



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (расчет динамической вязкости)

СТ РК АСТМ Д 445-2011

ASTM D 445:2011 Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity) (IDT)

Издание официальное

Данный государственный стандарт КазИнСт основан на ASTM D 445:2011 «Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел.

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

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и ТОО «Kaz Business Solutions».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от «12» августа 2011 года № 411-од.

3 Настоящий стандарт идентичен ASTM D 445:2011 Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity) (Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (расчет динамической вязкости), авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел.

ASTM D 445:2011 разработан подкомитетом D02.07 Комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты актуализированы.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ

2016 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ

5 лет

5 ВВЕДЕН ВЗАМЕН СТ РК ИСО 3104-2008

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

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

Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (расчет динамической вязкости)

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кинематической вязкости, ν , жидких нефтепродуктов, прозрачных и непрозрачных жидкостей, путем измерения времени истечения объема жидкости под воздействием силы тяжести через градуированный стеклянный капиллярный вискозиметр. Динамическую вязкость, η рассчитывают умножением измеренной кинематической вязкости ν , на плотность, ρ , жидкости.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Определение кинематической вязкости прозрачных жидкостей и кинематической вязкости битумов приведены в ASTM D 2170 и ASTM D 2171.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 ISO 3104 соответствует настоящему стандарту.

Результаты, полученные настоящим стандартом, зависят от свойств образца и предназначены для применения к жидкостям, у которых напряжение сдвига и скорость сдвига пропорциональны (режим потока Ньютона). Если вязкость значительно изменяется в зависимости от скорости сдвига, то на вискозиметрах с разными диаметрами капилляров могут быть получены разные результаты. Процедура проведения испытания и значения точности включают определение кинематической вязкости и значений прецизионности для остаточных жидких топлив, которые в тех же самых условиях обнаруживают свойства неньютоновских жидкостей.

Диапазон кинематической вязкости, охваченный настоящим стандартом, составляет от 2 мм²/с до 300000 мм²/с (см табл. А1.1) при всех температурах по 6.3 и 6.4. Прецизионность может быть определена только для тех продуктов, кинематическая вязкость и температура которых находится в диапазонах, приведенных в Разделе 17.

Значения, установленные в единицах СИ, должны считаться стандартными. Единицей СИ, используемой в настоящем методе испытаний для кинематической вязкости, является мм²/с и единицей СИ, используемой в настоящем методе испытаний для динамической вязкости, является мПа·с. Для ссылки пользователя 1 мм²/с = 10⁻⁶ м²/с = 1 сСт и 1 мПа·с = 1 сП = 0,001 Па·с.

ПРИМЕЧАНИЕ Ртуть определена многими ведомствами как опасный материал, который может привести к повреждению центральной нервной системы, почек и печени. Ртуть или ее испарения могут быть опасными для здоровья и коррозирующими для материалов. Следует соблюдать меры предосторожности при обращении с ртутью и продуктами, содержащими ртуть.

Настоящий стандарт не предназначен для всего, что касается безопасности, если только это не связано с его использованием. Под ответственностью пользователя настоящего стандарта, установить необходимую безопасность и инструкции по здравоохранению, и определить применимость регулирующие ограничения до его использования.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

Издание официальное

СТ РК АСТМ Д 445-2011

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ASTM D 446-07* Standard Specifications and Operating Instructions for Glass Capillary Kinematic Viscometers (Спецификации и инструкции по эксплуатации для стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров).

ASTM D 1193-06* Standard Specification for Reagent Water (Спецификации для реактивной воды).

ASTM D1217-93(2007)* Standard Test Method for Density and Relative Density (Specific Gravity) of Liquids by Bingham Pycnometer (Метод испытаний на плотность и относительную плотность (удельную массу) жидкостей пикнометром Бингема).

ASTM D1480-07* Standard Test Method for Density and Relative Density (Specific Gravity) of Viscous Materials by Bingham Pycnometer (Метод испытаний на плотность и относительную плотность (удельную плотность) вязких материалов пикнометром Бингема).

ASTM D 1481 02(2007)* Standard Test Method for Density and Relative Density (Specific Gravity) of Viscous Materials by Lipkin Bicapillary Pycnometer (Метод испытаний на плотность и относительную плотность (удельную плотность) вязких материалов бикапиллярным пикнометром Липкина).

ASTM D 2162-06* Standard Practice for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards (Практика по основной калибровке контрольных вискозиметров и стандартов вязких масел).

ASTM D 2170-10/D2170M* Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Asphalts (Bitumens) (Метод испытаний на кинематическую вязкость асфальтов (битумов)).

ASTM D 2171-10* Standard Test Method for Viscosity of Asphalts by Vacuum Capillary Viscometer (Метод испытаний на кинематическую вязкость асфальтов вакуумным капиллярным вискозиметром).

ASTM D 6071-06* Standard Test Method for Low Level Sodium in High Purity Water by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy (Метод испытаний для определения низкого уровня натрия в воде высокой чистоты с помощью спектроскопии атомного поглощения с графитовой печью).

ASTM D 6074 08* Standard Guide for Characterizing Hydrocarbon Lubricant Base Oils (Справочник по характеристикам углеводородных смазочных базовых масел).

ASTM D 6299-10e1* Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Практика по применению статистических методов гарантии качества и методов контрольных карт для оценки характеристик аналитической системы измерений).

ASTM D6617-08 Standard Practice for Laboratory Bias Detection Using Single Test Result from Standard Material (Практика по лабораторному определению систематической погрешности, используя результат отдельного испытания из стандартного материала).

ASTM E1-07* Standard Specification for ASTM Liquid in Glass Thermometers (Спецификация для стеклянных жидкостных термометров ASTM).

ASTM E 77-07* Standard Test Method for Inspection and Verification of Thermometers (Метод испытаний для контроля и проверки термометров).

ISO 3104:1994* Petroleum products -- Transparent and opaque liquids -- Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity (Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

вязкости).

ISO 3105:1994* Glass capillary kinematic viscometers -- Specifications and operating instructions (Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические условия и инструкции по эксплуатации).

ISO 3696:1987* Water for analytical laboratory use -- Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний).

ISO 5725 (все части)* Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений).

ISO 9000:2005* Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary (Стандарты по менеджменту качества и гарантии качества. Руководящие принципы относительно выбора и использования).

ISO 17025:2005* General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий).

NIST Техническое примечание 1297*, Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results (Руководство по оценке и выражению неопределенности результатов измерений NIST).

NIST GMP 11* Good Measurement Practice for Assignment and Adjustment of Calibration Intervals for Laboratory Standards (Общепринятая практика измерений по установлению и регулировке межкалибровочных интервалов для лабораторных стандартов).

NIST Специальная публикация 819* A procedure for the effective recalibration of liquid-in-glass thermometers (Руководство по эксплуатации международной системы единиц (СИ)).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями

3.1 Автоматический вискозиметр (automated viscometer) – Прибор, который частично или полностью механизировал один или несколько этапов процедуры, обозначенных в Разделе 11 или 12 без изменения принципа или метода основного ручного прибора. Важные элементы прибора относительно размеров, конструкции и эксплуатационных характеристик такие же, как и при ручном методе.

ПРИМЕЧАНИЕ Автоматические вискозиметры имеют возможность моделирования некоторых операций метода испытания по мере сокращения или исчезновения необходимости ручного вмешательства или интерпретации. Прибор, который определяет кинематическую вязкость физическими методиками, отличными от используемых в настоящем методе испытаний, не считаются автоматическими вискозиметрами.

3.2 Плотность (density): Масса вещества на единицу объема при данной температуре.

3.3 Динамическая вязкость (dynamic viscosity): Отношение между прилагаемым напряжением сдвига и скоростью сдвига жидкости.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

СТ РК АСТМ Д 445-2011

ПРИМЕЧАНИЕ Иногда это называется коэффициентом динамической вязкости или абсолютной вязкости. Динамическая вязкость - это мера сопротивления потоку или деформация, которая составляет устойчивость материала к передаче импульса под действием устойчивых и зависимых от времени внешних сил сдвига. Динамическая вязкость имеет величину массы, разделенной на длину и время и ее единицей СИ является паскаль, умноженный на секунду ($\text{Па} \cdot \text{с}$). Среди свойств переноса тепла, массы и передачи импульса, динамическая вязкость представляет собой импульсную проводимость.

3.4 Кинематическая вязкость (kinematic viscosity): Отношение динамической вязкости (η) к плотности (ρ) вещества при температуре измерения вязкости.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Кинематическая вязкость представляет собой отношение между передачей импульса и сохранением импульса. Такие отношения называются диффузивностями с размерами длины в квадрате, разделенной на время и единица СИ представляет собой метр в квадрате, разделенный на секунду ($\text{м}^2/\text{с}$). Среди свойств переноса тепла, массы и передачи импульса, кинематическая вязкость представляет собой импульсную проводимость.

Раньше кинематическая вязкость определялась специально для вискозиметров, на которые распространялся настоящий метод испытаний, как сопротивление течению, которое происходит самотеком. В более общем смысле, кинематическая вязкость представляет собой отношение между передачей импульса и сохранением импульса.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для потока, поступающего самотеком, под заданным гидростатическим давлением, гидростатический напор жидкости пропорционален ее плотности ρ , если плотность воздуха является незначительной по сравнению с плотностью жидкости. Для какого-либо конкретного вискозиметра, на который распространяется настоящий метод испытаний, время стока фиксированного объема жидкости прямо пропорционально ее кинематической вязкости ν , где $\nu = \eta/\rho$ и η является динамической вязкостью.

4 Сущность метода

4.1 Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения, в секундах, определенного объема испытуемой жидкости под влиянием силы тяжести при постоянной температуре. Кинематическая вязкость (определенное значение) является продуктом измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра. Для вычисления результата по кинематической вязкости необходимы два таких определения, т.е. среднее двух допустимых определенных значений.

5 Значение и использование

5.1 Многие нефтепродукты и некоторые не нефтяные материалы используются в качестве смазочных материалов, и правильная работа оборудования зависит от соответствующей вязкости используемой жидкости. В дополнение, вязкость многих типов легкого (нефтяного) топлива важна для оценки оптимальных условий хранения, обращения и эксплуатации. Поэтому правильное определение вязкости существенно для технических спецификаций многих продуктов.

6 Приборы и оборудование

6.1 Вискозиметры: Используют калиброванные вискозиметры стеклянные капиллярные, обеспечивающие измерение кинематической вязкости с точностью, указанной в Разделе 17.

6.1.1 Вискозиметры, перечисленные в Таблице A1.1, чьи технические характеристики соответствуют ASTM D 446 и в ISO 3105, отвечают данным требованиям. Это не означает применение ограничений в настоящем методе испытаний к использованию только тех вискозиметров, которые перечислены в Таблице A1.1. В Приложение A1 приведено дополнительное руководство.

6.1.2 Автоматические вискозиметры: Автоматическая установка может использоваться, если только она моделирует физические условия, операции или процессы ручного прибора. Любой вискозиметр, устройство для измерения температуры, терморегулятор, ванна с регулированием температуры или счетчик времени, входящие в автоматическую установку, должны соответствовать требованиям для данных элементов, как установлено в Разделе 6 настоящего метода испытания. Допускается время истечения менее 200 с, тем не менее, в соответствии с Разделом 7 по расчету кинематической вязкости ASTM D 446 должно применяться исправление кинетической энергии. Поправка на кинетическую энергию (коэффициент скоростного напора) не должна превышать 3,0 % от измеренной вязкости. Автоматическая установка должна быть способна определять кинематическую вязкость признанного эталона вязкости в рамках, установленных в 9.2.1 и Разделе 17. Точность должна быть статистически эквивалентна точности ручной установки или превосходить ее (иметь меньшую изменчивость).

ПРИМЕЧАНИЕ Точность и систематическая погрешность измерений кинематической вязкости для времени истечения менее 200 с не должна определяться. Неизвестно насчет того, что точность, установленная в Разделе 17, действительна для измерений кинематической вязкости со временем истечения менее 200 с.

6.2 Штативы для вискозиметров: Для включения в работу всех вискозиметров, которые имеют верхний мениск непосредственно над нижним мениском, для подвешивания их вертикально в пределах 1° во всех направлениях, используют штативы для вискозиметров. Те вискозиметры, чей верхний мениск смещен непосредственно над нижним мениском, должны подвешиваться вертикально в пределах $0,3^\circ$ во всех направлениях (см. ASTM D 446 и ISO 3105).

6.2.1 Вискозиметры должны устанавливаться в ванне постоянной температуры тем же способом, как и при калибровке и установке согласно сертификату о калибровке. См. ASTM D 446, см. инструкции по эксплуатации в Приложениях A1-A3. Для тех вискозиметров, которые имеют коленообразную трубку (см. ASTM D 446) удерживаются вертикально, вертикальное выравнивание должно подтверждаться использованием (1) штатива, обеспечивающего удерживание коленообразной трубки в вертикальном положении, или (2) пузырькового уровня, установленного на стержне, предназначенном для установки в коленообразную трубку, или (3) отвесной линии, подвешенной в центре коленообразной трубки, или (4) других внутренних средств крепления, предусмотренных в ванне с постоянной температурой.

6.3 Ванна с регулируемой температурой: Используют ванну с прозрачной жидкостью достаточной глубины. Чтобы в момент измерения времени истечения любая часть образца в вискозиметре была на расстоянии не менее 20 мм от поверхности жидкости ванны и не менее 20 мм до дна ванны.

6.3.1 Терморегулятор: Для каждой серии измерений времени истечения регулировка температуры жидкости ванны в интервале от 15°C до 100°C , должна быть такой, чтобы температура в ванне не менялась более чем на $\pm 0,02^\circ\text{C}$ от выбранной температуры по длине вискозиметра. Для температур вне указанного интервала измерение температуры не должно превышать $\pm 0,05^\circ\text{C}$.

6.4 Устройство для измерения температуры в диапазоне от 0 до 100°C : Используют либо откалиброванные стеклянные жидкостные термометры (Приложение A2) с точностью после поправки $\pm 0,02^\circ\text{C}$ или с еще большей точностью, либо любой другой термометрический прибор равной или более высокой точности.

6.4.1 Если используются откалиброванные стеклянные жидкостные термометры, рекомендуется применение двух термометров. Два термометра должны совпадать с точностью до $0,04^\circ\text{C}$.

СТ РК АСТМ Д 445-2011

6.4.2 Вне диапазона от 0 до 100 °С, используют либо откалиброванные стеклянные жидкостные термометры с точностью после поправки $\pm 0,05$ °С или с еще большей точностью, либо любой другой термометрический прибор равной или более высокой точности. Когда в одной и той же ванне используют два устройства для измерения температуры, они должны совпадать с точностью до $\pm 0,1$ °С.

6.4.3 При использовании стеклянных жидкостных термометров с ценой деления 0,01 °С, таких как в Таблице А2.1, используют увеличительное устройство для того, чтобы убедиться, что требуемая температура испытания соответствует возможностям регулирования температуры по 10.1. Рекомендуется, периодически регистрировать показания термометра (и любые поправки на показания термометра) с целью показа соответствия требованиям настоящего метода испытаний. Данная информация может использоваться при расчетах точности и прецизионности испытаний.

6.5 Счетчик времени: Используют любое устройство для измерения времени с точностью до 0,1 с или с большей точностью имеющее погрешность измерения $\pm 0,07$ % (см. Приложение А3) при проведении испытаний по минимальному и максимальному интервалам предполагаемого времени истечения.

6.5.1 Могут использоваться электрические счетчики времени, если частота тока регулируется с точностью 0,05 % или еще точнее. Переменный ток, в соответствии с некоторыми коммунальными системами электроснабжения, контролируется скорее периодически, чем постоянно. Когда приводятся в действие электрические счетчики времени, такая регулировка может стать причиной больших ошибок в измерениях времени истечения кинематической вязкости.

7 Реактивы и материалы

7.1 Очищающий раствор хромовой смеси, или не содержащий хром, сильно окисляющий очищающий раствор кислоты.

ПРИМЕЧАНИЕ Хромовая кислота опасна для здоровья. Она токсична, признана канцерогенной, крайне коррозионная и потенциально опасна при взаимодействии с органическими веществами. При использовании, надевают на лицо защитную маску и полностью закрывающую тело защитную одежду, включая соответствующие перчатки. Избегают вдыхания пара. Использованную хромовую кислоту удаляют осторожно, так как она по-прежнему остается опасной. Не содержащий хром, сильно окисляющий очищающий раствор также является крайне коррозионным и потенциально опасным при контакте с органическими веществами, но не содержит хром, который создает дополнительные проблемы (относительно удаления).

7.2 Растворитель образца, полностью смешивающийся с образцом. Фильтруют перед использованием.

7.2.1 Для большинства образцов в качестве растворителя подходит быстроиспаряющийся эфир или лигроин. Остаточные топлива для удаления асфальтовых соединений необходимо предварительно промыть ароматическим растворителем, таким как толуол или ксилол.

7.3 Высыхающий растворитель - летучий растворитель, смешивающийся с растворителем образца (см. 7.2) и водой (см. 7.4). Фильтруют перед использованием.

7.3.1 Подходит ацетон.

ПРИМЕЧАНИЕ Чрезвычайно огнеопасен.

7.4 Вода, деионизированная или дистиллированная, соответствующая ASTM D 1193 или Классу 3 ISO 3696. Фильтруют перед использованием.

8 Стандартные образцы вязкости

8.1 При применении настоящего метода должны использоваться стандартные образцы вязкости в соответствии с ISO 17025. Стандартные образцы кинематической вязкости должны прослеживаться основными процедурами вискозиметра по ASTM D2162.

8.2 Неопределенность стандартных образцов вязкости должны быть установлены для каждого подтвержденного значения ($k = 2,95 \%$) по ISO 5725 или NIST 1297.

9 Калибровка и проверка

9.1 Вискозиметры: Используют только откалиброванные вискозиметры, термометры и таймеры, как описано в разделе 6.

9.2 Стандартные образцы вязкости (см. Таблицу A1.2) предназначены для контроля при проведении лабораторных испытаний.

9.2.1 Если определенная кинематическая вязкость не соответствует приемлемому полю допуска, как вычислено из A4, подтвержденного значения, перепроверяют каждый этап процедуры, включая калибровку термометра и вискозиметра, чтобы определить источник ошибки. В A1 приведены детали действительных эталонов.

ПРИМЕЧАНИЕ В предыдущих вопросах Метода испытаний D 445, использовались ограничения $\pm 0,35\%$ подтвержденного значения. Данные для поддержания ограничения $\pm 0,35 \%$ не могут быть проверены. В Приложении A4 предусматриваются инструкции, по определению поля допуска. Поле допуска объединяет изменчивость признанного эталона вязкости и неопределенность лабораторного использования признанного эталона вязкости.

9.2.1.1 В качестве альтернативы к расчету в Приложении A4, могут использоваться похожие поля допуска из Таблицы 1.

9.2.2 Причинами наиболее распространенных источников ошибок являются частицы пыли, осевшие в капилляре вискозиметра и ошибки при измерении температуры. Правильный результат полученный на стандартном образце, не исключает возможных источников ошибок.

9.3 Постоянная вискозиметра, C , зависит от ускорения свободного падения в месте поверки вискозиметра и, поэтому, должна указываться поверочной лабораторией вместе с постоянной вискозиметра. Когда сила тяжести, g , отличается более чем на $0,1 \%$, постоянную вискозиметра корректируют по Формуле (1):

$$C_2 = (g_1/g_2) \times C_1, \quad (1)$$

где, индексы 1 и 2 обозначают поверочную и испытательную лабораторию.

10 Общие требования к проведению испытаний

10.1 Регулируют и поддерживают ванну вискозиметра при требуемой температуре испытания в пределах, данных в 6.3.1, учитывая условия, представленные в Приложении A2 и поправки, приведенные к калибровочным сертификатам термометров.

10.1.1 Термометры должны удерживаться в вертикальном положении в тех же условиях погружения, как и при калибровке.

10.1.2 Чтобы получить наиболее точные измерения температуры, рекомендуется использовать два термометра с действующими калибровочными сертификатами (см. 6.4).

10.1.3 Показания должны рассматриваться оптическим устройством с линзами, дающим пятикратное увеличение и исключающими ошибки углового смещения между видимым и реальным направлением изображения.

СТ РК АСТМ Д 445-2011

10.2 Берут чистый, сухой, калиброванный вискозиметр, с диапазоном, охватывающим предполагаемую кинематическую вязкость (большой капилляр для вязкой жидкости и маленький капилляр для маловязкой жидкости). Время истечения для ручных вискозиметров должно быть не менее 200 с по ASTM D 446. Время истечения менее 200 с допустимо для автоматических вискозиметров, если они отвечают требованиям 6.1.2.

10.2.1 Особые детали операции различаются для разных типов вискозиметров, перечисленных в Таблице A1.1. Инструкции по эксплуатации для разных типов вискозиметров даются в ASTM D 446.

10.2.2 Если температура испытания ниже точки росы, наполняют вискозиметр способом по 11.1. Во избежание конденсации влаги на стенках капилляра и расширенной части вискозиметра, закрывают стеклянные трубки вискозиметра резиновыми пробками для удержания на месте испытуемого образца, и помещают вискозиметр в ванну. Дают вискозиметру достичь температуры ванны и удаляют пробки. При ручном определении вязкости, не используют вискозиметры, которые не могут быть извлечены из ванны для загрузки испытуемого образца.

10.2.2.1 Допускается, но не требуется, использование слабо наполненных осушительных патронов, прикрепленных к открытым концам вискозиметра. При использовании, осушительные патроны должны соответствовать конструкции вискозиметра и не ограничивать поток образца давлением, образуемым в приборе.

10.2.3 Вискозиметры, используемые для испытания силиконовых, фторуглеродов и других жидкостей, трудноудаляемых с помощью очищающего растворителя, могут использоваться только для определения вязкости этих жидкостей. Эти вискозиметры должны подвергаться калибровке чаще, чем обычные вискозиметры. Растворитель после промывки этих вискозиметров не должен использоваться для очистки других вискозиметров.

Таблица 1 - Примерное поле допуска

Вязкость представленного вещества, мм²/с	Поле допуска
< 10	±0,30%
10 - 100	±0,32%
100 - 1000	±0,36%
1000 - 10 000	±0,42%
10 000 - 100 000	±0,54%
> 100 000	±0,73%

11 Определение кинематической вязкости прозрачных жидкостей

11.1 Вискозиметр заполняют испытуемым образцом в соответствии с формой аппарата аналогично тому, как это осуществлялось при калибровке вискозиметра, и помещают в баню. Если в образце содержатся твердые частицы, то при загрузке его фильтруют через сито с размером отверстий 75 мкм, стеклянный или бумажный фильтр (см. ASTM D 446).

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы свести к минимуму агрегирование потенциальных частиц, проходящих через фильтр, рекомендуется, чтобы промежуток времени между фильтрованием и заполнением сохранялся минимальным.

11.1.1 Как правило, вискозиметры, используемые для прозрачных жидкостей, относятся к одному из типов, перечисленных в Таблице A1.1, А и В.

11.1.2 Для продуктов, поведение которых аналогично гелло, измерения должны проводиться при достаточно высоких температурах для обеспечения свободного

истечения и получения идентичных результатов при использовании вискозиметров с различным диаметром капилляров.

11.1.3 Наполненный вискозиметр выдерживают в ванне до тех пор, пока он не прогреется до температуры испытания. Если одна баня используется для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать вискозиметры из ванны, пока хотя бы один вискозиметр находится в рабочем состоянии. Так как время нахождения в бане будет меняться в зависимости от оборудования, температуры и кинематических вязкостей, время температурного равновесия достигается экспериментально.

11.1.4 Так как это время будет колебаться для разных измерительных приборов, разной температуры и разной кинематической вязкости, устанавливают время достижения безопасного равновесия опытным путем.

11.1.4.1 Тридцати минут будет достаточно, за исключением в отношении самой высокой кинематической вязкости.

11.1.5 В тех случаях, когда этого требует конструкция вискозиметра, после того как образец достигнет температурного равновесия, его объем доводят до отметки.

11.2 Используя всасывание (если образец не содержит летучих веществ) или давление, устанавливают высоту столбика образца в капилляре вискозиметра до уровня, находящегося приблизительно на 7 мм выше первой временной метки, если в инструкции по эксплуатации вискозиметра не установлено другое значение. При свободном истечении образца определяют с точностью до 0,1 с время, необходимое для перемещения от первой до второй метки. Если время истечения меньше установленного минимума по 10.2, подбирают вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют определение.

11.2.1 Повторяют определение, описанное в 11.2, для получения второго значения времени истечения испытуемого образца. Регистрируют оба значения.

11.2.2 Из двух измерений времени потока, рассчитывают два определенных значения кинематической вязкости.

11.2.3 Если два значения кинематической вязкости, вычисленные из измерений времени истечения образца, согласуются с установленной величиной определяемости по 17.1.1, то рассчитывают среднее арифметическое значение двух измерений, чтобы рассчитать результат кинематической вязкости. Записывают результаты. Если же два измерения не согласуются, следует повторить определение после тщательной очистки и сушки вискозиметра и фильтрации по 11.1 испытуемого образца, до соответствия установленной определяемости значений кинематической вязкости.

11.2.4 Если вещество или температура, или и то и другое, не приводятся в списке в 17.1.1, используют 1,5% в качестве оценки определяемости.

12 Определение кинематической вязкости непрозрачных жидкостей

12.1 Очищенные цилиндрованные и темные смазочные масла подготавливают в соответствии с 12.3 для получения представительного образца. На кинематическую вязкость остаточных топлив (мазатов) и других парафинистых продуктов может повлиять тепловая обработка и действия, поэтому в 12.1.1-12.2.2 описана процедура, которая сводит это влияние до минимума.

12.1.1 Вискозиметры, используемые для непрозрачных жидкостей, это вискозиметры обратного потока, приведенные в Таблице А1.1, С.

12.1.2 Испытуемый образец нагревают в контейнере в течении 1 часа при $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

12.1.3 Тщательно перемешивают образец, подходящей палочкой соответствующей длины, доставая дно контейнера. Продолжают помешивание, пока на палочку не перестанет налипать осадок или воск.

СТ РК АСТМ Д 445-2011

12.1.4 Снова плотно надевают колпачок на контейнер и энергично встряхивают в течение 1 мин для полного перемешивания.

12.1.4.1 Для образцов с высоким содержанием парафинов или высокой кинематической вязкостью необходимо увеличить температуру нагрева выше 60 °С для достижения тщательного перемешивания. Образец должен быть достаточно жидким, чтобы его было удобно перемешать и встряхнуть.

12.2 Сразу же после выполнения 12.1.4, наливают количество образца, достаточное чтобы заполнить два вискозиметра, в 100 мл стеклянную колбу и не плотно затыкают пробкой.

12.2.1 Погружают колбу в ванну с кипящей водой на 30 мин.

ПРИМЕЧАНИЕ Соблюдать осторожность, так как при нагревании непрозрачных жидкостей с большим содержанием воды до высоких температур, может произойти сильное внезапное переливание (выброс) кипящей жидкости через край.

12.2.2 Извлекают колбу из ванны, плотно затыкают пробкой и встряхивают в течение 60 с.

12.3 Требуется два определения кинематической вязкости испытуемого образца. Для тех вискозиметров, которые требуют полной очистки после каждого измерения времени истечения, могут использоваться два вискозиметра. Один вискозиметр можно использовать для двух определений времени истечения последовательно тогда, когда данный вискозиметр не требует очистки после каждого измерения. Наполнить вискозиметры в порядке, обусловленном их конструкцией. Например, для вискозиметров с поперечиной или BS U-образной трубкой для непрозрачных жидкостей, фильтруют образец через фильтр с порами 75 мкм в два вискозиметра, предварительно помещенных в ванну. Для образцов, подвергаемых нагреву, используют предварительно подогретый фильтр для предотвращения забивки фильтра.

12.3.1 Вискозиметры, которые наполняются до того, как их вводят в ванну, могут потребовать предварительного нагревания в печи до наполнения образцом. Это осуществляется для того, чтобы не допустить остывания образца ниже температуры испытания.

12.3.2 Через 10 мин регулируют объем образца (в тех случаях, когда этого требует конструкция вискозиметра), чтобы он совпадал с меткой объема, как указано в требованиях вискозиметра (см. ASTM D 446).

12.3.3 Заполненные вискозиметры выдерживают в ванне до тех пор, пока не будет достигнута температура испытания по 12.3.1. Если используется одна ванна для нескольких вискозиметров, нельзя погружать, извлекать или промывать вискозиметр, пока хотя бы один вискозиметр используется для измерения времени истечения.

12.4 Для свободно текущего образца, время, требуемое для прохождения с первой до второй отметки, измеряют с точностью до 0,1 с. Записывают результат измерений.

12.4.1 В случаях с образцами, требующими термическую обработку, описанную в 12.1-12.2.1, завершают измерения времени потока в течении 1 часа завершения 12.2.2. Записывают измеренное время истечения.

12.5 Вычисляют кинематическую вязкость, ν , в мм²/с, из каждого измеренного времени потока. Их считают двумя определенными значениями кинематической вязкости.

12.5.1 Для остаточных жидких топлив (мазатов), если два значения кинематической вязкости вычисленные из измерений времени истечения образца, находятся в пределах установленного значения определяемости по 17.1.1, рассчитывают среднее арифметическое значение двух измерений, для вычисления кинематической вязкости. Записывают результат. Если два определения не согласуются, то определение повторяют после тщательной очистки и просушки вискозиметра и фильтрования испытуемого образца, пока значения кинематической вязкости не будут соответствовать установленной

определяемости. Если вещество и/или температура, не приводятся в списке 17.1.1, то для температуры между 15 °С и 100 °С, используют в качестве оценки определяемости. 1,0 %, для температуры за пределами данного диапазона - 1,5 %. Необходимо обратить внимание на то, что испытуемые вещества не указанные в 17.1.1 могут быть неньютоновскими жидкостями и содержать твердые частицы.

13 Очистка вискозиметра

13.1 Между последовательными определениями кинематической вязкости, вискозиметр тщательно очищают несколько раз растворителем, а затем осушают легкоиспаряющимся растворителем по 7.3. Сушат вискозиметр пропусканием слабого потока профильтрованного сухого воздуха в течение 2 мин или до полного удаления следов растворителя.

13.2 Вискозиметр периодически чистят очищающим растворителем в течение нескольких часов для удаления органических отложений, затем тщательно промывают водой по 7.4 и легкоиспаряющимся растворителем по 7.3 и высушивают профильтрованным сухим воздухом или под вакуумом. Неорганические отложения удаляют соляной кислотой перед использованием хромовой смеси, особенно если предполагается присутствие солей бария.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 см. 7.1.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Важно, чтобы не использовались щелочные очищающие растворы, так как могут произойти изменения в калибровке вискозиметра.

14 Расчет

14.1 Вычисляют каждое определенное значение кинематической вязкости, ν_1 и ν_2 , из измеренного времени истечения, t_1 и t_2 , и постоянную вискозиметра, C , с помощью Формулы (2):

$$\nu_{1,2} = C \cdot t_{1,2}, \quad (2)$$

где,

$\nu_{1,2}$ = значения кинематической вязкости для ν_1 и ν_2 , соответственно, мм²/с,

C = калибровочная постоянная вискозиметра, мм²/с², и

$t_{1,2}$ = измеренное время истечения для t_1 и t_2 , соответственно, с.

Рассчитывают результат кинематической вязкости, ν , как среднее число ν_1 и ν_2 (см. 11.2.3 и 12.5.1).

14.2 Рассчитывают динамическую вязкость, η , из вычисленной кинематической вязкости, ν , и плотность, ρ , с помощью Формулы (3):

$$\eta = \nu \times \rho \times 10^{-3}, \quad (3)$$

η = динамическая вязкость, мПа·с,

ρ = плотность, кг/м³, при температуре, которая использовалась для определения кинематической вязкости, и

ν = кинематическая вязкость, мм²/с.

14.2.1 Плотность образца может быть определена при температуре испытания для определения кинематической вязкости любым подходящим методом, таким как Методы испытаний D 1217, D 1480 или D 1481.

15 Выражение результатов

15.1 Протоколируют результаты исследования кинематической или динамической вязкости, или и того и другого, до четырех значащих цифр, вместе с температурой испытания.

СТ РК АСТМ Д 445-2011

16 Запись результатов испытаний

16.1 Записывают следующую информацию:

16.1.1 Характеристики испытуемого продукта;

16.1.2 Ссылка на настоящий стандарт;

16.1.3 Результат испытания по Разделу 15;

16.1.4 Любое отклонение, по соглашению или иным образом, от установленной процедуры;

16.1.5 Дата проведения испытания;

16.1.6 Название и адрес испытательной лаборатории.

17 Прецизионность

17.1 Сравнение определенных значений:

17.1.1 *Определяемость (d)*: Разница между последовательными определенными значениями, полученными одним и тем же оператором, в одной и той же лаборатории, с использованием одного и того же оборудования для ряда операций, сводящихся к одному результату, в общем, при нормальном и соответствующем проведении настоящего метода испытания, должна превышать указанное значение только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 и 100°C ⁹	0,0020 y	(0,20%)
Компаундированные масла при 40 и 100°C ¹⁰	0,0013 y	(0,13%)
Компаундированные масла при 150°C ¹¹	0,015 y	(1,5%)
Нефтяной парафин (нефтяной воск) при 100°C ¹²	0,0080 y	(0,80%)
Топочный мазут при 50°C ¹³	0,017 y	
Топочный мазут при 80 и 100°C ¹³	0,011 (y+8)	(1,7%)
Присадки при 100°C ¹⁴	0,00106 y ^{1.1}	
Газовое масло при 40°C ¹⁵	0,0013 (y+1)	
Топливо для реактивных двигателей при -20°C ¹⁶	0,0018 y	

где: y это среднее сравниваемых определенных значений.

17.2 Сравнение результатов:

17.2.1 *Повторяемость (r)*: Разница между последовательными результатами, полученными одним и тем же оператором, в одной и той же лаборатории с использованием одного и того же оборудования при постоянных условиях работы на идентичном испытуемом материале, в общем, при нормальном и соответствующем проведении настоящего метода испытания, вероятно, будет превышать приведенные значения только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 и 100°C ⁹	0,0011 x	(0,11%)
Компаундированные масла при 40 и 100°C ¹⁰	0,0026 x	(0,26%)
Компаундированные масла при 150°C ¹¹	0,056 x	(0,56%)
Нефтяной парафин при 100°C ¹²	0,0141 x ^{1.2}	
Топочный мазут при 80 и 100°C ¹³	0,013 (x+8)	
Топочный мазут при 50°C ¹³	0,015 x	(1,5%)
Присадки при 100°C ¹⁴	0,00192 x ^{1.1}	
Газовые масла при 40°C ¹⁵	0,0043 (x+1)	
Топливо для реактивных двигателей при -20°C ¹⁶	0,007 x	(0,7%)

где: x это среднее сравниваемых результатов.

17.2.2 *Воспроизводимость (R)*: Разница между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на номинально идентичном испытуемом материале, в общем, при нормальном и

соответствующем проведении настоящего метода испытания, вероятно, будет превышать значения, указанные ниже, только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 и 100°C ⁹	0,0065 x	(0,65%)
Компаундированные масла при 40 и 100°C ¹⁰	0,0076 x	(0,76%)
Компаундированные масла при 150°C ¹¹	0,018 x	(1,8%)
Нефтяной парафин при 100°C ¹²	0,0366 x ^{1.2}	
Топочный мазут при 80 и 100°C ¹³	0,04 (x+8)	
Топочный мазут при 50°C ¹³	0,074 x	(7,4%)
Присадки при 100°C ¹⁴	0,00862 x ^{1.1}	
Газовые масла при 40 °C ¹⁵	0,0082 (x+1)	
Топливо для реактивных двигателей при -20 °C ¹⁶	0,019 x	(1,9%)

где: x это среднее сравниваемых результатов.

17.3 Точность для отработанных масел не определяется, но предполагается, что она хуже, чем для составных масел. Из-за крайней изменчивости таких отработанных масел, не предполагается, что будет определяться точность отработанных масел.

17.4 Для особых автоматических вискозиметров точность не определялась. Тем не менее, проведен анализ большого набора данных, включая как автоматические, так и ручные вискозиметры в интервале температур от 40 до 100°C. Воспроизводимость данных автоматического вискозиметра статистически незначительно отличается от воспроизводимости данных ручного вискозиметра. Также показано, что нет систематической погрешности автоматических данных при сравнении с ручными данными.

Приложение А
(обязательное)

А1 Типы вискозиметров и утвержденные эталоны вязкости

А1.1 Типы вискозиметров

А1.1.1 В Таблице А1.1 представлен список капиллярных вискозиметров, используемых для определения вязкости нефтепродуктов. Эксплуатация и калибровка вискозиметров приведена в ASTM D 446.

А1.1.2 В Таблице А1.2 представлен список эталонов вязкости.

Таблица А1.1 - Типы вискозиметров

Идентификация вискозиметра	Кинематическая вязкость
А. Типы Оствальда для прозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске ^В обычный	от 0,5 до 20000
Цайтфукс	от 0,6 до 3000
BS/V-образная трубка ^В	от 0,9 до 10000
Миниатюра BS/V/M	от 0,2 до 100
SIL ^В	от 0,6 до 10000
Полумикро Канон-Маннинг	от 0,4 до 20000
Пинкевич ^В	от 0,6 до 17000
В. Типы с подвешенным уровнем для прозрачных жидкостей	
BS/IP/SL ^В	от 3,5 до 100000
BS/IP/SL(S) ^В	от 1,05 до 10000
BS/IP/MSL	от 0,6 до 3000
Убеллоде ^В	от 0,3 до 100000
Фитцсиманс	от 0,6 до 1200
Атлантик ^В	от 0,75 до 5000
Каннон-Убеллоде(А), Каннон Убеллоде с разбавлением ^В (В)	от 0,5 до 100000
Полумикро Каннон-Убеллоде	от 0,4 до 20000
С. Типы обратного течения прозрачных и непрозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске непрозрачный	от 0,4 до 20000
Цайтфукс с перекачивающимися трубками	от 0,6 до 100000 от 0,6 до 300000
Обратное течение типа BS/IP/PF	от 60 до 100000
<p>^А Для каждого приведенного диапазона требуется ряд вискозиметров. Чтобы избежать необходимости проведения поправки кинетической энергии, эти вискозиметры конструируются для времени истечения, превышающего 200 с, за исключением примечаний в ASTM D446.</p> <p>^В В каждом ряде минимальное время истечения для вискозиметров с наименьшими постоянными, превышающими 200 с.</p>	

Таблица А1.2 – Признанные эталоны вязкости

Обозначение	Приблизительная кинематическая вязкость, мм ² /с					
	20°C	25°C	40°C	50°C	80°C	100°C
S3	4,6	4,0	2,9	1,2
S6	11	8,9	5,7	1,8
S20	44	34	18	3,9
S60	170	120	54	7,2
S200	640	450	180	17
S600	2400	1600	520	280	67	32
S2000	8700	5600	1700	75
S8000	37000	23000	6700
S30 000	...	81000	23000	11000

А2 Испытательные термометры для определения кинематической вязкости

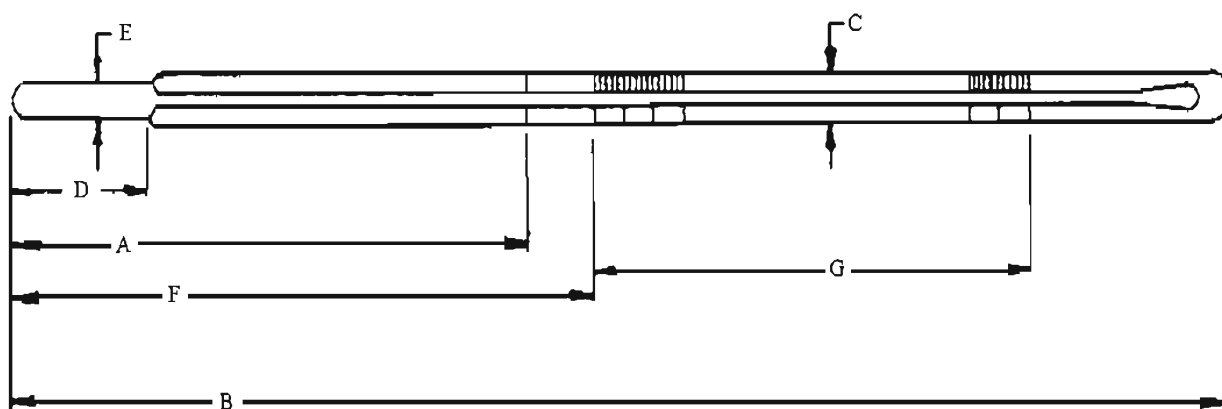
А2.1 Узкодиапазонные специализированные термометры

А2.1.1 Используют узкодиапазонный специализированный термометр, соответствующий общим требованиям, представленной в Таблице А2.1 и Таблице А2.2 и одной из конструкций, показанной на Рисунке А2.1.

А2.1.2 Разница в конструкции (моделях) находится, главным образом, в положении шкалы точки замерзания. В конструкции А, точка замерзания находится в пределах диапазона шкалы, в конструкции В, точка замерзания находится ниже диапазона шкалы и в конструкции С, точка замерзания находится выше диапазона шкалы.

А2.2 Калибровка

А2.2.1 Используют стеклянные жидкостные термометры, с точностью после исправления 0,02°C или с еще большей точностью, откалиброванные лабораторией, отвечающей требованиям ISO 9000 или ISO 17025, и имеющие сертификаты, подтверждающие что калибровка устанавливается по национальному стандарту. В качестве альтернативы, используют термометрические приборы, такие как платиновые термометры сопротивления равной или еще большей точности, с теми же требованиями для сертификации.



(а)

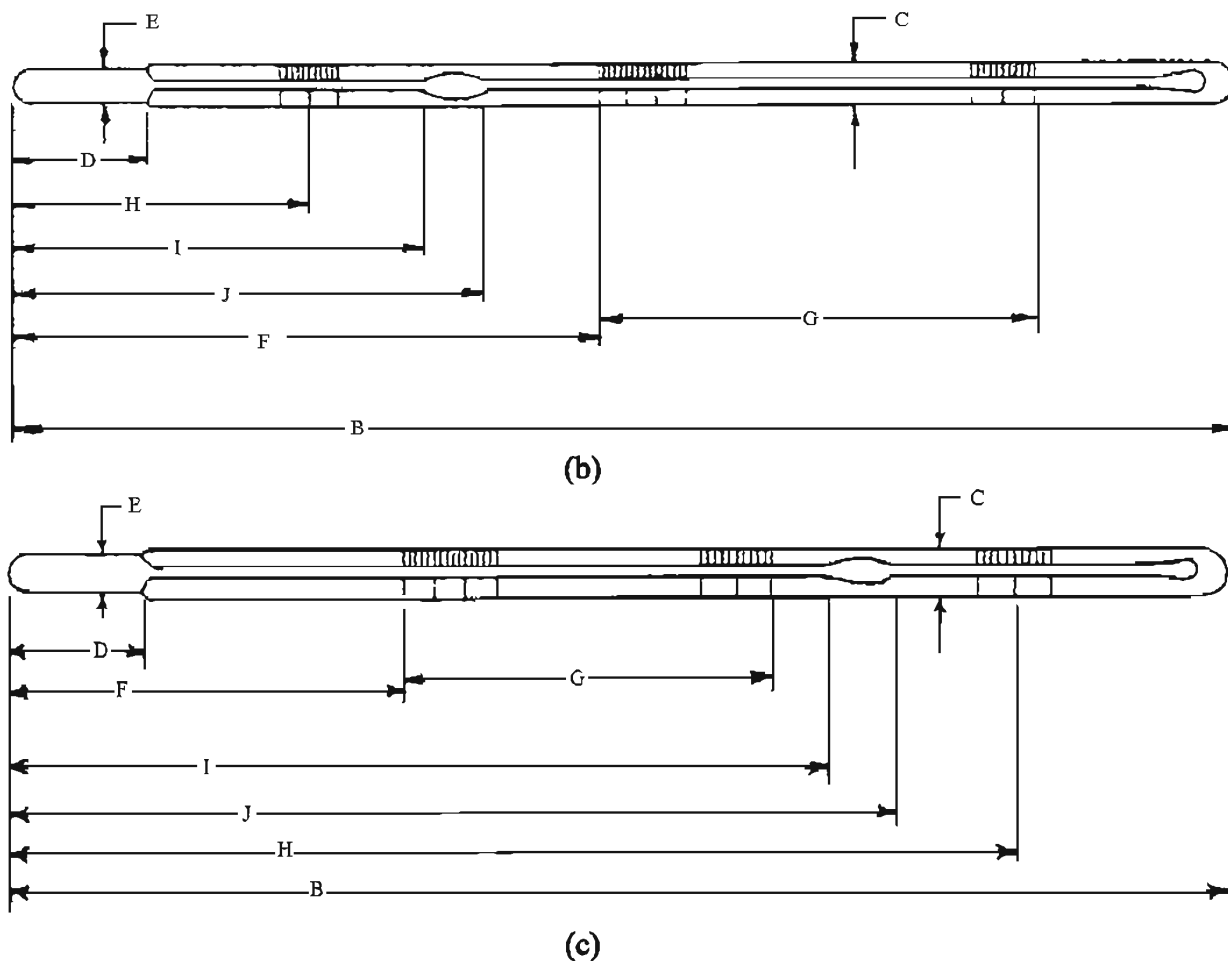


Рисунок А2.1 - Конструкции термометров

А2.2.2 Поправка шкалы стеклянных жидкостных термометров может изменяться во время хранения и использования и, следовательно, регулировать повторную калибровку, при необходимости. Легче всего это достигается в рабочей лаборатории посредством повторной калибровки точки замерзания, и всех основных поправок шкалы, скорректированных на изменение, наблюдаемое в точке замерзания.

А2.2.2.1 Интервал для повторной калибровки точки замерзания должен составлять не более шести месяцев (см. NIST GMP 11). Для новых термометров в течение шести первых месяцев рекомендуется ежемесячная проверка. Изменение на одно или несколько делений шкалы в точке замерзания означает, что может быть термометр перегрет или поврежден, и что может быть он не откалиброван. Такие термометры должны быть выведены из эксплуатации до тех пор, пока они не будут проверены или повторно откалиброваны, или и то и другое. Полная повторная калибровка термометра, когда она разрешается, не является обязательной для того, чтобы отвечать точности, приписанной данной конструкции термометра (см. NIST Специальное издание 819). Любое изменение в поправке точки замерзания должно быть добавлено к другим поправкам исходного отчета по калибровке.

Таблица А2.1 - Общие требования для термометров

Погружение	Общее
Деления шкалы:	
Малые деления, °С	0,05
Длинные линии на каждом, °С	0,1 и 0,5
Числа на каждом, °С	1
Максимальная ширина линии, мм	0,10 мм
Ошибка за деление шкалы при температуре, °С испытания, максимум	0,1
Расширительная камера:	
Допустимое нагревание до, °С	105 до 90, 120 между 90 и 95 130 между 95 и 105, 170 выше 105
Общая длина, мм	от 300 до 310
Наружный диаметр столбика (капиллярной трубки), мм	от 6,0 до 8,0
Длина шарика, мм	от 45 до 55
Наружный диаметр шарика, мм	не больше, чем у столбика
Длина диапазона шкалы, мм	от 40 до 90

Таблица А2.2 - Общие требования для термометров

№ Термометра	Температура испытания		№ Термометра	Температура испытания	
	°С	°F		°С	°F
ASTM 132C, IP 102C	150		ASTM 128C, F/IP 33C	0	32
ASTM 110C, F/IP 93C	135	275	ASTM 72C, F/IP 67C	-17,8	0
ASTM 122C/IP 32C	98,9	210	ASTM 127C/IP 99C	-20	-4
	100	212	ASTM 126C, F/IP 71C	-26,1	-20
ASTM 129C, F/IP 36C	93,3	200	ASTM 73C, F/IP 68C	-40	-40
ASTM 48C, F/IP 90C	82,2	180	ASTM 74C, F/IP 69C	-53,9	-65
IP 100C	80				
ASTM 47C, F/IP 35C	60	140			
ASTM 29C, F/IP 34C	54,4	130			
ASTM 46C F/IP 66C	50	122			
ASTM 120C/IP 92C	40				
ASTM 28C, F/IP 31C	37,8	100			
ASTM 118C, F	30	86			
ASTM 45C, F/IP 30C	25	77			
ASTM 44C, F/IP 29C	20	68			

А2.2.2.2 Если используются другие термометрические приборы, они также требуют периодической повторной калибровки. Вести запись всех повторных калибровок.

А2.2.3 Процедура для повторной калибровки точки замерзания стеклянных жидкостных термометров.

А2.2.3.1 Если иное не перечислено в сертификате калибровки, повторная калибровка откалиброванных термометров кинематической вязкости требует, чтобы показания точки замерзания брались в течении 60 мин после пребывания при температуре испытания, не менее 3 мин.

А2.2.3.2 Выбирают прозрачные кусочки льда, предпочтительно полученные из дистиллированной или чистой воды. Избавляются от любых мутных или дефектных частей. Промывают лед дистиллированной водой и режут или ломают на мелкие кусочки,

СТ РК АСТМ Д 445-2011

избегая прямого контакта с руками или химически не чистыми объектами. Заполняют сосуд Дьюара дробленым льдом и добавляют достаточное количество воды, чтобы сформировать снеговую кашу (шугу), но не достаточное, чтобы поддерживать лед на поверхности воды. По мере того как лед тает, образующуюся воду сливают и еще добавляют дробленый лед. Вставляют термометр и осторожно укладывают лед вокруг столбика, на глубину, приблизительно, одно деление шкалы ниже градуировки 0°C.

A2.2.3.3 По истечении не менее 3 мин, аккуратно и многократно постучать по термометру под прямым углом к оси, в то время как ведется наблюдение. Последующие показания, взятые с интервалом в 1 минуту, должны совпадать с точностью до 0,005°C.

A2.2.3.4 Записывают показания точки застывания и определяют поправку термометра при данной температуре из среднего показания. Если обнаруживается, что поправка выше или ниже поправки, которая соответствует предыдущей калибровке, поправку меняют при всех других температурах одним и тем же значением.

A2.2.3.5 Во время процедуры соблюдают следующие условия:

1 Термометр должен удерживаться вертикально.

2 Осматривают термометр с помощью оптического устройства, которое дает увеличение приблизительно в пять раз, а также исключает параллакс.

3 Выражают показание точки застывания с точностью до 0,005 °C.

A2.2.4 При использовании, термометрическое устройство погружают на ту же глубину как при его полной калибровке. Например, если стеклянный жидкостный термометр был откалиброван при нормальных общих условиях погружения, он должен погружаться до верхней части ртутного столба, при этом на оставшуюся часть столбика и объем для расширения в самом верхнем конце будет воздействовать комнатная температура и давление. На практике, это означает, что верхняя часть ртутного столба должна находиться в пределах длины, равной четырем делениям шкалы поверхности среды, чья температура измеряется.

A2.2.4.1 Если это условие не выполняется, то может потребоваться дополнительная поправка.

A3 Точность таймера

A3.1 Регулярно проверяют таймеры на точность и ведут учет проверок.

A3.1.1 Сигналы времени, как сообщается NIST, удобны и являются эталонами высшего качества для калибровки счетчиков времени. Следующее может быть использовано с погрешностью 0,1 с:

WWV	2,5, 5, 10, 15, 20 МГц
WWVH	2,5, 5, 10, 15 МГц
CHU	3,33, 7,335, 14,67 МГц

A4 Расчет приемлемого поля допуска для определения соответствия со стандартным образцом

ПРИМЕЧАНИЕ Эти расчеты основываются на ASTM D6617.

A4.1 Определяют среднеквадратическое отклонение для неопределенности участка, σ_{site} , согласно лабораторной программе по контролю качества.

A4.1.1 Если среднеквадратическое отклонение для неопределенности участка, σ_{site} неизвестно, используют значение 0,19 %.

A4.2 Определяют комбинированную расширенную неопределенность (CEU) допустимого эталонного значения (ARV) стандартного образца (CRM) по ярлыку поставщика или включенной документации. В настоящем методе испытаний CRM представляет собой признанный эталон вязкости (CVRS), как определено в 9.2.

ПРИМЕЧАНИЕ Комбинированная расширенная неопределенность (CEU) эквивалентна расширенной неопределенности (U). См Техническое примечание NIST 1297.

А4.3 Вычисляют среднеквадратическую ошибку допустимого эталонного значения (SE_{ARV}) делением CEU на коэффициент запаса, k , указанный на этикетке поставщика или включенный в документацию.

$$SE_{ARV} = \frac{CEU_{ARV}}{k} \quad (A.4.1)$$

ПРИМЕЧАНИЕ Среднеквадратическая ошибка (SE_{ARV}) эквивалентна суммарной стандартной неопределенности (U_C). См. Техническое примечание NIST 1297.

А4.3.1 Если коэффициент запаса, k неизвестен, используют значение 2.

А4.4 Создайте приемлемое поле допуска:

$$TZ = \pm 1,44 \sqrt{\sigma_{site}^2 + SE_{ARV}^2} \quad (A.4.2)$$

А.4.5 Рассчитывают пример для поля кинематической вязкости:

$$\sigma_{site} = 0,19 \% \text{ (значение по умолчанию из А4.1.1)} \quad (A.4.3)$$

$$CEU_{ARV} = 0,22 \% \text{ (по ярлыку или документации CVRS)} \quad (A.4.3)$$

$$k = 2 \quad \text{(по ярлыку или документации CVRS)} \quad (A.4.3)$$

$$SE_{ARV} = \frac{0,22}{2} = 0,11 \quad (A.4.3)$$

$$TZ = \pm 1,44 \sqrt{0,19^2 + 0,11^2} = \pm 1,44 \sqrt{0,0361 + 0,0121} = \pm 0,32 \% \quad (A.4.3)$$

А.4.5.1 В этом примере зона допуска будет составлять $\pm 0,32$ % от значения признанного эталона вязкости согласно отчету испытания или ярлыку на бутылке. Если для этого участка используется CVRS (например) с кинематической вязкостью $33,98 \text{ мм}^2/\text{с}$, $TZ =$ от $33,87$ до $34,09 \text{ мм}^2/\text{с}$ с 95 % неопределенностью. Измерения вязкости, произведенные с этим CVRS на данном участке, должны подпадать в эту зону (поле) допуска 19 раз из двадцати.

УДК 665.6.532.13:006.354

МКС 75.080

Ключевые слова: нефтепродукты, прозрачные жидкости, непрозрачные жидкости, вязкость кинематическая, вязкость динамическая, вискозиметр, индекс вязкости
