10g/L）。
      2. 盐酸N-(1萘)-乙二胺溶液（1.09g/L）。
      3. 亚硝酸盐氮标准储备液[ρ(NO2-\_N)=50µg/mL]。

称取0.2463g在玻璃干燥器内放置24h的亚硝酸钠（NaNO2），溶于纯水中，并定容至1000mL。每升加2mL氯仿保存。

* + - 1. 亚硝酸盐氮标准使用液[ρ(NO2-\_N)=0.1µg/mL]。

取10.00mL标准储备液于容量瓶中，用纯水定容至500mL。再从中吸取10mL，用纯水于容量瓶中定容至100mL。

* + 1. 仪器
       1. 具塞比色管50mL
       2. 分光光度计
    2. 分析步骤

1. 若水样中浑浊度或色度过大，可先取100mL，加入2mL氢氧化铝悬浮液，搅拌后静置数分钟，过滤。
2. 先将水样或处理后的水样用酸或碱调进中性，取50mL置于比色管中。
3. 另取50mL比色管配制标准浓度系列。其中空白与最低检测限必须配制。其他系列视检测的具体情况而定。
4. 向水样及标准系列中分别加入1mL对氨基苯磺酰胺溶液。摇匀后放置2-8min，加入1.0mL盐酸N-(1萘)-乙二胺溶液。立即混匀。
5. 于540nm波长下，用1 cm比色皿，以纯水作参比，在10min～2h内测定吸光度。如含量低于4mg/L，改用3cm比色皿。
6. 绘制标准曲线。从标准曲线上查得水样中亚硝酸盐氮的含量。
   * 1. 计算

亚硝酸盐含量（以NO2-计）：

---------------------------------（6）

式中：w（NO2-）—水样中亚硝酸根的含量，%；

6.57—亚硝酸根与氮的分子质量比；

m—从标准曲线上查得样品中亚硝酸盐氮的质量，mg；

m1—所使用的脂肪酸过滤溶液中称取的试样质量，g。

* + 1. 允许差

两次结果差小于0.1%。

* 1. 其他
     1. 1%水溶液的pH值

肥皂溶液pH值测定参看标准：ASTM D1172-1995(2001) 肥皂和洗涤剂水溶液pH值的标准测试方法。

* + 1. 皂的水溶性

取2g试样，放入200mL烧杯中，加入100mL水，加热溶解，水溶性分为溶清、乳化、不溶、浑浊。

1. 检验规则
   1. 组批

在同一生产条件下，同一品种、同一规格的两吨产品组成一个检验批，不足两吨按一批计。

* 1. 取样

每一批次，随机抽取四袋，各100克，混合均匀后，按四分法取样，缩减到样品量要求。

* 1. 出厂检验

出厂检验项目为外观、水分、粒度、堆密度、pH值、脂肪酸含量中的项目。检验合格并附有合格证后方可出厂。

* 1. 判定结果

检验结果中，不能同时满足成分和物理性能的要求，则判定该批产品为不合格；其他项目中如有不合格的，允许加倍抽样对不合格项进行复检，如复检仍有不合格项，则判定该批产品为不合格。

1. 包装、标志、运输、贮存及质量证明书
   1. 包装

产品采用防潮纸塑复合阀口袋、敞口袋、纸板桶、铁桶包装，重量由供需双方确定。

* 1. 标志

包装袋上应用牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净重、批号、生产日期和本标准编号及GB/T 191—2008 中规定的标志。

* 1. 运输

产品在运输中应有遮盖物，轻装、轻卸，防止包装破损、雨淋、受潮。

* 1. 贮存

产品应贮存于干燥、阴凉、通风的仓库内。在贮存和运输过程中防止受潮，不得与其他物品混存。

* 1. 质量证明书

每批出厂的产品都应附有产品说明，内容包括：厂名、厂址、产品名称、型号，产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

1. （资料性附录）  
   润滑剂中钙的分析方法
   1. 范围

本附录提供了润滑剂中钙含量的测定方法。

本附录推荐的方法适用于润滑剂中钙含量的测定。

* 1. 方法概要

润滑剂高温（500℃）灼烧有机物，使用EDTA-Ca-Mg联合滴定法滴定其中的钙。

* 1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

* + 1. 盐酸-硝酸混合酸，1+1+2。
    2. K-B指示剂。

称取0.2g酸性铬蓝K和0.4g萘酚绿B于小烧杯中,加水溶解后,稀释至100 mL。

* + 1. EDTA，0.05 mol/L。
       1. NH4Cl-NH3·H2O，pH≈10

称取67 g NH4Cl溶于少量水，加570 mL浓氨水，稀释至1 L。

* + - 1. CaCO3基准物质。
      2. EDTA，0.05 mol/L

称取2.0000 g CaCO3基准物质，用1+1 HCl溶完移入500 mL容量瓶中。移取25 mL于250 mL锥形瓶中，加20 mL pH≈10氨性缓冲液，加少许K-B指示剂，用0.05 mol/L EDTA滴定，由紫红色变成蓝绿色为终点。

* + 1. 三乙醇胺（1：2）。
    2. 氢氧化钠溶液，20%。
    3. 糊精，5%（临用现制）。

称取5 g糊精溶于100 mL沸水中，稍冷加5 mL10%NaOH，搅拌均匀，加3～5滴K-B，用EDTA滴至蓝色。

* 1. 取制样

按四分法取样。润滑剂试样100℃烘1小时，冷却。

* 1. 分析步骤
     1. 试料溶液的制备
        1. 取瓷坩埚在500℃灼烧30 min，冷20 min称重，再烧15 min，至恒重。
        2. 称取2.0g试样，精确至0.0001g。置于瓷坩埚中。500℃灼烧1h，取出冷却称重，灼烧20 min，冷却，称重，至恒重。用HNO3+HCl溶解灼烧后的试样，移入250 mL容量瓶中定量。
     2. EDTA滴定分析

取试样25 mL于250 mL锥形瓶中，加20 mL～30 mL水，5 mL 1：2三乙醇胺，加10 mL pH≈10 氨性缓冲溶液。少许K-B指示剂，用EDTA滴定V1，由紫红色变成蓝绿色为终点。

另取取试样25 mL于250 mL锥形瓶中，加20～30 mL水，10 mL～15 mL 糊精，10 mL 20% NaOH。少许K-B指示剂，用EDTA滴定V2，由紫红色变成蓝绿色为终点。

* 1. 分析结果的计算

试样中钙、镁的含量以质量分数w计，数值以%表示，按式（A.1）、（A.2）计算：

...........................(A.1)

....................(A.2)

式中：N—分取试样比；

M—EDTA的溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

G—试样的质量，单位为克（g）；

V1、V2—EDTA消耗体积的数值，单位为毫升（mL）；

40.08—钙的相对原子质量；

24.305—镁的相对原子质量。

其中指示剂K-B试剂也可使用Ca试剂（终点由酒红色变蓝色）、铬黑T代替。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1. （资料性附录）  
   水分含量的测定——烘箱重量法

润滑剂中水分含量仲裁时采用烘箱重量法。

* 1. 范围

本附录提供了烘箱重量法测定润滑剂中水分的含量。

* 1. 检验方法

用已知重量的表面皿M1（直径60 mm～70 mm），称量2 g～4 g试样（精确至0.1 g）M2，摊平，放入103±2℃的烘箱内，烘2 h，置于干燥器内冷至室温，称出重量M3，按式（）计算水分：

................................(B.1)

式中：M1—已知重量的表面皿重量，单位为克（g）；

M2—样品加表面皿烘干前重量，单位为克（g）；

M3—样品加表面皿烘干后重量，单位为克（g）。

* 1. 允许差

两次测定结果之差不大于0.25%。

* 1. 经供需双方协商，也可采用其他方法评价。