

МАТЕРИАЛЫ СМАЗОЧНЫЕ

**Метод определения вязкости при низкой температуре
с использованием вискозиметра Брукфильда**

МАТЭРЫЯЛЫ ЗМАЗАЧНЫЯ

**Метад вызначэння вязкасці пры нізкай тэмпературы
з выкарыстаннем вісказіметра Брукфільда**

(ASTM D2983-09, IDT)

Издание официальное



Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 15 декабря 2014 г. № 54

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D2983-09 Standard Test Method for Low-Temperature Viscosity of Lubricants Measured by Brookfield Viscometer (Стандартный метод испытания для определения вязкости смазочных материалов при низкой температуре с использованием вискозиметра Брукфильда).

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.07 по свойствам текучести технического комитета по стандартизации ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов и документа, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В стандарт внесены следующие редакционные изменения:

– наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100);

– с рисунка 4 удалены значения в дюймах в связи с использованием в Республике Беларусь метрической системы мер.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на стандарты ASTM актуализированы.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ 1419-2003

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода.....	2
5 Значение и применение метода.....	2
6 Оборудование.....	2
7 Применение стандартных жидкостей	6
8 Проведение испытаний с использованием различных способов охлаждения.....	7
9 Выбор значения оборотов в минуту (об/мин)	13
10 Вычисления.....	13
11 Протокол испытания.....	13
12 Прецизионность и смещение метода	14
Приложения А (обязательные).....	15
Приложения Х (справочные).....	21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МАТЕРИАЛЫ СМАЗОЧНЫЕ**Метод определения вязкости при низкой температуре
с использованием вискозиметра Брукфильда****МАТЭРЫЯЛЫ ЗМАЗАЧНЫЯ****Метад вызначэння вязкасці пры нізкай тэмпературы
з выкарыстаннем вісказіметра Брукфільда**

Lubricants

Method for determining low-temperature viscosity
using Brookfield viscometer

Дата введения 2015-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения вязкости смазочных материалов при низкой скорости сдвига с использованием вискозиметра Брукфильда ¹⁾ с соответствующим крутящим моментом. Данный метод применяется для определения вязкости в диапазоне значений от 500 до 900 000 мПа·с в пределах диапазона низких температур, соответствующего размерам измерительной головки вискозиметра ²⁾.

1.2 Диапазон вязкости, в котором проводилось определение показателей прецизионности для метода, установленного в настоящем стандарте, составляет от 1000 до 900 000 мПа·с. В приложении Х4 приведена информация о другом межлабораторном исследовании, которое проводилось исключительно в отношении гидравлических жидкостей в диапазоне значений от 500 до 1700 мПа·с.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Настоящий стандарт не содержит значений, выраженных в других единицах измерения.

1.3.1 В качестве единицы измерения вязкости в настоящем стандарте используется единица измерения в системе СИ миллипаскаль-секунда (мПа·с) (1 сП = 1 мПа·с).

1.4 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения.

2 Нормативные ссылки**2.1** Стандарты ASTM ³⁾:

ASTM D341-09 Стандартное руководство по построению диаграмм типа «вязкость – температура» для жидких нефтепродуктов

ASTM D5133-13 Стандартный метод определения вязкостно-температурной зависимости смазочных масел при низких температурах, низких скоростях сдвига с использованием метода сканирования по температуре

ASTM E1-14 Стандартные технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM

¹⁾ Вискозиметр Брукфильда и его комплектующие являются торговой маркой компании Brookfield Engineering Laboratories, Inc., 11 Commerce Blvd., Middleboro, MA 02346, www.brookfieldengineering.com.

²⁾ Selby, T. W., Automatic Transmission Fluid Viscosity at Low-Temperatures and Its Effect on Transmission Performance (Вязкость трансмиссионных жидкостей для автоматических коробок передач при низких температурах и ее влияние на эксплуатационные характеристики коробки передач), Transactions, Society of Automotive Engineers, Vol. 68, 1960, pp. 457 – 465.

³⁾ Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM www.astm.org или получить в службе работы с потребителями по адресу service@astm.org. Информацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

2.2 Европейская процедура ⁴⁾:
CEC L18-A-80

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **кажущаяся вязкость** (apparent viscosity): Динамическая вязкость, определяемая методом, установленным в настоящем стандарте. Кажущаяся вязкость может различаться в зависимости от скорости вращения шпинделя (скорости сдвига) вискозиметра Брукфильда, если смазочный материал является неньютоновской жидкостью. Краткая разъясняющая информация приведена в приложении X1.

3.1.2 **стандартная вязкость** (reference viscosity): Вязкость ньютоновской стандартной жидкости, установленная при каждом из нескольких заданных значений температуры. Значения стандартной вязкости типовых стандартных жидкостей приведены в приложении X2.

4 Сущность метода

4.1 Маслянистую жидкую пробу предварительно нагревают, выдерживают при комнатной температуре, затем вводят на заданную глубину в стеклянный сосуд; изолированный или неизолированный шпиндель вставляют в специальное стопорное устройство и подвешивают с использованием зажима. Пробу в сосуде охлаждают до заданной температуры в течение 16 ч и анализируют с использованием вискозиметра Брукфильда, затем в зависимости от используемой модели вискозиметра снимают показание вязкости испытуемой жидкости непосредственно с вискозиметра или используют полученное показание крутящего момента для расчета вязкости масла при выбранной температуре.

5 Значение и применение метода

5.1 Вязкость трансмиссионных жидкостей для автоматических коробок передач, редукторных масел, гидротрансформаторных и тракторных жидкостей при низких температурах, низких скоростях сдвига (см. приложение A4) имеет большое значение для обеспечения надлежащего функционирования многих механических устройств. Измерение вязкостных свойств данных масел и жидкостей при низких температурах часто используется для определения их пригодности к эксплуатации.

5.2 В настоящем стандарте установлен метод непосредственного определения кажущейся вязкости без ошибок, характерных для более ранних методов с использованием экстраполяции или экспериментальных вязкостных данных, полученных при высоких температурах.

Примечание 1 – Значения вязкости при низких температурах для масел, полученные интерполяцией или экстраполяцией, могут быть ошибочными из-за гелеобразования и других видов неньютоновского отклика на скорость или крутящий момент шпинделя. Интерполяция для целей калибровки шпинделя и стеклянной ячейки при необходимой температуре (см. приложение A1) допускается только в случае известных ньютоновских масел.

6 Оборудование ^{2), 5)}

6.1 Вискозиметр Брукфильда

Следует использовать вискозиметр Брукфильда аналоговой модели LVT или более поздних цифровых моделей (например, LVDV-II+). Вискозиметр до начала эксплуатации должен находиться в исправном техническом состоянии, измерительная головка и шпиндель вискозиметра должны периодически калиброваться с использованием стандартной жидкости.

⁴⁾ Имеется в наличии в Европейском координационном совете по разработке методов испытаний топлив, смазочных материалов и других жидкостей, Madou Plaza, 25th floor, Place Madou 1, B – 1210, Brussels, Belgium, www.cectests.org.

⁵⁾ При наличии сведений о других поставщиках они могут быть предоставлены в штаб-квартиру ASTM International. Данные сведения будут внимательно рассмотрены на заседании ответственного технического комитета, на котором можно присутствовать.

6.2 Шпindel вискозиметра ^{2), 5)}

Могут использоваться неизолированные стальные шпиндели вискозиметра Брукфильда № 4 (используются в воздушной бане), изолированные стальные шпиндели № 4B2 (в воздушной или жидкостной банях) или шпиндели Tappas № 4 из стеклянного или углеродного композитного материала (в воздушной или жидкостной банях) [см. рисунок 1 (A, B, C и D соответственно)].

Примечание 2 – Все шпиндели должны периодически калиброваться (см. примечание 4, 7.1 и приложение А3).

Примечание 3 – Использование неизолированных стальных шпинделей в жидкостных банях может привести к получению заниженных результатов, особенно при более низких значениях температуры и более высоких значениях вязкости, из-за теплопроводности металла. Рекомендуется использовать частично или полностью изолированные шпиндели, например шпиндели, приведенные на рисунке 1 (B, C и D).

6.2.1 При использовании шпинделей № 4B2 [см. рисунок 1 (B)] следят за тем, чтобы оба стальных конца были плотно вставлены в изолирующую секцию между ними [см. рисунок 1 (B)]. При прикладывании к двум металлическим участкам с обеих сторон изолирующего цилиндра незначительного вращательного усилия не должно происходить их движение.

6.2.2 Периодически (в зависимости от частоты использования, но не реже чем через каждые 3 мес, шпиндели, соединенные с вискозиметром Брукфильда, проверяют на биение (качение). Полное биение шпинделя не должно превышать 1 мм, кроме тех случаев, когда в результате повторной калибровки шпинделя биение может быть скорректировано (см. пример в таблице А3.1).

Примечание 4 – Надлежащей лабораторной практикой является хранение шпинделей в защищенном месте. Не следует оставлять шпиндели из композитных материалов в очищающих растворителях на длительное время.

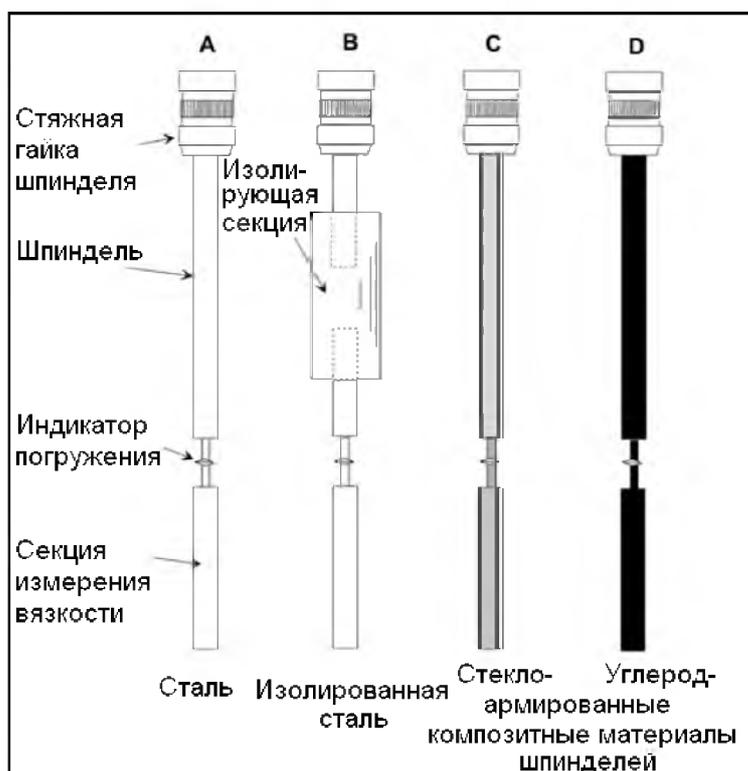


Рисунок 1 – Схематическое изображение четырех видов шпинделей, используемых в настоящем методе испытания

6.3 Статор для испытания, представляющий собой стеклянную пробирку достаточного диаметра, обеспечивающего отсутствие влияния пробирки на вращение шпинделя по сравнению с вязким сопротивлением испытуемой жидкости даже при значениях вязкости выше 100 000 мПа·с.

6.3.1 Статор в виде испытательной пробирки (см. рисунок 2), представляющий собой обычную пробирку для испытаний, имеющуюся в продаже, внутренним диаметром приблизительно 25 мм и длиной приблизительно 115 мм.

6.3.2 Статор SimAir⁶⁾ (см. рисунок 2), являющийся элементом специальной воздухонепроницаемой ячейки, разработанной для настоящего метода испытания.

Примечание 5 – Данная запатентованная ячейка⁶⁾ (которая также включает составной ротор, соединительное устройство для быстрого крепления шпинделя и фиксатор ячейки) при погружении в жидкостную баню с постоянной температурой (см. 8.6) имитирует охлаждение со скоростью, характерной для воздушной бани. Быстроразъемное соединение не является обязательным, но его использование ускоряет фиксацию шпинделя с меньшим воздействием на пробу.



Рисунок 2 – Схематическое изображение двух видов статоров

6.4 Пробка испытательной ячейки (см. рисунок 3).

Изолирующая крышка, вставляемая в испытательную ячейку и плотно насаживаемая на нее, имеющая в центре отверстие достаточно большого размера для вращения шпинделя с необходимым зазором, обеспечивающим отсутствие касания стенок отверстия, и такую высоту над ячейкой, которая позволяет удерживать шпиндель зажимом на требуемой глубине в испытуемой жидкости во время охлаждения.

6.5 Зажим шпинделя^{5), 7)} (см. рисунок 3).

Зажим или распорный элемент, который расположен сверху пробки испытательной ячейки или крепится к шпинделю и удерживает его на требуемой глубине погружения во время охлаждения.

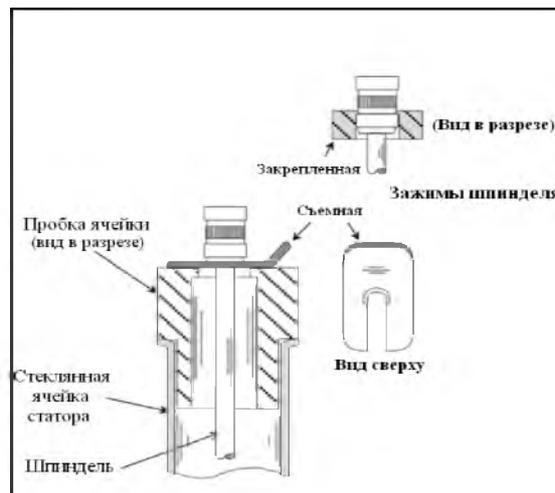


Рисунок 3 – Пробка ячейки, съемная и закрепленная

⁶⁾ SimAir является торговой маркой компании Tannas Co., 4800 James Savage Rd., Midland, MI 48642, www.savantgroup.com.

⁷⁾ Единственным поставщиком оборудования, известным комитету ASTM D02, в настоящее время является компания Lawler Manufacturing Corporation, 7 Kilmer Court, Edison, NJ 08817, www.lawlercorp.com.

6.6 Изолирующий корпус для переноса ячейки (рисунок 4).

Блок корпуса из пробкового дерева, используемый только с воздушными охлаждающими камерами, который поддерживает испытательную ячейку холодной во время ее переноса из воздушной охлаждающей камеры в вискозиметр для последующего анализа. Противоположные пластиковые окна в боковых стенках корпуса позволяют регулировать индикатор погружения шпинделя для испытания (см. 8.5.3.8).



Рисунок 4 – Изолирующий корпус для переноса испытательной ячейки

6.6.1 При использовании охлаждающей жидкостной бани для окончательного выдерживания пробы в течение последнего получаса при температуре испытания (см. 8.8) блок из пробкового дерева также используется для переноса пробы в жидкостную баню и немедленного возврата в охлаждающую камеру.

6.7 Воздушные охлаждающие камеры

Механически охлаждаемые камеры с устройством циркуляции воздуха, поворотным столиком и подставкой для проб. Охлаждающая камера должна обеспечивать охлаждение пробы до любой заданной температуры испытания из диапазона от 5 °С до минус 40 °С и поддержание данной температуры в пределах $\pm 0,3$ °С. Должна быть предусмотрена возможность отключения циркуляции воздуха и поворотного столика перед полным открытием крышки бани.

Примечание 6 – Существуют жидкостные бани, обеспечивающие охлаждение с требуемой скоростью и поддержание заданной температуры испытания с точностью до 0,1 °С от установленного значения во время 16-часового периода выдерживания пробы при проведении испытания. Подробная информация о жидкостных банях приведена в инструкции изготовителя.

6.7.1 Поворотный столик

Данное устройство, приводимое в движение двигателем, используется только в воздушных охлаждающих камерах. Сверху на поворотный столик устанавливается подставка для испытательных ячеек.

Примечание 7 – Для минимизации воздействий на холодный воздух и его потерь рекомендуется, чтобы камера имела внутреннюю крышку с отверстиями для рук, используемыми для установки в камеру пробы в корпусе из пробкового дерева и извлечения корпуса для проведения испытания.

6.8 Жидкостные бани

Механически охлаждаемые жидкостные бани используются в трех существенно различающихся процедурах с получением одинаковых аналитических результатов (подробная информация о процедурах приведена в 8.5, 8.6 и 8.7). Прецизионность методов, предусматривающих использование программируемой жидкостной бани, не является достоверной и в настоящее время изучается подкомитетом D02.07.

Примечание 8 – Главным преимуществом жидкостной бани по сравнению с воздушной охлаждающей камерой являются более точный контроль температуры, более продолжительный допустимый период времени для снятия показаний и, соответственно, более точное измерение кажущейся вязкости.

Примечание 9 – Поворотный столик должен вращаться со скоростью от 3 до 5 об/мин. Данное приспособление часто поставляется с воздушной охлаждающей камерой.

6.8.1 Жидкостные бани-термостаты

Бани, используемые для кондиционирования пробы при выбранной конечной температуре после ее охлаждения до данной температуры в воздушной камере в течение 15,5 ч (см. 8.5) или для помещения в них испытательных ячеек SimAir⁶⁾ в любое время для последующего анализа отдельной испытуемой пробы спустя 16 ч после ее погружения в баню (см. 8.7). Жидкостная баня устанавливается на конечную температуру, баня должна обеспечивать поддержание пробы при данной температуре в пределах $\pm 0,1$ °С.

Примечание 10 – Ячейка SimAir⁶⁾ моделирует кривую охлаждения воздушной камеры (см. приложение А2). Пробы могут погружаться в баню в любое время, поскольку температура остается постоянной.

6.8.2 Программируемые жидкостные бани, моделирующие охлаждение в воздушной камере

Бани, обеспечивающие охлаждение пробы, строго соответствующее охлаждению в воздушной бане согласно приложению А2. Прецизионность метода с использованием программируемой жидкостной бани является недостоверной и в настоящее время изучается подкомитетом D02.07.

6.9 Устройства измерения температуры

6.9.1 Для воздушных охлаждающих камер и жидкостных бань используют сертифицированные или калиброванные аналоговые или цифровые устройства измерения температуры с диапазоном измерения от 5 °С до минус 40 °С и ценой деления 0,1 °С (или менее).

6.9.2 Для воздушных охлаждающих камер рекомендуется использовать калиброванные термометры для вискозиметра Брукфильда IP, приведенные в таблице 1, или жидкостные термометры ASTM, являющиеся их аналогами.

Таблица 1 – Калиброванные термометры (см. ASTM E1)

IP 94C	От -45 °С до -35 °С	ASTM 122C
IP 95C	От -35 °С до -25 °С	ASTM 123C
IP 96C	От -25 °С до -15 °С	ASTM 124C
IP 97C	От -15 °С до -5 °С	ASTM 125C

6.10 Испытательная ячейка^{5), 7)}

Стеклопая пробирка внутренним диаметром 22 – 22,5 мм и общей длиной (115 ± 5) мм.

6.11 Холостая проба

В качестве холостой пробы используют жидкость, вязкие свойства и отклик на воздействие температуры которой близки к соответствующим характеристикам испытуемых проб. Холостую пробу используют для целей контроля температуры испытуемой пробы в камере воздушного охлаждения путем погружения в данную (холостую) пробу устройства измерения температуры. Измерение вязкости при контроле температуры проводится только с целью выявления, происходит ли изменение температуры из-за открытия и закрытия крышки воздушной ванны.

Примечание 11 – Указанное использование холостой пробы необходимо для обеспечения надлежащего измерения температуры в воздушных охлаждающих камерах, но иногда также практикуется в случае жидкостных бань в качестве дополнительного обеспечения надлежащего контроля температуры испытуемых проб.

7 Применение стандартных жидкостей

7.1 Метод, установленный в настоящем стандарте, предусматривает использование в вискозиметре металлических шпинделей или шпинделей из композитных материалов (см. рисунок 1), у которых поверхность для измерения вязкости, контактирующая с испытуемой жидкостью, представляет собой цилиндр диаметром (3,17 ± 0,03) мм и длиной (38,0 ± 0,1) мм (соответствует шпинделю Брукфильда № 4). Для шпинделей вискозиметра, на измерительные головки которых должна быть нанесена шкала, составлена таблица соответствующих обобщенных коэффициентов пересчета, позволяющих относительно быстро вычислить вязкости неизвестной пробы, новые цифровые вискозиметры отображают непосредственно значение вязкости и значение крутящего момента, выраженного в процентах от полного диапазона шкалы, полученные с использованием указанных коэффициентов. Обобщенные коэффициенты пересчета для всех шпинделей приведены в таблице 2 (графа 2).

Таблица 2 – Схема выбора обобщенных коэффициентов для значений оборотов в минуту

Примечание – Если измеренное значение кажущейся вязкости ниже диапазона, указанного для значения оборотов в минуту, используют следующее более высокое значение оборотов в минуту.

Скорость вращения шпинделя, об/мин	Число, на которое необходимо умножить крутящий момент для расчета вязкости при выбранном значении скорости	Диапазон вязкости, мПа·с
0,6	10 000	400 000 – 1 000 000
1,5	4000	200 000 – 400 000
3,0	2000	100 000 – 200 000
6,0	1000	50 000 – 100 000
12,0	500	20 000 – 50 000
30,0	200	9800 – 20 000
60,0	100	1500 – 9800
120,0 ^A	50	250 – 1500

^A Скорость 120,0 об/мин может быть недоступна на некоторых моделях вискозиметра Брукфильда.

7.2 Калибровка шпинделей (см. приложения А3 и А4).

Для потенциального повышения точности шпиндели могут быть откалиброваны.

7.2.1 Использование стандартных жидкостей и способы выполнения калибровки приведены в приложениях А3 и А4. Данный протокол (процедура) был разработан для обеспечения (при необходимости) возможности более точного измерения кажущейся вязкости.

Примечание 12 – Хотя обобщенные коэффициенты, приведенные в таблице 2, обеспечивают получение приемлемых результатов, для данного метода может быть достигнута несколько более высокая прецизионность путем калибровки шпинделей, особенно после их использования в течение некоторого периода времени, в результате которого биение шпинделя может превысить допустимые значения (см. 6.2.2). Калибровка может позволить вернуть такой шпиндель в рабочее состояние. В результате калибровки шпинделя могут быть выявлены проблемы с вискозиметром, требующие проведения его ремонта для восстановления прецизионности (см. приложение А3).

Примечание 13 – При калибровке шпинделей желательно наносить на каждый шпиндель уникальную идентификационную отметку.

7.2.2 Концентричность относительно тонкого шпинделя для данного метода сильно влияет на результат определения кажущейся вязкости. Поэтому периодически рекомендуется калибровать шпиндели с использованием стандартного масла, и особенно в том случае, если наблюдается биение.

Примечание 14 – Выбор стандартного масла для калибровки и значения (ий) температуры, при котором (ых) оно используется, определяется диапазоном вязкости и температурой, при которой необходимо определить вязкость. Предпочтительными и более удобными являются значения вязкости для калибровки ниже 100 000 мПа·с.

7.3 Особое использование стандартных масел для обеспечения контроля температуры в воздушных охлаждающих камерах при открытии и закрытии крышки воздушной камеры

Примечание 15 – Открытие и закрытие крышки воздушной охлаждающей камеры могут влиять на температуру пробы и требуют больше времени между анализами проб для восстановления температуры камеры с целью устранения проблемы.

7.3.1 Заполняют два статора необходимым количеством (см. 8.2.1) одинаковой стандартной жидкости и при загрузке подставки для проб (см. 8.2.1) размещают данные статоры в начале и в конце набора проб.

7.3.2 Если при испытании набора проб показания вязкости для двух указанных проб различаются более чем на величину повторяемости метода, то отмечают данную разницу и при испытаниях последующих наборов проб предусматривают больше времени между анализами каждой пробы.

8 Проведение испытаний с использованием различных способов охлаждения

8.1 Подготовка воздушной охлаждающей камеры с установкой рабочей температуры

8.1.1 Установку необходимой испытательной температуры воздушной охлаждающей камеры выполняют следующим образом.

8.1.1.1 При нахождении поворотного столика в надлежащем рабочем положении, но выключенном состоянии заполняют статор на необходимую глубину холостой пробой (см. 6.9) и устанавливают в него устройство измерения температуры, обеспечивающее считывание показаний с погрешностью $\pm 0,1$ °С.

8.1.1.2 Холостую пробу располагают в центре подставки для проб с целью контроля скорости охлаждения проб масла и конечной температуры воздушной охлаждающей камеры.

8.1.1.3 Закрывают воздушную охлаждающую камеру, запускают цикл охлаждения с помощью регулятора температуры и ожидают приведения температуры камеры к равновесной температуре, наступление которой наблюдают по холостой пробе. В процессе охлаждения пробы может быть полезным периодически отмечать температуру камеры. Если считывание показаний с термометра затруднено, можно применять прецизионное цифровое устройство измерения температуры.

8.1.1.4 После настройки индикатора температуры воздушной охлаждающей камеры на достижение и поддержание необходимой температуры холостой пробы указанная температура, отображаемая регулятором температуры камеры (данная температура может совпадать не полностью с температурой холостой пробы), будет являться температурой, установленной в камере и используемой для дальнейшего проведения испытания при данной температуре.

8.1.1.5 Если для доведения холостой пробы до необходимой температуры требуется регулировка температуры воздушной охлаждающей камеры, то для повторного установления равновесной температуры ожидают в течение не менее часа в зависимости от конфигурации и емкости конкретной воздушной охлаждающей камеры. При испытании проб температуру бани не регулируют.

Примечание 16 – Если в настоящем методе испытания для оценки низкотемпературных свойств масел используется более одного значения температуры воздушной охлаждающей камеры, то потребуется определить данные настройки температуры камеры аналогичным образом.

8.2 Подготовка пробы и погружение в воздушную камеру или жидкостную баню

8.2.1 Для проведения анализа проб в воздушной камере необходимо использовать две пробы каждой жидкости (см. примечание 17 и 9.3). Использование двух проб не требуется при проведении испытания в жидкостных банях.

Примечание 17 – Процесс регулировки скорости вращения шпинделя с целью достижения лучшей чувствительности при проведении анализа в некоторой степени подвержен влиянию нагревания пробы. Для достижения более высокой прецизионности при использовании воздушных бань и корпусов-держателей из пробкового дерева установившейся практикой стало проведение испытания двух проб одной жидкости: первой – для определения наилучшей скорости вращения шпинделя, второй – с целью применения данной скорости для получения вискозиметрических данных. Впоследствии выбирают второе значение (см. 9.3).

8.2.2 Контейнер с пробой тщательно встряхивают и заполняют стеклянный статор до отметки (см. рисунок 2). Если на статоре нет отметки заполнения, то его заполняют пробой испытуемого масла в количестве, обеспечивающем правильное использование индикатора погружения при температуре анализа.

8.2.2.1 При применении воздушных камер важно, чтобы в начале и в конце каждой серии испытаний проводился анализ соответствующих стандартных жидкостей с близкими значениями вязкости (с регистрацией результатов) для обнаружения любого изменения температуры пробы в результате частого открывания данных камер (см. 7.3). Вязкость пробы не предназначена для использования в качестве руководства при регулировке температуры бани, а используется только для подтверждения того, что температура бани в ходе испытания не колеблется. Изменение видимой температуры испытания (от испытания к испытанию) должно составлять не более $0,4$ °С. Само значение видимой температуры испытания должно находиться в пределах $\pm 0,3$ °С от установленного значения.

Примечание 18 – Для стандартных жидкостей проведение предварительного кондиционирования не требуется; однако в отношении любых других процедур с данными жидкостями должны производиться такие же действия, как с испытуемыми жидкостями. В приложении А4 приведен порядок расчета эффективной температуры анализа с использованием данных по вязкости стандартной жидкости и значений об/мин.

8.2.3 Для жидкостей с более низкой вязкостью испытуемые пробы предварительно нагревают в статоре до (50 ± 3) °С в течение (30 ± 5) мин. Во время предварительного нагревания каждую пробу для защиты закрывают (например, алюминиевой фольгой, латексным резиновым напальчником и т. п.).

8.2.4 Для жидкостей с более высокой вязкостью испытуемые пробы нагревают в статоре до (90 ± 3) °С в течение (30 ± 5) мин.

Примечание 19 – Установлено, что данный этап предварительного нагревания является важным для метода испытания, установленного в настоящем стандарте, и других методов испытаний ASTM при критических низких температурах. Данная процедура нагревания предназначена для удаления эффектов памяти, которые могут возникнуть в результате предыдущих воздействий низких температур или структурных преобразований. Для масел с более высокой вязкостью может потребоваться проведение предварительного нагревания при более высоких температурах и с большей продолжительностью.

8.2.5 Испытательные ячейки снимают с источника предварительного нагревания, дают им остыть до комнатной температуры (25 ± 5) °С, после чего удаляют закрывающий пробу материал. (При обращении с горячими статорами следует проявлять осторожность.)

8.2.6 Устанавливают на статор пробку ячейки (рисунок 3) со шпинделем, удерживаемым зажимом, как показано на рисунке 3.

8.2.7 Индикатор погружения шпинделя (см. рисунок 1) должен находиться немного ниже уровня жидкости (чтобы учесть сжатие пробы масла при охлаждении до температуры анализа).

Примечание 20 – Это уменьшает степень нежелательных воздействий на пробу до проведения измерения вязкости.

Примечание 21 – Со шпинделем и прибором всегда обращаются с осторожностью. Для достижения более высокой прецизионности и точности следует периодически проверять калибровку каждого шпинделя с использованием стандартного масла (см. раздел 7). Не следует применять поврежденные или заметно искривленные шпиндели.

8.3 Размещение и обращение с пробами и вспомогательным оборудованием при проведении охлаждения и анализе

8.3.1 Воздушная камера

8.3.1.1 При применении воздушной камеры испытательные ячейки помещают на подставку для проб на поворотном столике, располагая при этом пробы стандартной жидкости в начале и в конце набора испытуемых проб (см. 7.3), а холостую пробу, указывающую температуру масла, – в центре подставки для проб (см. 8.1.1.2).

8.3.1.2 В воздушную камеру помещают как можно больше держателей из пробкового дерева (см. рисунок 4), располагая таким образом, чтобы они чрезмерно не ограничивали поток воздуха вокруг испытуемых проб внутри воздушной камеры. Закрывают крышку камеры и включают поворотный столик и воздушный компрессор.

8.3.1.3 Охлаждают пробы и корпуса из пробкового дерева в течение 16 ч.

8.3.2 Использование воздушной камеры с последующим окончательным выдерживанием в жидкостной бане

8.3.2.1 Если окончательное выдерживание и анализ испытуемых проб выполняют после их переноса в жидкостную баню, жидкостную баню доводят до необходимой температуры, соответствующей температуре холостой пробы масла (см. 8.1.1.2 и 8.3.1.1) в воздушной камере, не менее чем за 2 ч до начала анализа.

8.3.2.2 После 15,5 ч охлаждения в воздушной камере, используя охлажденные корпуса-держатели из пробкового дерева, все пробы быстро переносят в жидкостную баню для последующего выдерживания еще в течение получаса. Возвращают назад три или четыре держателя из пробкового дерева для их повторного охлаждения до конечной температуры воздушной камеры.

8.3.3 Программируемая жидкостная баня

8.3.3.1 При применении программируемой жидкостной бани предварительно нагретые пробы в испытательных ячейках помещают в соответствующие положения в бане при комнатной температуре (см. 8.6 для программируемых охлаждающих жидкостных бань).

8.3.3.2 Температура бани должна контролироваться с помощью отдельного аналогового или цифрового устройства измерения температуры с погрешностью вблизи испытательных ячеек $\pm 0,1$ °С (см. 6.9).

8.3.4 Жидкостная баня постоянной температуры с ячейками SimAir⁶⁾

8.3.4.1 При применении жидкостной бани постоянной температуры с ячейками SimAir⁶⁾ ее доводят до необходимой температуры и проверяют стабильность данной температуры в пределах $\pm 0,1$ °С. Температура бани должна контролироваться с помощью отдельного аналогового или цифрового устройства измерения температуры с погрешностью вблизи испытательных ячеек $\pm 0,1$ °С (см. 6.9).

8.3.4.2 Пробы погружают в баню в любое время для их последующего анализа через 16 ч после погружения.

Примечание 22 – Погружение статоров SimAir⁶⁾ в жидкостную баню может осуществляться в любое время. Однако для предотвращения влияния на контроль температуры пробы лучше не погружать в баню одновременно с проведением анализов вискозиметром Брукфильда.

8.4 Подготовка вискозиметра Брукфильда

8.4.1 Устанавливают вискозиметр в вертикальное положение, центрируя пузырек в пузырьковом уровне, расположенном на вискозиметре.

Примечание 23 – Важно, чтобы вискозиметр во время измерения был расположен вертикально, и во время анализа набора испытуемых проб рекомендуется периодически проверять данный уровень.

8.4.2 После включения питания вискозиметр без прикрепленного к нему шпинделя обнуляют.

8.4.2.1 Используют функцию автоматического обнуления, предусмотренную на цифровых моделях вискозиметра Брукфильда (см. инструкцию по эксплуатации вискозиметра).

8.4.3 В случае использования аналоговых вискозиметров Брукфильда для снятия показаний вязкости используют показание крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы и умножают это показание на обобщающий коэффициент, приведенный для каждого значения скорости в таблице 2, или в случае калибровки шпинделя для достижения наиболее высокой точности и прецизионности в соответствии с приложением А3 используют индивидуальный калибровочный коэффициент шпинделя, полученный в соответствии с указанным приложением.

8.4.4 В случае использования цифровых вискозиметров Брукфильда выбирают установочный параметр шпинделя (S64), который также подходит для шпинделей № 4, № 4B2 и шпинделей из композитных материалов, приведенных на рисунке 1. После выбора необходимого параметра клавишу выбора шпинделя следует сразу же нажать повторно для сохранения изменений. (**Предупреждение** – Если клавишу выбора шпинделя не нажать в течение 2 с, вискозиметр сохранит установочный параметр последнего использовавшегося шпинделя, что может привести к неправильному выбору шпинделя.)

8.4.4.1 На информационную панель цифровых вискозиметров будут выводиться показания как вязкости в сантипуазах (сП), так и крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы. Значение в процентах от полного диапазона шкалы используется при калибровке шпинделя (см. приложение А3), а также при установке правильной скорости для снятия показаний вязкости испытуемых или стандартных масел (см. 9.1).

8.5 Аналитическая процедура (протокол) для воздушных камер

8.5.1 После размещения испытуемых проб в подставке на поворотном столике при требуемой температуре бани (8.3.1.1) запускают таймер на 16 ч.

8.5.2 После завершения 16-часового периода охлаждения проб проверяют горизонтальное расположение вискозиметра для обеспечения нахождения привода в вертикальном положении (см. 8.4) и вискозиметр повторно обнуляют (см. 8.4.2).

8.5.3 Испытуемые пробы переносят по отдельности и анализируют следующим образом.

8.5.3.1 Отмечают температуру холостой пробы. Если ее значение не соответствует требуемому в пределах $\pm 0,3$ °С, настраивают воздушную охлаждающую камеру для достижения требуемой температуры. После того как температура холостой пробы достигнет требуемого значения, ожидают не менее 1 ч перед проведением анализа.

8.5.3.2 Анализируют каждую пробу по очереди, отключив сначала вращение поворотного столика и воздушный компрессор и дождавшись их полной остановки перед открытием воздушной охлаждающей камеры.

8.5.3.3 Открывают воздушную охлаждающую камеру и помещают одну испытательную ячейку в изолирующий корпус для ячеек, кондиционированные при заданной температуре, после чего извлекают изолированную ячейку из воздушной охлаждающей камеры для проведения анализа. За один раз извлекают не более одной пробы.

8.5.3.4 Сразу же закрывают воздушную охлаждающую камеру крышкой и снова включают поворотный столик и воздушный компрессор.

8.5.3.5 Переносят изолирующий держатель для ячеек с пробой к вискозиметру.

8.5.3.6 Помещают испытательную ячейку под вискозиметр, выравнивают гайку шпинделя с крепежной гайкой вискозиметра и присоединяют шпиндель, используя устройство быстрого крепления для минимального воздействия на пробу или завинчивая шпиндель на резьбу приводного вала. Следует отметить, что данное соединение имеет левую резьбу.

8.5.3.7 Снимают зажим шпинделя.

8.5.3.8 Наблюдая в окна корпуса из пробкового дерева, регулируют высоту шпинделя, вращая ручку регулировки вертикального положения на подставке для проб до тех пор, пока индикатор погружения шпинделя (см. рисунок 1) не сравняется с поверхностью масла. Регулировку индикатора погружения

шпинделя можно облегчить, поместив относительно холодный источник света, например фонарик или светодиод, за одним из окон корпуса из пробкового дерева и наблюдая положение шпинделя через другое окно.

Примечание 24 – Следует обеспечивать надлежащую глубину погружения шпинделя при испытании всех проб. Соблюдение требуемой глубины погружения необходимо для обеспечения приемлемых показателей воспроизводимости и повторяемости. Данные об испытаниях показывают, что отклонение погружения всего на 1,2 мм от отметки погружения может привести к ошибкам при определении вязкости.

8.5.3.9 Центрируют шпиндель в отверстии сверху пробки ячейки таким образом, чтобы ни одна из частей шпинделя не касалась стенок отверстия пробки в процессе измерения.

8.5.4 Снятие показаний с вискозиметра

8.5.4.1 В таблице 2 приведены настройки оборотов в минуту, при которых предположительно будут получены самые высокие значения крутящего момента головки вискозиметра Брукфильда (см. раздел 9).

8.5.4.2 Следует снова убедиться в том, что индикатор погружения на роторе находится на одном уровне с мениском масла. Включают двигатель вискозиметра и сразу же регулируют скорость вращения шпинделя для получения показаний крутящего момента приблизительно от 40 % до 80 % полного диапазона шкалы на вискозиметре (значение 50 % является оптимальным). Аналоговые вискозиметры отображают только значения крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы, в то время как некоторые цифровые вискозиметры одновременно отображают значения вязкости в сантипуазах (сП) и значения крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы (см. 8.4.4.1).

8.5.4.3 В случае воздушных охлаждающих камер во время переноса пробы и регулировки скорости шпинделя может происходить небольшое нагревание пробы. По этой причине охлаждение проводят для двух проб, устанавливая при этом для второй пробы оптимальное значение скорости шпинделя, полученное с использованием первой пробы (см. 8.2.1 и раздел 9).

8.5.5 Определение вязкости испытываемой жидкости

8.5.5.1 При использовании калиброванного шпинделя, после того как его скорость будет оптимизирована, отмечают наиболее высокое наблюдаемое значение крутящего момента и скорость вращения шпинделя. При использовании цифрового вискозиметра, обеспечивающего прямое отображение вязкости, просто считывают ее наибольшее значение. Используя указанные выше два значения и коэффициент калибровки, определенный для конкретного шпинделя в соответствии с приложением А3, вычисляют вязкость испытываемых жидкостей по следующей формуле:

$$\text{Вязкость} = \text{Коэффициент} \cdot \text{Крутящий момент} + \text{об/мин.}$$

8.5.5.2 При использовании стандартного метода для определения вязкости, после того как скорость шпинделя будет оптимизирована, отмечают наиболее высокое наблюдаемое значение крутящего момента и коэффициент, приведенный в таблице 2 для используемой скорости вращения, и применяют формулу, приведенную ниже. При использовании цифрового вискозиметра с непосредственным отображением значений вязкости просто считывают ее наибольшее значение.

$$\text{Вязкость} = (\text{Коэффициент из таблицы 2 для используемого значения об/мин}) \cdot \text{Крутящий момент}$$

8.5.5.3 При использовании воздушных охлаждающих камер для достижения наилучшей прецизионности анализ следует начинать не позднее чем через 30 с после извлечения пробы из камеры. Все измерения в бане должны быть выполнены в течение не более 60 с после запуска двигателя и установления оптимальной скорости (или в течение 90 с для проб с вязкостью выше 150 000 мПа·с). В случае цифрового вискозиметра для записи используют наиболее высокое значение вязкости, полученное во время измерения. Снимают два показания и записывают наибольшее из двух значений (см. таблицу 2 для выбора скорости/вязкости).

Примечание 25 – Только цифровые вискозиметры Брукфильда способны работать при скорости вращения шпинделя 120 об/мин. Скорость вращения шпинделя аналоговых приборов ограничивается значением 60 об/мин.

Примечание 26 – В случае измерений для маловязких жидкостей, например гидравлических, проведение калибровки шпинделей с использованием процедуры, приведенной в приложении ХЗ, а также использование двух проб испытываемой жидкости при применении воздушной охлаждающей бани является особенно важным.

8.5.5.4 Записывают показание вязкости (мПа·с), скорость вращения шпинделя (об/мин) и температуру испытания (°C).

8.5.6 Использование жидкостной бани для окончательного выдерживания и анализа проб после их кондиционирования в воздушной бане

8.5.6.1 При применении жидкостной бани постоянной температуры использование стандартных масел в начале и в конце серии испытаний, как указано в 8.2.2.1, не требуется. Для проведения анализа необходимо определение вязкости только в начале серии испытаний, данная вязкость не используется для установки температуры, а служит в качестве указателя, все ли надлежащим образом функционирует в системе в целом (например, температура, вискозиметр, шпиндели и т. д.). Если значение вязкости стандартного масла не соответствует установленному для него значению в пределах прецизионности метода, то анализ следует повторить, устранив при необходимости все механические неисправности.

8.5.6.2 За 2 ч до применения жидкостной бани устанавливают ее на такую температуру, при которой должно осуществляться окончательное получасовое выдерживание. Следует убедиться, что температура бани стабильна и прецизионный термометр отображает достоверное значение.

8.5.6.3 Устанавливают головку вискозиметра Брукфильда в соответствующее положение для анализа, выравнивают ее и обнуляют вискозиметр (см. 8.4.1).

8.5.6.4 По истечении 15,5 ч охлаждения испытуемой пробы в воздушной охлаждающей камере и при нахождении камеры и жидкостной бани при одинаковой температуре переносят испытуемые пробы в предварительно охлажденных корпусах из пробкового дерева (см. 8.3.1.2) и погружают их в жидкостную баню для последующего анализа после выдерживания в течение 0,5 ч. Корпусы из пробкового дерева должны быть сразу же возвращены в воздушную охлаждающую камеру для повторного охлаждения и последующего повторного использования.

8.5.6.5 Испытательную ячейку устанавливают под вискозиметр и присоединяют шпиндель к приводному валу вискозиметра, используя устройство быстрого крепления (см. рисунок 3) (при его наличии) или завинчивая шпиндель на резьбу приводного вала. Следует отметить, что данное соединение имеет левую резьбу.

8.5.6.6 Снимают зажим шпинделя, обеспечивая минимальное воздействие шпинделя на пробу.

8.5.6.7 Доводят индикатор погружения шпинделя до поверхности испытуемой жидкости (см. примечание 26 о необходимости проявления осторожности на данном этапе).

8.5.6.8 Следует убедиться в том, что шпиндель отцентрирован и не касается стенок отверстия в пробке ячейки.

8.5.6.9 Определение вязкости испытуемого масла проводят согласно 8.5.4.

Примечание 27 – При применении жидкостной бани с постоянной температурой для поддержания температуры испытуемой пробы ограничения, указанные в 8.5.4.3, касающиеся снятия показаний крутящего момента, отсутствуют, за исключением того, что вся серия испытаний должна быть завершена в течение 2 ч для обеспечения максимального времени воздействия на пробу не более 18 ч.

8.6 Аналитическая процедура для программируемых жидкостных бань

8.6.1 Программируют контроллер температуры на выполнение программы линейного изменения температуры для получения режима охлаждения, указанного в приложении А2.

8.6.2 Предварительно нагретые и собранные испытательные ячейки с пробами размещают в бане и запускают программу.

8.6.3 Через 15 ч выдерживания проверяют температуру в бане вблизи испытательных ячеек, используя сертифицированный термометр. Если значение температуры не соответствует требуемому значению в пределах $\pm 0,1$ °С, но соответствует данному значению в пределах $\pm 0,3$ °С, то регулируют температуру до необходимого значения и ожидают 1 ч до начала испытания. Если значение температуры не соответствует требуемому значению в пределах $\pm 0,3$ °С, то температура должна быть скорректирована, затем вся процедура испытания должна быть выполнена повторно.

8.6.4 По истечении 16 ч проводят анализ проб в соответствии с процедурой, приведенной в 8.5.4, и вычисляют вязкость согласно 8.5.5.

8.7 Аналитическая процедура для жидкостных бань постоянной температуры с использованием статоров SimAir⁶⁾

8.7.1 Выполняют процедуру согласно 8.2.

8.7.2 Через 15 ч выдерживания проверяют температуру в бане вблизи испытательных ячеек, используя сертифицированный термометр. Если значение температуры не соответствует требуемому значению в пределах $\pm 0,1$ °С, но соответствует данному значению в пределах $\pm 0,3$ °С, то регулируют

температуру до необходимого значения и ожидают 1 ч до начала испытания. Если значение температуры не соответствует требуемому значению в пределах $\pm 0,3$ °С, то температура должна быть скорректирована, затем вся процедура испытания должна быть выполнена повторно.

8.7.3 По истечении 16 ч проводят анализ каждой пробы в соответствии с 8.5.4.

8.7.4 Вычисляют вязкость испытуемой пробы в соответствии с 8.5.5.

8.8 После завершения испытания с применением любой из четырех процедур удаляют содержимое ячеек и промывают все компоненты с использованием подходящего углеводородного растворителя, обеспечивая чистоту и отсутствие масла на всех деталях.

9 Выбор значения оборотов в минуту (об/мин)

9.1 Поскольку смазочные материалы и жидкости при низких температурах могут быть неньютоновскими, скорость шпинделя, выбираемая для измерения вязкости испытуемой жидкости, может оказывать сильное влияние на результирующую вязкость (см. приложение X1). По этой причине для обеспечения прецизионности метода вязкость испытуемой жидкости лучше всего определять на самой высокой скорости, которая позволяет получить значение крутящего момента. Однако в случае неизвестной пробы важно начинать испытание с меньшей скорости и постепенно доводить ее до значения, которое позволит получить значение крутящего момента выше 20 %.

9.2 Если предполагаемое значение кажущейся вязкости известно, используют наиболее высокую скорость вращения шпинделя, соответствующую диапазону известной вязкости. При выборе соответствующих значений оборотов в минуту используют таблицу 2.

9.2.1 Если текущая скорость шпинделя является недостаточно высокой для получения крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы более 20 %, выбирают следующую более высокую скорость.

9.3 Если для анализа пробы применяется воздушная охлаждающая камера и предполагаемый диапазон вязкости для пробы неизвестен, то первую пробу следует использовать для определения наиболее высокого значения оборотов в минуту, которое позволит получить приемлемое показание вискозиметра. Определение данного значения проводят последовательным увеличением скорости от 0,6 до 100 об/мин. Испытание второй пробы выполняют при предварительно определенной скорости и записывают в протокол результат испытания только для данной пробы.

10 Вычисления

10.1 Вычисляют вязкость при температуре испытания испытуемого или стандартного масла в соответствии с 8.5.4 и 8.5.5.

10.2 Оценка напряжения и скорости сдвига на поверхности шпинделя Брукфильда может быть проведена с использованием процедуры, приведенной в приложении X3.

11 Протокол испытания

11.1 Обычный протокол испытания содержит идентификационные сведения о жидкости, измеренное значение вязкости, температуру испытания и скорость вращения шпинделя. Данные о скорости вращения шпинделя необходимы для того, чтобы различные лаборатории применяли одни и те же скорости сдвига.

11.2 В тех случаях, когда настоящий метод используется для проведения сравнительного испытания между лабораториями, полный протокол испытания должен содержать данные об испытуемой жидкости согласно разделу 9, включая идентификационные сведения о ньютоновской стандартной жидкости, две пробы которой при проведении испытания располагались до и после пробы испытуемой жидкости, стандартное значение ее вязкости при температуре измерения, значение ее кажущейся вязкости, измеренное в лаборатории, калибровочный коэффициент шпинделя (см. приложение A3) и скорость шпинделя, при которой проводилось испытание.

Примечание 28 – Данные о стандартной жидкости необходимы для того, чтобы различные лаборатории проводили испытания при одних и тех же значениях температуры, скорости сдвига и в одинаковых вискозиметрических условиях.

12 Прецизионность и смещение метода ⁸⁾

12.1 Показатели прецизионности

12.1.1 Прецизионность

Показатели прецизионности настоящего метода с использованием воздушной охлаждающей камеры, полученные в результате статистической обработки данных межлабораторных испытаний в диапазоне значений температуры от минус 18 °С до минус 40 °С и в диапазоне значений вязкости от 1000 до 900 000 мПа, приведены ниже.

12.1.2 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Повторяемость = 3,4 % от среднеарифметического значения двух результатов.

12.1.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Воспроизводимость = 20,6 % от среднеарифметического значения двух результатов.

12.1.4 Прецизионность

Показатели прецизионности настоящего метода с использованием жидкостной бани SimAir ⁶⁾, полученные в результате статистической обработки данных межлабораторных испытаний в диапазоне значений температуры от минус 18 °С до минус 40 °С и в диапазоне значений вязкости от 1000 до 900 000 мПа, приведены ниже.

12.1.4.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Повторяемость = 11,0 % от среднеарифметического значения двух результатов.

12.1.4.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Воспроизводимость = 28,5 % от среднеарифметического значения двух результатов.

12.1.4.3 Смещение метода

Смещение между результатами определения кажущейся вязкости проб, полученных с использованием приборов с различными охлаждающими системами, отсутствует.

12.2 Общие сведения

12.2.1 Сведения о межлабораторных испытаниях

В межлабораторных испытаниях принимали участие двенадцать лабораторий, испытания проводились для семи проб с вязкостью от 1000 до 900 000 мПа·с при температуре от минус 18 °С до минус 40 °С. Прецизионность метода с использованием программируемых жидкостных бань не была достоверной и в настоящее время изучается подкомитетом D02.07. Показатели прецизионности метода для жидкостей со значениями вязкости в диапазоне от 500 до 1700 мПа·с, например для гидравлических жидкостей, приведены в отдельном межлабораторном исследовании и указаны в приложении X4.

12.2.2 Для проведения испытаний использовались аналоговые и цифровые вискозиметры Брукфильда с калиброванными и некалиброванными шпинделями.

⁸⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1673.

Приложения А (обязательные)

А1 Применение интерполяции данных на основании зависимости вязкости по Брукфильду от температуры

А1.1 В некоторых случаях вязкость по Брукфильду при одной температуре может не являться достоверной характеристикой поведения автомобильной смазочной жидкости при низкой температуре и низкой скорости сдвига. В этих случаях часто используют значения вязкости по Брукфильду при других значениях температуры и строят вязкостно-температурные графики зависимости.

А1.2 Графики зависимости вязкости по Брукфильду от температуры строят путем измерения вязкости по Брукфильду не менее чем при трех значениях температуры и проведением плавной кривой на диаграмме типа «вязкость – температура» (см. ASTM D341).

А1.2.1 Значения вязкости по Брукфильду определяют при наиболее высокой из скоростей вращения шпинделя, позволяющих получить показания на используемой аналоговой или цифровой модели вискозиметра (см. раздел 9).

А1.2.2 Не следует сравнивать данные, полученные с использованием аналоговых и цифровых вискозиметров Брукфильда при разных скоростях шпинделя.

А1.3 Если для получения интерполированных значений вязкости используются графики зависимости вязкости по Брукфильду от температуры, то интерполированные значения вязкости должны находиться в пределах температурного диапазона, соответствующего измеренным значениям вязкости жидкости.

А1.3.1 Следует избегать проведения экстраполяции за пределы диапазона измеренных данных по вязкости, поскольку автомобильные жидкости при низкой температуре могут непрогнозируемо формировать гелеобразные структуры.

Примечание А1.1 – Температуру, при которой будет наблюдаться гелеобразование, можно оценить при использовании метода по ASTM D5133 – другого метода испытания по Брукфильду, предусматривающего использование шпинделя большего диаметра и более плотно прилегающего стеклянного статора.

А1.3.2 Значения вязкости по Брукфильду, наносимые на графики, которые сравниваются между лабораториями, должны быть получены при одинаковом достаточно высоком значении оборотов в минуту для обеспечения чувствительности при любой температуре, применяемой в каждой лаборатории.

Примечание А1.2 – Неньютоновское поведение обуславливает зависимость значений вязкости по Брукфильду от значения оборотов в минуту. Если измерения вязкости выполняются в разных лабораториях при разных скоростях вращения шпинделя, полученные значительно различающиеся значения вязкости могут привести к явной путанице.

А2 Типовые скорости охлаждения пробы в воздушных камерах Брукфильда

А2.1 Настоящее приложение предназначено для использования в качестве руководства для изготовителей охлаждающих камер Брукфильда.

А2.2 Скорости охлаждения проб в камерах Брукфильда имеют важное значение, поскольку формирование гелеобразных структур в некоторых автомобильных жидкостях зависит от времени и, соответственно, от скорости охлаждения. Гелеобразование влияет на результат определения кажущейся вязкости по Брукфильду.

А2.3 Температура пробы, погруженной в предварительно охлажденную камеру, должна соответствовать следующей формуле:

$$dS / dt = k(S - B), \quad (A2.1)$$

где S – температура пробы в момент наблюдения;
 t – время, прошедшее с начала охлаждения;
 B – температура охлаждающей камеры;
 k – константа охлаждения в единицах времени⁻¹.

Из формулы (А2.1) получают следующую формулу:

$$(S - B) = Ce^{kt}, \quad (A2.2)$$

где S – постоянная интегрирования;
 e – основание натурального логарифма 2,7182+.

Формулу (A2.2) можно легко представить графически в следующем виде:

$$\ln \frac{(S - B)}{A} = \ln C + kt. \quad (A2.3)$$

A2.4 Если значения температуры выражены в градусах Фаренгейта, охлаждение пробы в типовой воздушной камере происходит при значении k , которое может находиться в диапазоне от минус 0,12 до минус 0,040 со средним значением минус 0,08. Постоянная интегрирования C характеризует разность значений температуры пробы и бани при нулевом времени выдерживания. Для циклов испытания значение $\ln C$ находится между значениями 4,45 и 4,80. Камеры, которые охлаждают пробы со скоростями, определенными указанными предельными значениями, и отвечают другим требованиям метода, являются приемлемыми для измерения вязкости по Брукфильду автомобильных смазочных жидкостей.

A3 Калибровка шпинделей с использованием ньютоновской стандартной жидкости

A3.1 В настоящем приложении приведены этапы калибровки новых или ранее использовавшихся шпинделей для определения вязкости по Брукфильду при низких температурах. Проведение данной калибровки может вернуть непригодные для использования шпиндели в рабочее состояние (см. 7.2).

A3.2 Результаты испытаний показали, что общие коэффициенты, приведенные в таблице 2, применимы только в том случае, если шпindel находится в приемлемом состоянии. Однако в процессе эксплуатации шпиндели могут подвергаться некоторому постоянному изгибающему воздействию, в результате которого биение становится чрезмерным (см. 6.2.2). В этом случае незначительно изогнутые шпиндели могут быть восстановлены для дальнейшего использования путем калибровки.

Примечание A3.1 – Примеры, демонстрирующие соответствие между обобщенными коэффициентами, приведенными в таблице 2, и коэффициентами, полученными в результате калибровки, для шпинделей в рабочем состоянии, а также коррекцию непригодных к использованию шпинделей путем калибровки приведены в таблице A3.1.

Шпиндели A, C, D в таблице A3.1 имеют приемлемое биение. Соответствие между обобщенными коэффициентами из графы 6, и полученными в результате калибровки коэффициентами, разделенными на значение оборотов в минуту, из графы 10 является приемлемым, о чем свидетельствует процентная погрешность определения вязкости с использованием каждого коэффициента по сравнению с известной вязкостью, приведенной в графе 2, при температуре испытания, приведенной в графе 3. Значения погрешности колеблются в пределах от 0,0 % до минус 9,4 % для обобщенного коэффициента и от 0,1 % до минус 2,7 % для коэффициента после калибровки.

Для шпинделя B было установлено наличие биения 5 мм. В этом случае для шпинделя B погрешность измеренного значения вязкости при использовании обобщенного коэффициента по сравнению с действительным значением вязкости составит от 64,5 % до 70,4 %. Однако после калибровки шпинделя погрешность упала до приемлемых значений в пределах диапазона от минус 0,2 % до 2,3 %, в результате чего рабочее состояние шпинделя было восстановлено.

Таблица A3.1 – Калибровка шпинделя для улучшения прецизионности метода и восстановления рабочего состояния шпинделя

Номер шпинделя	Известная вязкость, мПа·с	Температура анализа, °C	Скорость вращения шпинделя	Крутящий момент, % от полного диапазона шкалы	Общий коэффициент при использованной скорости вращения шпинделя, об/мин	Значение вязкости, полученное с использованием обобщенного коэффициента, мПа·с	Погрешность, %	Калибровочный коэффициент	Калибровочный коэффициент, разделенный на скорость вращения шпинделя, об/мин	Значение вязкости, полученное с использованием калибровочного коэффициента, мПа·с	Погрешность, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
A	20 794	-40	12	38,2	500	19 200	-7,7	6472	539	20 603	-0,9
B ^A			12	67,1 ^A		34 200	64,5	3711	309	20 749	-0,2
C			12	40,9		20 600	-0,9	6018	502	20 525	-1,3
D			12	41,5		20 800	0,0	6019	502	20 805	0,1
A	40 439	-20	6	38,3	1000	38 200	-5,5	6472	1079	41 098	1,6
B ^A			6	67,3 ^A		68 900	70,4	3711	618	41 374	2,3
C			6	39,6		40 000	-1,1	6018	1003	40 085	-0,9
D			6	40,7		40 800	0,9	6019	1003	41 020	1,4
A	12 916	-10	12	23,3	500	11 700	-9,4	6472	539	12 567	-2,7

Окончание таблицы А3.1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
B ^A			12	41,6		21 600	67,2	3711	309	12 864	-0,4
C			12	25,7		13 000	0,7	6018	502	13 040	1,0
D			12	26,4		13 300	3,0	6019	502	13 231	2,4

^A Шпиндель со значительным биением (качением).

А3.3 Выбор и использование стандартной жидкости для калибровки

А3.3.1 Выбирают ньютоновское стандартное масло с известным вязкостно-температурным диапазоном, охватывающим диапазон, в котором должны быть проведены испытания проб неизвестных жидкостей.

А3.3.1.1 Выбранное ньютоновское стандартное масло будет эффективным при любых значениях температуры и вязкости в пределах диапазона низких температур, указанного в маркировке, вследствие ньютоновской природы жидкости.

А3.4 По возможности предпочтительно калибровать шпиндель в охлаждающей жидкостной бане с надлежащим контролем температуры при низкой температуре, указанной в маркировке калибровочной жидкости.

Примечание А3.2 – Допускается использование воздушных охлаждающих камер, однако калибровка при их использовании является менее точной из-за нагревания, которое происходит в течение периода времени, требуемого для сбора калибровочных данных. Указанный недостаток в некоторой степени может быть устранен (см. примечание А3.4).

А3.5 Процедура калибровки

Примечание А3.3 – Эффективно осуществлять калибровку одновременно нескольких шпинделей, используя калибровочную жидкость одного типа.

А3.5.1 На калибруемые шпиндели наносят неудаляемую отметку для последующей их идентификации во время последующей эксплуатации.

А3.5.2 Заполняют испытательные ячейки калибровочной жидкостью до соответствующего уровня. Поскольку калибровочная жидкость является ньютоновской, проведение ее предварительного кондиционирования не требуется (см. примечание 19).

А3.5.3 Доводят охлаждающую жидкостную баню или охлаждающую воздушную камеру до требуемой температуры.

А3.5.4 Выдерживают калибровочные испытательные ячейки в охлаждающей жидкостной бане при температуре калибровки в течение 2 ч. Однако также необходимо иметь пробы, выдержанные в течение ночи в охлаждающей воздушной камере.

А3.5.5 В соответствии с процедурой, приведенной в настоящем методе, присоединяют шпиндель к вискозиметру и устанавливают индикатор погружения на поверхности калибровочной жидкости.

А3.5.6 Используя охлаждающую жидкостную баню, измеряют крутящий момент в процентах от полного диапазона шкалы при пяти значениях скорости, позволяющих получить значения крутящего момента от 5 % до 90 % полного диапазона шкалы.

Примечание А3.4 – Необходимо использовать показания крутящего момента в процентах от полного диапазона шкалы, но не показания вязкости, поскольку целью проведения калибровки является внесение поправок с целью устранения погрешности в показаниях вязкости.

А3.5.6.1 Используя охлаждающую воздушную камеру, измеряют крутящий момент в процентах от полного диапазона шкалы при трех значениях скорости, позволяющих получить значения крутящего момента от 10 % до 90 % от полного диапазона шкалы. Все три показания должны быть сняты в течение одной минуты от начала анализа при определенной выбранной скорости. Поскольку существует вероятность незначительного нагревания пробы, проведение измерений начинают при наиболее высокой скорости, позволяющей получить значения по шкале крутящего момента, уменьшают скорость до получения значения в середине шкалы и затем – до значения в диапазоне от 5 % до 20 %.

Примечание А3.5 – При калибровке шпинделя предпочтительно после проведения измерения при каждой скорости возвращать ячейку со стандартным маслом в воздушную камеру и выдерживать пробу для повторного охлаждения, после чего проводить измерение при следующей требуемой скорости.

А3.6 Вычисление и использование калибровочного коэффициента

А3.6.1 Используя компьютерную программу для работы с электронными таблицами, например Excel (или эквивалентную программу), или с помощью статистического анализа данных методом

наименьших квадратов находят уравнение наилучшей прямой линии, связывающей полученные значения крутящего момента в процентах и значения скорости шпинделя, как показано на рисунке А3.1.

А.3.6.1.1 В результате построения графика зависимости крутящего момента от скорости должна быть получена линейная зависимость, показанная на рисунке А3.1, дополнительно подтвержденная приведенным выше значением коэффициента детерминации R^2 , составляющим 0,999 и отражающим высокую линейную зависимость между двумя значениями.

Примечание А3.6 – Высокое значение R^2 характеризует способность вискозиметра Брукфильда обеспечивать получение точных результатов в широком диапазоне значений скорости и вращающего момента.

А.3.6.1.2 Графический анализ рисунка А3.1 также показывает, что отрезок, отсекаемый на оси крутящего момента, составляет 0,0993 %. Данное низкое значение указывает только на желательный низкий уровень механического трения в головке вискозиметра.

Примечание А3.7 – При успешном завершении калибровки большее значение отсекаемого отрезка (значение отрезка, равное или превышающее 2) предполагает наличие проблем с вискозиметром и, вероятно, потребность в проверке, очистке или ремонте.

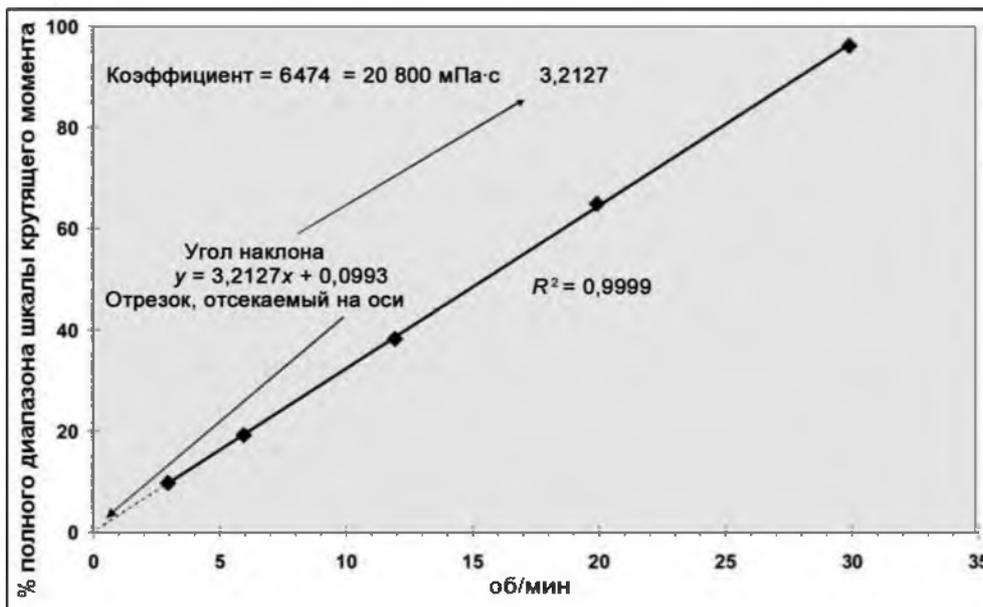


Рисунок А3.1 – Калибровка шпинделя при температуре калибровки с использованием ньютоновского масла с вязкостью 20 800 мПа·с

А3.6.2 Делением известного значения вязкости стандартного калибровочного масла на угол наклона наилучшей прямой линии, связывающей данные (полученной путем линейного регрессионного анализа), получают калибровочный коэффициент:

Калибровочный коэффициент = вязкость калибровочного масла / угол наклона линии регрессии

Примечание А3.8 – В соответствии с информацией, приведенной на рисунке А3.1, калибровочный коэффициент составляет 6474.

А3.6.3 Калибровочный коэффициент, определенный таким образом, применим при всех значениях температуры и вязкости.

А3.6.4 Для расчета вязкости неизвестной испытуемой жидкости с помощью калибровочного коэффициента шпинделя применяют следующую формулу:

Вязкость = калибровочный коэффициент ×
× крутящий момент в процентах от полного диапазона шкалы ÷ скорость вращения шпинделя в об/мин

Примечание А3.9 – Пример: вязкость = 6474 · 36,4 + 12,0 = 19 600 мПа·с.

А3.6.5 Другое применение калиброванного шпинделя – измерение жидкости с известной вязкостью для определения корректности показаний температуры охлаждающей воздушной или охлаждающей жидкостной бани.

A3.7 Калибровочный коэффициент шпинделя является наиболее точным при применении для прибора Брукфильда, с использованием которого было получено калибровочное значение.

Примечание A3.10 – Если шпиндель предназначен для использования более чем с одним вискозиметром Брукфильда, рекомендуется проводить его калибровку для каждого из вискозиметров Брукфильда, с которым он может применяться.

Примечание A3.11 – Шпиндели рекомендуется периодически калибровать с регистрацией калибровочных значений для обнаружения любых существенных изменений с течением времени, касающихся отдельных шпинделей, управления баней или вискозиметра.

A4 Оценка фактической температуры испытания по наблюдаемой вязкости по Брукфильду ньютоновской стандартной жидкости

A4.1 В настоящем приложении приведен метод оценки фактической температуры, при которой проводилось испытание пробы стандартной жидкости. Наиболее вероятной причиной значительного расхождения между значением установленной температуры испытания и расчетным фактическим значением температуры испытания является погрешность в системе контроля и мониторинга температуры, однако заметные отклонения могут быть также вызваны погрешностью в глубине погружения шпинделя и неисправностью вискозиметра. Если функционирование вискозиметра и глубина погружения шпинделя являются удовлетворительными, то рассчитанное отклонение между установленной и фактической температурой испытания является количественной характеристикой погрешности в системе контроля и мониторинга температуры.

A4.2 Известные константы расчета

A4.2.1 Вязкостно-температурная функция стандартной жидкости приводится в ее маркировке.

A4.2.2 Калибровочные коэффициенты Брукфильда приведены в разделе 8.

A4.2.3 Показание по шкале и значение оборотов в минуту для стандартной эталонной жидкости отмечают по прибору.

A4.2.4 Установленное значение температуры испытания является заданным условием испытания.

A4.3 Расчет

A4.3.1 Определение вязкости по Брукфильду:

$$\text{Вязкость по Брукфильду} = \text{наблюдаемое показание по шкале} \times \text{калибровочный коэффициент Брукфильда.}$$

A4.3.2 Определяют константы A и B по формулам (A2.2), (A2.3), приведенным в приложении ASTM D341. Используют значения вязкости двух стандартных жидкостей при двух температурах, близких к установленной температуре испытания.

A4.3.3 Рассчитывают Z , используя значение вязкости по Брукфильду, по формуле (A2.3), приведенной в приложении ASTM D341.

A4.3.4 Рассчитывают фактическую температуру испытания T , °F, используя формулу (A2.2), приведенную в приложении ASTM D341, в следующем виде:

$$T = (\text{antilog}(A - \log \log Z) / B) - 460. \quad (\text{A4.4})$$

A4.3.5 Рассчитывают $\Delta T = T -$ установленное значение температуры испытания.

A4.4 Пример

Установленное значение температуры – минус 30 °F (минус 34,4 °C).

Наблюдаемое показание по шкале при 12 об/мин – 49,5.

Вязкость стандартной жидкости при минус 20 °F (минус 28,9 °C) – 11 360.

Вязкость стандартной жидкости при минус 30 °F (минус 34,4 °C) – 28 580.

Коэффициент Брукфильда при 12 об/мин – 500.

Вязкость по Брукфильду – $49,5 \times 500 = 24\,750$.

Используя диаграммы, приведенные в приложении ASTM D341:

– формула (A2.3) – Z (минус 30 °F) = 28 580,7;

– формула (A2.3) – Z (минус 20 °F) = 11 360,7;

– формула (A2.2) – $A = 11,44\,162$;

– формула (A2.2) – $B = 4,098\,27$;

– формула (A2.3) – Z наблюдаемое = 24 750,7;

СТБ 1419-2014

- $T = (\text{antilog}(11,44162 - \log \log 24\,750,7) / 4,098\,27) - 460$;
- $T = 28,52\text{ °F}$ или минус $33,62\text{ °C}$;
- $\Delta T = 1,48\text{ °F}$ или $0,78\text{ °C}$.

A4.5 Интерпретация полученного значения

Отклонение температуры от установленного значения, равное $0,78\text{ °C}$, более чем в два раза превышает допустимое отклонение температуры бани ($0,3\text{ °C}$). Это свидетельствует о возможных погрешностях системы контроля температуры или измерения. Тем не менее следует также проверить отсутствие погрешности в глубине погружения шпинделя и неисправности вискозиметра. Данные, полученные для проб при проведении текущей серии испытаний, в протокол не вносятся.

Приложения X (справочные)

X1 Поведение неньютоновской и ньютоновской жидкостей при низкой температуре и низкой скорости сдвига в вискозиметрии Брукфильда

X1.1 Настоящее приложение объясняет причину зависимости вязкости по Брукфильду от значений вискозиметра оборотов в минуту. При низкой температуре многие смазочные материалы на основе минеральных масел образуют чувствительные к скорости сдвига парафиновые или парафин-полимерные гели. В идеальном случае этот гель, видимо, обладает пределом прочности или сопротивлением течению, которые проявляются в измерениях Брукфильда в виде кажущегося усилия (показание по шкале), которое необходимо приложить перед тем, как шпindel начнет вращаться.

X1.2 Ньютоновская жидкость, приведенная на рисунке X1.1, не обладает пределом текучести, и показание по шкале прямо пропорционально скорости вращения шпинделя в оборотах в минуту. Ее вязкость по Брукфильду пропорциональна углу наклона (показание по шкале/об/мин). Этот угол наклона не меняется с изменением скорости вращения шпинделя.

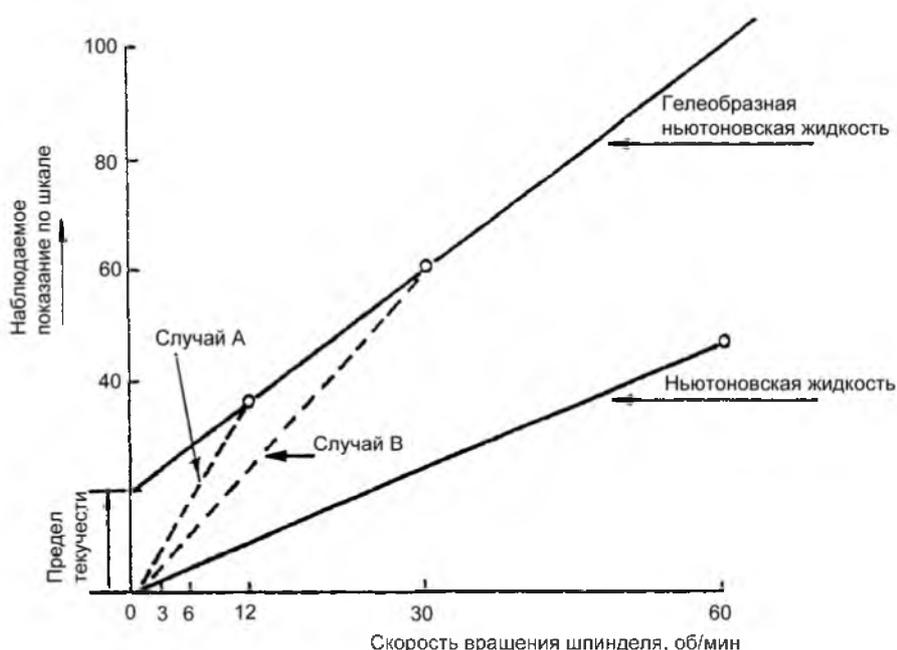


Рисунок X1.1 – График зависимости вязкости по Брукфильду от значения оборотов в минуту

X1.3 Показанная на рисунке X1.1 зависимость показаний по шкале/об/мин для неньютоновского масла имеет предельное показание по шкале при экстраполяции до 0 об/мин. Данное предельное показание, экстраполированное до 0 об/мин, является кажущимся пределом текучести. Из-за наличия кажущегося предела текучести вязкость неньютоновской жидкости зависит от значений оборотов в минуту следующим образом:

Случай	Скорость вращения шпинделя, об/мин	Показание по шкале	Угол наклона	Кажущаяся вязкость по Брукфильду, мПа·с
А	12	36	3	18 000
В	30	60	2	12 000

X1.4 Для неньютоновской жидкости сильная зависимость вязкости от значений оборотов в минуту определяется углом наклона по Брукфильду. Этот угол наклона всегда рассчитывается от линии, проведенной из начала координат (показание по шкале 0/об/мин) к наблюдаемому значению по шкале/установленному значению оборотов в минуту. При наличии кажущегося предела текучести данный угол наклона имеет гораздо более высокое значение при низких об/мин, чем при высоких.

СТБ 1419-2014

X1.5 Из-за большого влияния кажущегося предела текучести на вязкость по Брукфильду крайне важно, чтобы жидкие смазочные материалы, соответствующие одной классификации вязкости, сравнивались при одинаковых значениях оборотов в минуту.

X1.6 В идеальном случае значение кажущегося предела текучести можно вычесть из значения показания по шкале прибора для получения значения постоянного угла наклона (показание по шкале оборотов в минуту). Полученное значение может применяться в качестве калибровочного коэффициента для получения значений вязкости «течения», которые могут быть полезны для корреляции некоторых эксплуатационных характеристик при низкой температуре.

X1.7 На практике зависимости «показание по шкале оборотов в минуту» могут быть линейными не полностью. При механическом разрушении гелеобразной структуры и (или) выравнивании характеристик потока кривая зависимости «показание по шкале об/мин» может быть слегка вогнута к оси оборотов в минуту. Вследствие того, что для определения указанной зависимости требуются проведение длительных измерений, нагревание проб может также вызывать некоторое искривление кривой зависимости.

X2 Типичные вязкости стандартных жидкостей

X2.1 Вязкостно-температурная зависимость каждой стандартной жидкости указывается поставщиком на ее упаковке. В следующей таблице приведены типичные значения вязкости стандартных жидкостей:

Стандартная жидкость	Температура, °C	Типичная вязкость, мПа·с	Максимальное изменение вязкости, обусловленное отклонением температуры на 0,3 °C, мПа·с
N27B	-28,9	5300	245
	-34,4	12 750	701
	-40,0	36 940	2324
N115B	-6,7	5970	254
	-12,2	13 360	591
	-17,8	32 310	1589
	-23,3	81 460	4823
	-28,9	253 700	16 972

X3 Формулы расчета напряжения сдвига и скорости сдвига для вискозиметров Брукфильда LV со шпинделями LV-4

X3.1 Напряжение сдвига (или предел текучести):

$$T = 1,253 \times M, \quad (X3.1)$$

где T – напряжение сдвига, Па;

M – показание по шкале прибора;

1,253 – константа, определяемая размером шпинделя и константой пружины вискозиметра.

X3.2 Скорость сдвига (y стенки шпинделя LV-4 внутри испытательной ячейки диаметром 22,25 мм):

$$S = 0,2156 \times \text{об/мин}, \quad (X3.2)$$

где S – скорость сдвига, с^{-1} ;

об/мин – скорость вращения, об/мин;

0,2156 – константа, определяемая радиусом шпинделя и внутренним диаметром испытательной ячейки.

Примечание X3.1 – Формулы, полученные из материалов компании Brookfield Engineering Laboratories, Inc. Для получения более подробной информации по выводу данных формул следует обращаться в указанную компанию.

X4 Определение вязкости гидравлических масел

X4.1 В настоящем приложении приведена информация относительно прецизионности метода испытания при определении кажущейся вязкости гидравлических масел. Были проведены испытания для шести гидравлических масел, охватывающих диапазон температур минус 10 °C, минус 15 °C и

минус 20 °С и диапазон вязкости приблизительно от 500 до 1900 мПа·с, в десяти лабораториях. Результаты программы совместных межлабораторных испытаний в 1993 г. имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International ⁹⁾.

X4.2 Метод по ASTM D2983-87 применялся в указанном исследовании с уточнением 10.3, приведенным ниже.

X4.2.1 Пробы кондиционировали при (80 ± 3) °С в течение (60 ± 5) мин и охлаждали при комнатной температуре в течение не менее 60 мин до переноса в охлаждающую баню.

X4.2.2 Испытания соответствующих стандартных жидкостей проводились в начале и в конце каждого набора проб, чтобы изменение температуры пробы в результате открытия и закрытия охлаждающей камеры не превышало 0,4 °С.

X4.2.3 Была сделана попытка завершить испытание в течение 30 с после извлечения пробы из охлаждающей камеры; испытание было завершено в течение не более 60 с.

X4.2.4 Серия испытаний была завершена в течение 1 ч, при этом максимальное время выдержки для каждой пробы не превышало 17 ч.

X4.3 Прецизионность

Примечание X4.1 – Неудовлетворительная прецизионность настоящего метода для гидравлических масел непосредственно связана с размером используемого шпинделя (при проведении сличительных испытаний для настоящего метода в отношении гидравлических масел использовался шпиндель № 4). Это связано с тем, что вязкость данных жидкостей значительно ниже, чем вязкости, для которых был разработан оригинальный метод испытания. Низкие значения вязкости обуславливают нахождение значений крутящего момента в менее точной области показаний вискозиметра. Впоследствии испытания проводились с использованием цилиндрического ротора № 3 для увеличения крутящего момента до значений, находящихся в области более точных показаний вискозиметра.

X4.3.1 Показатели прецизионности настоящего метода испытания, определенные в соответствии с документом ADJD6300 (ранее известном как программа ASTM D2PP) ¹⁰⁾, приведены ниже. Данные показатели установлены с использованием проб с вязкостью от 500 до 1700 мПа·с и являются достоверными в пределах данного диапазона значений вязкости. Неопределенности показателей прецизионности будут увеличиваться по мере удаления измеренных значений вязкости за пределы указанного диапазона.

X4.3.2 Повторяемость

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Повторяемость = 44 мПа·с.

X4.3.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени, только в одном случае из двадцати может превысить значение, приведенное ниже.

Воспроизводимость = 141 мПа·с.

⁹⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1486.

¹⁰⁾ ADJD6300 отменен и не доступен для приобретения в ASTM International.

Ответственный за выпуск *Т. В. Варивончик*

Сдано в набор 20.03.2015. Подписано в печать 16.04.2015. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 3,25 Уч.-изд. л. 2,14 Тираж 2 экз. Заказ 345

Издатель и полиграфическое исполнение:

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.