ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31391– 2009

Нефтепродукты
Прозрачные и непрозрачные жидкости
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ И РАСЧЕТ ДИНАМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ

ASTM D 445-06
Standard Test Methods for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity
(IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 5901
" 30 " сентября 2009 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский Совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены".

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 35-2009 от 11 июня 2009 г., приложение №18)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 445-06 Standard Test Methods for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity (Стандартный метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и расчет динамической вязкости).

ASTM D 445-06 разработан комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.07 по реологическим свойствам.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ГОСТ 1.5-2001.

Перевод с английского языка (en).

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) "Межгосударственные стандарты", а текст изменений – в информационных указателях "Межгосударственные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Межгосударственные стандарты".

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Значение и применение метода 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 5
8 Сертифицированные стандартные образцы вязкости 5
9 Калибровка 5
10 Общие требования к определению кинематической вязкости 6
11 Проведение испытания прозрачных жидкостей 7
12 Проведение испытания непрозрачных жидкостей 8
13 Очистка вискозиметра 9
14 Расчеты 9
15 Выражение результатов 9
16 Протокол испытания 9
17 Точность 10
Приложение А (обязательное) 12
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 17

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Нефтепродукты
Прозрачные и непрозрачные жидкости
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ И РАСЧЕТ ДИНАМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ

Petroleum products
Transparent and opaque liquids
Method for determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity

Дата введения -

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кинематической вязкости ν жидких нефтепродуктов, как прозрачных, так и непрозрачных, путем измерения времени истечения определенного объема жидкости под действием силы тяжести через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр. Динамическую вязкость η рассчитывают умножением кинематической вязкости ν на плотность жидкости ρ.

Примечание 1 – Методы измерения вязкости битумов, в том числе кинематической, установлены в ASTM D 2170 и ASTM D 2171.

Примечание 2 – Стандарт ИСО 3104 соответствует стандарту ASTM D 445.

1.2 Результаты, полученные при выполнении настоящего метода испытания, зависят от поведения образца, и их следует применять к жидкостям, для которых, в первую очередь, напряжение сдвига пропорционально скорости деформации (проявляющим свойства ньютоновских жидкостей). Однако, если при изменении скорости сдвига происходит значительное изменение вязкости, то при использовании вискозиметров с различным диаметром капилляров могут быть получены различные результаты. Настоящий стандарт также включает метод определения и показатели точности метода для остаточных нефтяных топлив, которые при определенных условиях проявляют свойства неньютоновских жидкостей.

1.3 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кинематической вязкости в диапазоне от 0,2 до 300000 мм^2/с (см. таблицу А.1.1) при любых температурах (см. 6.3 и 6.4). Показатели точности метода установлены только для продуктов, диапазонов их кинематических вязкостей и температур, которые указаны в разделе 17.

1.4 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, указанные в процентах, являются справочными.

1.5 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[1)]:

ASTM D 446 Типовые технические требования и инструкции по эксплуатации стеклянных капиллярных вискозиметров для определения кинематической вязкости

[1)] 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 страницах Document Summary на веб-сайте.

Издание официальное

ASTM D 1193 Технические требования к воде для лабораторного анализа

ASTM D 1217 Стандартный метод определения плотности и относительной плотности (удельного веса) жидкостей с использованием пикнометра Бингама

ASTM D 1480 Стандартный метод определения плотности и относительной плотности (удельного веса) вязких материалов с использованием пикнометра Бингама

ASTM D 1481 Стандартный метод определения плотности и относительной плотности (удельного веса) вязких материалов с использованием двухколенного пикнометра Липкина

ASTM D 2162 Руководство по базовой калибровке контрольных вискозиметров и стандартных образцов вязкости нефти

ASTM D 2170 Стандартный метод определения кинематической вязкости асфальтов (битумов)

ASTM D 2171 Стандартный метод определения вязкости асфальтов с использованием вакуумного капиллярного вискозиметра

ASTM D 6071 Стандартный метод определения низких концентраций натрия в воде высокой степени чистоты атомно-абсорбционной спектроскопией с атомизацией в графитовой печи

ASTM D 6074 Руководство по оценке свойств углеводородных смазочных базовых масел

ASTM D 6617 Руководство по определению систематической погрешности лаборатории с использованием результата однократного испытания стандартного материала

ASTM E 1 Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM

ASTM E 77 Стандартный метод контроля и поверки термометров

2.2 Стандарты ISO:

ISO 3104 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

ISO 3105 Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические условия и инструкции по эксплуатации

ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

ISO 5725 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

ISO 9000 Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь

ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

2.3 Стандарты NIST:[2)]

NIST Technical Note 1297, Руководство Национального института стандартов и технологий США (NIST) по оценке и выражению неопределенности результатов измерений

NIST GMP 11

NIST Special Publication 819

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 автоматический вискозиметр (automated viscometer): Аппаратура, в которой частично или полностью автоматизированы один или более этапов процедуры, приведенной в разделах 11 и 12, с сохранением принципа действия и технических приемов основной ручной аппаратуры. Основные элементы аппаратуры имеют такие же размеры, конструкцию и эксплутационные характеристики, как и элементы ручной аппаратуры.

3.1.1.1 Автоматические вискозиметры способны выполнять некоторые операции метода испытания, уменьшая или устраняя необходимость ручного вмешательства или интерпретации. Аппаратура для определения кинематической вязкости методом, отличающимся от установленного в настоящем стандарте, не относится к автоматическим вискозиметрам.

3.1.2 плотность (density): Масса вещества к единице объема при данной температуре.

3.1.3 динамическая вязкость (dynamic viscosity): Отношение применяемого напряжения сдвига к скорости сдвига жидкости.

3.1.3.1 Динамическую вязкость иногда называют коэффициентом динамической вязкости или просто вязкостью. Динамическая вязкость является мерой сопротивления истечению или деформации жидкости.

[2)] Имеются в наличии в Национальном институте стандартов и технологий США (NIST), 100 Bureau Dr., Stop 3460, Gaithersburg, MD 20899-3460.

3.1.3.2 Термин «динамическая вязкость» можно также применять в другом контексте: для обозначения частотно-зависимой величины, для которой напряжение сдвига и скорость сдвига имеют синусоидальную временную зависимость.

3.1.4 кинематическая вязкость (kinematic viscosity): Сопротивление жидкости течению под действием силы тяжести.

3.1.4.1 При движении жидкости под действием силы тяжести при данном гидростатическом давлении давление жидкости пропорционально ее плотности ρ. Для всех вискозиметров время истечения определенного объема жидкости прямо пропорционально ее кинематической вязкости ν, где $\nu = \eta/\rho$ и η – динамическая вязкость.

4 Сущность метода

4.1 Измеряют время, необходимое для истечения определенного объема жидкости под действием силы тяжести через капилляр калиброванного вискозиметра при воспроизводимом перепаде давлений и известной и точно контролируемой температуре. Кинематической вязкостью (определяемым значением) является произведение измеренного времени истечения и постоянной вискозиметра. Для расчета кинематической вязкости необходимо получить результаты двух определений. За результат определения кинематической вязкости принимают среднее арифметическое из двух допустимых результатов определений.

5 Значение и применение метода

5.1 Многие нефтепродукты и некоторые ненефтяные продукты используются в качестве смазочных материалов, и правильное функционирование оборудования зависит от вязкости используемой жидкости. Кроме того, вязкость многих нефтяных топлив имеет большое значение для оценки оптимальных условий хранения, обращения и применения. Поэтому точное определение вязкости является неотъемлемой частью технических требований ко многим продуктам.

6 Аппаратура

6.1 Вискозиметры

Используют только калиброванные стеклянные капиллярные вискозиметры, обеспечивающие определение кинематической вязкости с точностью, указанной в разделе 17.

6.1.1 Данным требованиям отвечают вискозиметры, указанные в таблице А.1.1, технические характеристики которых соответствуют приведенным в ASTM D 446 и ISO 3105. Настоящий метод испытания предусматривает использование не только тех вискозиметров, которые перечислены в таблице А.1.1. В приложении А.1 приведены дополнительные данные.

6.1.2 Автоматические вискозиметры

Автоматические вискозиметры можно использовать, если они воспроизводят условия, операции и процессы, характерные для ручных вискозиметров. Любые вискозиметр, устройство для измерения температуры, баня с контролируемой температурой или устройство измерения времени, встроенные в автоматическую аппаратуру, а также процесс контроля температуры должны отвечать техническим требованиям, установленным в настоящем разделе. Время истечения менее 200 с является допустимым, однако при этом следует вводить поправку на кинематическую энергию в соответствии с разделом 7 ASTM D 446 по расчету кинематической вязкости. Поправка на кинематическую энергию не должна превышать 3 % от измеренного значения. Автоматические вискозиметры должны обеспечивать определение кинематической вязкости сертифицированных стандартных образцов вязкости в пределах допустимых отклонений, указанных в 9.2.1 и разделе 17. Показатели точности при использовании автоматической аппаратуры должны быть статистически эквивалентны или лучше показателей точности при использовании ручной аппаратуры.

Примечание 3 – Показатели точности и отклонение метода измерения кинематической вязкости при времени истечения менее 200 с не определены. Подтверждающая информация о возможности использования показателей точности, приведенных в разделе 17, для измерения кинематической вязкости со временем истечения менее 200 с отсутствует.

6.2 Держатели вискозиметра

Используют держатели вискозиметров, верхняя метка которых расположена непосредственно над нижней, обеспечивающие строго вертикальное, с отклонением не более 1° по всем направлениям, положение. Вискозиметры, верхняя метка которых отклонена относительно нижней, должны крепиться вертикально с отклонением не более 0,3° по всем направлениям (см. ASTM D 446 и ISO 3105).

6.2.1 Вискозиметры должны быть установлены в термостате таким же образом, как и при калибровке, и как это указано в свидетельстве о калибровке. Дополнительные указания по эксплуатации см. в ASTM D 446 (приложения А.1 – А.3). Для вискозиметров с трубкой L (см. ASTM D 446) выравнивание трубки в вертикальное положение осуществляется с помощью:

(1) держателя, обеспечивающего вертикальное крепление трубки L, или

(2) пузырькового уровня, смонтированного на штативе, имеющем плотную посадку в трубке L, или

(3) отвеса, подвешенного в центре трубки L, или

(4) других средств для крепления, имеющихся внутри термостата.

6.3 Баня с регулируемой температурой

Используют баню с прозрачной жидкостью, имеющую достаточную глубину для того, чтобы в любой момент при измерении времени истечения уровень пробы в вискозиметре был не менее чем на 20 мм ниже уровня жидкости в бане и не менее чем на 20 мм выше дна бани.

6.3.1 Температурный контроль

Для каждой серии измерений времени истечения температуру жидкости в бане регулируют таким образом, чтобы в диапазоне от 15 °С до 100 °С температура среды бани отличалась от заданной температуры не более чем на ± 0,02 °С по всей высоте вискозиметра, в пространстве между вискозиметрами, в месте расположения термометра. Для температур вне указанного диапазона изменение температуры не должно превышать ± 0,05 °С.

6.4 Устройство для измерения температуры в диапазоне от 0 до 100 °С

Используют калиброванные стеклянные жидкостные термометры (приложение А.2) с погрешностью после корректировки не более ± 0,02 °С или другие устройства измерения температуры с такой же или меньшей погрешностью.

6.4.1 При применении калиброванных стеклянных жидкостных термометров рекомендуется использовать два термометра. Показания двух термометров не должны отличаться более чем на 0,04 °С.

6.4.2 Для измерения температур вне диапазона 0 – 100 °С используют калиброванные стеклянные жидкостные термометры с погрешностью после корректировки не более ± 0,05 °С или любые другие устройства измерения температуры с такой же или меньшей погрешностью. В случае применения двух термометров в одной и той же бане их показания не должны отличаться более чем на 0,1 °С.

6.4.3 При использовании стеклянных жидкостных термометров, например термометров, указанных в таблице А.2.1, для приведения в соответствие функциональных возможностей устройства измерения температуры с требованиями к точности заданной температуры (см. 10.1) используют увеличительное устройство для считывания показаний с точностью до 1/5 цены деления (например, с точностью до 0,01 °С или 0,02 °F). Рекомендуется периодически записывать показания термометра (а также всех поправок, содержащихся в свидетельствах о калибровках термометров) для демонстрации выполнения требований метода испытания. Данная информация может быть очень полезна, особенно при разрешении разногласий и вопросов, касающихся точности определения.

6.5 Средство измерения времени

Используют любое устройство для измерения времени, обеспечивающее снятие показаний с разрешением 0,1 с или более высоким и погрешностью не более ± 0,07 % (см. приложение А.3) в диапазоне от минимального до максимального значений предполагаемого времени истечения продукта.

6.5.1 Электрические устройства для измерения времени можно использовать, если частота тока контролируется с точностью 0,05 % или более высокой. Переменный ток в некоторых системах энергоснабжения контролируется чаще периодически, чем постоянно. Использование электрического устройства измерения времени при периодическом контроле частоты тока может привести к большим ошибкам при измерении кинематической вязкости по времени истечения.

7 Реактивы и материалы

7.1 Очищающий раствор хромовой кислоты или очищающий раствор сильноокисляющей кислоты, не содержащий хром. (**Предупреждение** – Хромовая кислота опасна для здоровья. Она токсична, признана канцерогенной, сильно коррозионно-агрессивна и потенциально опасна при контакте с органическими веществами. При ее использовании следует надевать защитную маску, закрывающую лицо полностью, и длинную (во весь рост) защитную одежду, включая перчатки. Избегать вдыхание паров. Утилизируют отработанную хромовую кислоту осторожно, поскольку она по-прежнему остается опасной. Очищающие растворы сильноокисляющих кислот, не содержащие хром, также сильно коррозионно-агрессивны и потенциально опасны при контакте с органическими веществами, но не содержат хром, специальная утилизация которого затруднена).

7.2 Растворитель для пробы, неограниченно смешивающийся с пробой. Перед использованием растворитель следует профильтровать.

7.2.1 Для большинства продуктов пригоден легкоиспаряющийся уайт-спирит или керосин. При необходимости остаточные топлива с целью удаления асфальтеновых веществ следует предварительно промыть ароматическим растворителем, например толуолом или ксилолом.

7.3 Осушающий растворитель, легкоиспаряющийся и смешивающийся с растворителем для пробы (см. 7.2) и водой (см. 7.4). Перед использованием растворитель следует профильтровать.

7.3.1 Ацетон является подходящим растворителем. (**Предупреждение** – Легковоспламеняющаяся жидкость).

7.4 Вода, деионизированная или дистиллированная, соответствующая ASTM D 1193 или со степенью чистоты 3 по ISO 3696. Перед использованием воду следует профильтровать.

8 Сертифицированные стандартные образцы вязкости

8.1 Сертифицированные стандартные образцы вязкости должны быть аттестованы лабораторией, соответствующей требованиям ISO/IEC 17025. Стандартные образцы вязкости должны прослеживаться по процедурам, проводимым с использованием контрольных вискозиметров и описанным в ASTM D 2162.

8.2 Для каждого аттестованного значения стандартного образца должна быть установлена неопределенность (k = 2, при доверительной вероятности 95 %), см. ISO 5725 или NIST 1297.

9 Калибровка

9.1 Вискозиметры

Используют только калиброванные вискозиметры, термометры и средства измерения времени, указанные в разделе 6.

9.2 Сертифицированные стандартные образцы вязкости (таблица А.1.2).

Данные образцы предназначены для проверки процедуры испытания в лаборатории.

9.2.1 Если измеренное значение кинематической вязкости с учетом допускаемого предельного отклонения, рассчитанного в соответствии с приложением А.4, не совпадает с аттестованным значением стандартного образца, проводят повторную проверку каждого этапа процедуры, включая калибровку термометра и вискозиметра, для выявления источника ошибок. В приложении А.1 приведены сведения об имеющихся стандартных образцах вязкости.

Примечание 4 – В предыдущих изданиях ASTM D 445 использовалось предельное отклонение от аттестованного значения, равное ± 0,35 %. Подтверждающие данные, на которых основано предельное отклонение (± 0,35 %) отсутствуют. В приложении А.4 приводятся указания по определению допускаемого отклонения. Допускаемое отклонение состоит как из неопределенности сертифицированного стандартного образца вязкости, так и из неопределенности лаборатории, использующей сертифицированный стандартный образец вязкости.

9.2.1.1 Альтернативно расчету предельных отклонений в соответствии с приложением А.4 можно использовать приблизительные значения предельных отклонений, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Приблизительные значения предельных отклонений

Примечание – Предельные отклонения определены с использованием ASTM D 6617. Расчеты приведены в исследовательском отчете RR: D02-1490.[A)]

Вязкость стандартного образца, $мм^2/с$	Предельные отклонения, %
< 10	± 0,30
от 10 до 100	± 0,32
от 100 до 1000	± 0,36
от 1000 до 10000	± 0,42
от 10000 до 100000	± 0,54
> 100000	± 0,73

[A)] Подтверждающие данные находятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR: D02-1490.

9.2.2 Наиболее распространенными источниками ошибок являются частицы пыли, застрявшие в отверстии капилляра, и погрешность измерения температуры. Следует понимать, что правильный результат, полученный на стандартном образце вязкости, не исключает вероятность наличия взаимокомпенсирующих источников ошибок.

9.3 Калибровочная постоянная вискозиметра C зависит от ускорения силы тяжести в месте калибровки, поэтому оно должно указываться калибровочной лабораторией вместе с постоянной прибора. Если ускорение силы тяжести g отличается более чем на 0,1 %, калибровочную постоянную корректируют следующим образом:

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

где нижние индексы 1 и 2 обозначают соответственно калибровочную лабораторию и испытательную лабораторию.

10 Общие требования к определению кинематической вязкости

10.1 Необходимую температуру испытания в бане для вискозиметра регулируют и поддерживают в пределах значений, указанных в 6.3.1, с учетом условий, указанных в приложении А.2 и поправок, указанных в свидетельствах о калибровках термометров.

10.1.1 Термометры должны крепиться вертикально при таких же условиях погружения, как и при калибровке.

10.1.2 Для получения наиболее достоверных результатов измерения температуры рекомендуется использовать два термометра с действительными свидетельствами о калибровке (6.4).

10.1.3 Показания термометров следует снимать с помощью оптических приборов, дающих приблизительно пятикратное увеличение и отрегулированных таким образом, чтобы исключить погрешности от параллакса.

10.2 Берут чистый сухой калиброванный вискозиметр с диапазоном измерений, включающим предполагаемую кинематическую вязкость (с широким капилляром для сильновязкой жидкости и более узким капилляром для более текучей жидкости). Время истечения для ручных вискозиметров должно быть не менее 200 с или больше времени, указанного в ASTM D 446. Время истечения менее 200 с допускается для автоматических вискозиметров, если они соответствуют требованиям, установленным в 6.1.2.

10.2.1 Отдельные операции при проведении испытания могут изменяться в зависимости от типа используемых вискозиметров, перечисленных в таблице А.1.1. Инструкции по эксплуатации различных типов вискозиметров приведены в ASTM D 446.

10.2.2 Если температура испытания ниже температуры точки росы, то вискозиметр заполняют обычным способом в соответствии с 11.1. Для предотвращения конденсации или замерзания влаги на стенках капилляра вводят испытуемую часть пробы в рабочий капилляр и измерительный резервуар, закрывают трубки резиновыми пробками для удержания испытуемой части пробы в месте ввода и погружают вискозиметр в баню. После погружения выдерживают вискозиметр до достижения температуры бани и удаляют пробки. При проведении определения вязкости вручную не допускается использовать вискозиметры, которые нельзя извлечь из термостата для заполнения испытуемой частью пробы.

10.2.2.1 Допускается использование неплотно заполненных осушающих трубок, присоединяемых к открытым концам вискозиметра. Осушающие трубки, если они используются, должны соответствовать конструкции вискозиметра и не ограничивать течение пробы под давлением, создаваемым в вискозиметре.

10.2.3 Вискозиметры, используемые для анализа силиконовых жидкостей, фторуглеводородов и других жидкостей, которые сложно удалить очищающими средствами, следует применять (за исключением проведения калибровки) только для анализа вышеуказанных жидкостей. Следует часто проверять калибровку таких вискозиметров. Растворители, применяемые для промывки таких вискозиметров, не следует использовать для очистки других вискозиметров.

11 Проведение испытания прозрачных жидкостей

11.1 Вискозиметр заполняют пробой таким способом, как этого требует конструкция прибора, и аналогично тому, как это осуществлялось при калибровке прибора. Если известно или предполагается, что проба содержит волокна или твердые частицы, ее предварительно или во время заполнения прибора фильтруют через фильтр с диаметром пор 75 мкм (см. ASTM D 446).

Примечание 5 – Для уменьшения возможности объединения частиц, прошедших через фильтр, рекомендуется сводить к минимуму промежуток времени между фильтрованием пробы и заполнением ею прибора.

11.1.1 Обычно для прозрачных жидкостей используют вискозиметры типов А и В, указанные в таблице А.1.1.

11.1.2 Для продуктов, проявляющих свойства гелей, измерения времени истечения должны проводиться при достаточно высоких температурах для обеспечения свободного истечения данных продуктов и получения идентичных результатов при использовании вискозиметров с различным диаметром капилляров.

11.1.3 Заполненный вискозиметр выдерживают в бане до достижения температуры испытания. Если используется одна баня для нескольких вискозиметров, не допускается очищать вискозиметры в бане или погружать, извлекать другие вискозиметры, пока хотя бы один из них используют для определения времени истечения.

11.1.4 Так как время достижения температуры испытания будет отличаться в зависимости от применяемых приборов, температур и кинематических вязкостей, время, необходимое для установления температурного равновесия, определяется экспериментально.

11.1.4.1 Обычно 30 мин является достаточным для достижения температурного равновесия. При определении очень высоких значений кинематических вязкостей может потребоваться больше времени.

11.1.5 После достижения температурного равновесия пробы ее объем доводят до необходимого уровня, если этого требует конструкция вискозиметра.

11.2 Используют подсос (если проба не содержит летучих компонентов) или давление для доведения высоты столбика пробы в рукаве капилляра прибора до уровня, находящегося приблизительно на 7 мм выше первой временной метки, если в инструкции по эксплуатации вискозиметра не установлено другое значение. При свободном истечении пробы время, необходимое для перемещения мениска от первой измерительной отметки до второй, измеряют в секундах с точностью до 0,1 с. Если время истечения меньше установленного минимального значения (10.2), выбирают вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют определение.

11.2.1 Повторяют процедуру, описанную в 11.2, для проведения второго измерения времени истечения. Записывают результаты обоих измерений.

11.2.2 Используя результаты двух измеренных значений времени истечения рассчитывают два значения кинематической вязкости.

11.2.3 Если два значения кинематической вязкости, рассчитанных по времени истечения, согласуются с установленным значением определяемости (17.1.1) для данного продукта, то за результат определения кинематической вязкости, который записывают в протокол испытания, принимают среднее арифметическое данных рассчитанных значений. Если данное условие не выполняется, повторяют измерения времени истечения после тщательной очистки и сушки вискозиметра и фильтрования (при необходимости см. 11.1) пробы до тех пор, пока рассчитанные значения кинематической вязкости не будут соответствовать установленному значению определяемости.

11.2.4 Если продукт и/или температура испытания не указаны в 17.1.1, то для температур в диапазоне от 15 °С до 100 °С в качестве оценочного используют значение определяемости 0,20 %, а для температур, не попадающих в данный диапазон, – 0,35 %.

12 Проведение испытания непрозрачных жидкостей

12.1 Испытания цилиндровых масел, очищенных перегонкой с паром, или темных смазочных масел выполняют начиная с процедуры по 12.3, используя при этом тщательно отобранную представительную пробу. На кинематическую вязкость остаточных топлив и продуктов с низкими температурами замерзания может влиять предшествующая тепловая обработка, и для минимизации данного влияния следует выполнить процедуры, описанные в 12.1.1 – 12.2.2.

12.1.1 Как правило, для непрозрачных жидкостей используют вискозиметры обратного потока типа С, приведенные в таблице А.1.

12.1.2 Нагревают пробу в исходном сосуде в сушильном шкафу при температуре 60 ± 2 °С в течение 1 ч.

12.1.3 Пробу тщательно перемешивают стержнем такой длины, чтобы он касался дна сосуда. Перемешивание продолжают до прекращения образования осадка и прилипания парафинов к стержню.

12.1.4 Сосуд повторно плотно закрывают и интенсивно встряхивают в течение 1 мин для завершения перемешивания.

12.1.4.1 Пробы с высоким содержанием парафинов и нефтепродукты с высокой кинематической вязкостью необходимо нагреть до температуры выше 60 °С для обеспечения необходимого перемешивания. Проба должна быть достаточно жидкой для того, чтобы ее можно было свободно перемешивать и встряхивать.

12.2 Сразу же после перемешивания (12.1.4) пробу наливают в стеклянную колбу вместимостью 100 мл в количестве, достаточном для заполнения двух вискозиметров, и неплотно укупоривают колбу.

12.2.1 Колбу погружают в баню с кипящей водой на 30 мин. (**Предупреждение** – Следует соблюдать осторожность, т. к. при нагревании непрозрачных жидкостей с высоким содержанием воды до высоких температур может произойти выброс кипящей жидкости).

12.2.2 Колбу извлекают из бани, плотно укупоривают и встряхивают в течение 60 с.

12.3 Необходимо провести два определения кинематической вязкости испытуемого продукта. Если вискозиметры должны полностью очищаться после измерения времени истечения, то для проведения определений можно использовать два таких вискозиметра. Для проведения двух измерений времени истечения и расчета кинематической вязкости также можно использовать один вискозиметр, если он позволяет провести два повторных, следующих непосредственно друг за другом, измерения времени истечения без очистки вискозиметра. Заполняют оба вискозиметра таким образом, как этого требует конструкция прибора. Например, при использовании поперечных вискозиметров или вискозиметров BS с U-образными трубками для непрозрачных жидкостей пробу фильтруют через фильтр с диаметром пор 75 мкм в два вискозиметра, предварительно поместив их в баню. Если проба перед испытанием подвергается тепловой обработке, то используют предварительно подогретый фильтр для предотвращения коагуляции пробы во время фильтрования.

12.3.1 Вискозиметры, которые заполняются перед погружением в баню, перед заполнением пробой необходимо нагреть в шкафу. Такое нагревание проводят для предотвращения охлаждения пробы ниже испытательной температуры.

12.3.2 Через 10 мин доводят объем пробы до необходимого уровня (если этого требует конструкция вискозиметра), совмещая с отметками заполнения как указано в ASTM D 446.

12.3.3 Заполненные вискозиметры выдерживают в бане до тех пор, пока они не достигнут испытательной температуры (см. 12.3.1). Если используется одна баня для нескольких вискозиметров, не допускается очищать вискозиметры в бане или погружать, извлекать другие вискозиметры, пока хотя бы один из них используют для определения времени истечения.

12.4 Для пробы, находящейся в свободно текущем состоянии, измеряют время, необходимое для прохождения мениска продукта от первой отметки до второй, с точностью до 0,1 с. Записывают результат измерения.

12.4.1 Если пробы подвергают предварительной тепловой обработке, описанной в 12.1 – 12.2.1, определение вязкости проводят в течение 1 ч после выполнения процедуры по 12.2.2. Записывают измеренные значения времени истечения.

12.5 Рассчитывают значения кинематической вязкости ν, мм^2/с, используя каждый результат измерения времени истечения. Данные значения принимают за результаты двух определений кинематической вязкости.

12.5.1 Для остаточных нефтяных топлив, если два рассчитанных значения кинематической вязкости соответствуют установленному значению определяемости (см. 17.1.1), за результат определения кинематической вязкости принимают среднее арифметическое данных рассчитанных значений.

Результат определения кинематической вязкости записывают в протокол. Если рассчитанные значения кинематической вязкости не соответствуют установленному значению определяемости, повторяют измерения времени истечения после тщательной очистки и сушки вискозиметра и фильтрования пробы. Если продукт или температура испытания или то и другое не указаны в 17.1.1, то для температур в диапазоне от 15 °С до 100 °С в качестве оценочного используют значение определяемости 1,0 %, а для температур, не попадающих в данный диапазон, – 1,5 %. Следует осознавать, что данные продукты могут проявлять свойства неньютоновских жидкостей и содержать твердые частицы, образующиеся в растворе при проведении измерения времени истечения.

13 Очистка вискозиметра

13.1 Между последовательными определениями кинематической вязкости вискозиметр тщательно очищают ополаскиванием растворителем для пробы несколько раз, а затем осушающим растворителем (7.3). Сушат трубку вискозиметра, пропуская слабую струю профильтрованного сухого воздуха в течение 2 мин или до полного удаления следов растворителя.

13.2 Вискозиметр периодически промывают очищающим раствором (**Предупреждение –** см. 7.1.) в течение нескольких часов для удаления остаточных следов отложений органического происхождения, затем тщательно ополаскивают водой (7.4) и осушающим растворителем (см. 7.3), сушат отфильтрованным воздухом или под вакуумом. Любые отложения неорганических соединений, особенно если предполагается присутствие солей бария, удаляют обработкой соляной кислотой (перед применением раствора очищающей кислоты). (**Предупреждение –** Не допускается применение щелочных очищающих растворов, поскольку могут возникнуть изменения в калибровке вискозиметра).

14 Расчеты

14.1 Значения кинематической вязкости ν_1 и ν_2 рассчитывают, используя измеренные значения времени истечения t_1 и t_2, и постоянную вискозиметра C, по формуле

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

где $\nu_{1,2}$ – определяемые значения кинематической вязкости ν_1 и ν_2 соответственно, мм^2/с;

C – калибровочная постоянная вискозиметра, мм^2/с^2;

$t_{1,2}$ – измеренные значения времени истечения t_1 и t_2 соответственно, с.

Кинематическую вязкость рассчитывают как среднее арифметическое ν_1 и ν_2 (см. 11.2.3 и 12.5.1).

14.2 Динамическую вязкость η рассчитывают, используя рассчитанное значение кинематической вязкости ν и плотность ρ по формуле

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

где η – динамическая вязкость, мПа·с;

ρ – плотность при температуре определения кинематической вязкости, кг/м^3;

ν – кинематическая вязкость, мм^2/с.

14.2.1 Плотность пробы при температуре определения кинематической вязкости может быть установлена с помощью соответствующего метода испытания, например метода испытания по ASTM D 1217, ASTM D 1480 или ASTM D 1481.

15 Выражение результатов

15.1 Записывают результаты определения кинематической вязкости и динамической вязкости с точностью до четырех значащих цифр и температуру испытания.

16 Протокол испытания

16.1 Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

16.1.1 тип и идентификацию испытуемого продукта;

16.1.2 ссылку на настоящий стандарт;

16.1.3 результат испытания (см. раздел 15);

16.1.4 любое отклонение (по соглашению или иное) от установленного метода;

16.1.5 дату испытания;

16.1.6 наименование и адрес испытательной лаборатории.

17 Точность

17.1 Сравнение измеренных (определенных) значений

17.1.1 Определяемость (расхождение между результатами параллельных определений) *d*

Расхождение между последовательно измеренными (определенными) значениями, полученными одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории при работе на одной и той же аппаратуре при выполнении серии измерений (определений), приводящих к единственному результату, в течение длительного промежутка времени при обычном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, указанные ниже:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С[3)]	0,0020y	(0,20 %)
Компаундированные масла при 40 °С и 100 °С[4)]	0,0013y	(0,13 %)
Компаундированные масла при 150 °С[5)]	0,015y	(1,5 %)
Нефтяные парафины при 100 °С[6)]	0,0080y	(0,80 %)
Остаточные нефтяные топлива при 80 °С и 100 °С[7)]	0,011 (y + 8)	
Остаточные нефтяные топлива при 50 °С[7)]	0,017y	(1,7 %)
Присадки для смазочных масел при 100 °С[8)]	$0,00106y^{1,1}$	
Газойли при 40 °С[9)]	0,0013 (y + 1)	
Топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С[10)]	0,0018y	(0,18 %)

где y – среднее арифметическое сравниваемых измеренных (определенных) значений.

[3)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательских отчетов RR:D02-1331 и RR:D02-1132. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний шести минеральных масел (базовых масел без пакета присадок) в диапазонах значений от 8 до 1005 мм^2/с при 40 °С и от 2 до 43 мм^2/с при 100 °С и впервые были опубликованы в 1989 г. (см. ASTM D 6074).

[4)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1332. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний семи полностью компаудированных моторных масел с кинематической вязкостью в диапазонах значений от 36 до 340 мм^2/с при 40 °С и от 6 до 25 мм^2/с при 100 °С и впервые были опубликованы в 1991 г. (см. ASTM D 6071).

[5)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1333. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний восьми полностью компаудированных моторных масел с кинематической вязкостью в диапазоне значений от 7 до 19 мм^2/с при 150 °С и впервые были опубликованы в 1991 г. (см. ASTM D 6074).

[6)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1334. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний пяти нефтяных парафинов масел с кинематической вязкостью в диапазоне значений от 3 до 16 мм^2/с при 100 °С и впервые были опубликованы в 1988 г.

[7)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1198. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний четырнадцати остаточных нефтяных топлив (мазутов) с кинематической вязкостью в диапазонах значений от 30 до 1300 мм^2/с при 50 °С и от 5 до 170 мм^2/с при 80 °С и 100 °С и впервые были опубликованы в 1984 г.

[8)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1421. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний восьми присадок с кинематической вязкостью в диапазоне значений от 145 до 1500 мм^2/с при 100 °С и впервые были опубликованы в 1997 г.

[9)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1422. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний восьми газойлей с кинематической вязкостью в диапазоне значений от 1 до 13 мм^2/с при 40 °С и впервые были опубликованы в 1997 г.

[10)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1420. Приведенные показатели точности были получены в результате статистического исследования межлабораторных результатов испытаний девяти топлив для реактивных двигателей с кинематической вязкостью в диапазоне значений от 4,3 до 5,6 мм^2/с при минус 20 °С и впервые были опубликованы в 1997 г.

17.2 Сравнение результатов испытания

17.2.1 Сходимость (повторяемость) *r*

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одной и той же аппаратуре при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при обычном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, указанные ниже:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С[3)]	0,0011x	(0,11 %)
Компаундированные масла при 40 °С и 100 °С[4)]	0,0026x	(0,26 %)
Компаундированные масла при 150 °С[5)]	0,0056x	(0,56 %)
Нефтяные парафины при 100 °С[6)]	$0,0141x^{1,2}$	
Остаточные нефтяные топлива при 80 °С и 100 °С[7)]	0,013 (x + 8)	
Остаточные нефтяные топлива при 50 °С[7)]	0,015x	(1,5 %)
Присадки для смазочных масел при 100 °С[8)]	$0,00192x^{1,1}$	
Газойли при 40 °С[9)]	0,0043 (x + 1)	
Топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С[10)]	0,007x	(0,7 %)

где x – среднее арифметическое сравниваемых результатов испытания.

17.2.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при обычном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, указанные ниже:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С[3)]	0,0065x	(0,65 %)
Компаундированные масла при 40 °С и 100 °С[4)]	0,0076x	(0,76 %)
Компаундированные масла при 150 °С[5)]	0,018x	(1,8 %)
Нефтяные парафины при 100 °С[6)]	$0,0366x^{1,2}$	
Остаточные нефтяные топлива при 80 °С и 100 °С[7)]	0,04 (x + 8)	
Остаточные нефтяные топлива при 50 °С[7)]	0,074x	(7,4 %)
Присадки для смазочных масел при 100 °С[8)]	$0,00862x^{1,1}$	
Газойли при 40 °С[9)]	0,0082 (x + 1)	
Топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С[10)]	0,019x	(1,9 %)

где x – среднее арифметическое сравниваемых результатов испытания.

17.3 Точность метода для отработанных масел не определена, но предполагается, что она ниже точности для компаундированных масел. Из-за высокого разнообразия данных отработанных масел определение показателей точности метода для них не предполагается.

17.4 Точность метода при использовании конкретных автоматических вискозиметров не определена. Однако проведен анализ большого количества данных, полученных при использовании как автоматических, так и ручных вискозиметров в диапазоне температур от 40 °С до 100 °С. Воспроизводимость метода, полученная при использовании автоматических вискозиметров, статистически незначительно отличается от воспроизводимости при использовании ручных вискозиметров. Также установлено отсутствие отклонения метода при использовании автоматических и ручных вискозиметров.[11)]

[11)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1498.

Приложение А
(обязательное)

А.1 Типы вискозиметров и сертифицированные стандартные образцы вязкости

А.1.1 Типы вискозиметров

А.1.1.1 В таблице А.1 приведен перечень капиллярных вискозиметров, обычно применяемых для определения вязкости нефтепродуктов. Технические требования, указания по эксплуатации и калибровке приведены в ASTM D 446.

Таблица А.1.1 – Типы вискозиметров

Наименование вискозиметра	Диапазон кинематичеких вязкостей,[A] мм^2/с
А Вискозиметры Оствальда для прозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске (Cannon-Fenske) обычный[B]	от 0,5 до 20000
Цайтфукса (Zeitfuchs)	от 0,6 до 3000
BS с U-образной трубкой[B]	от 0,9 до 10000
BS/U/M миниатюрный	от 0,2 до 100
SIL[B]	от 0,6 до 10000
Каннон-Маннинга (-Manning), полумикро	от 0,4 до 20000
Пинкевича (Pinkevitch)[B]	от 0,6 до 17000
В Вискозиметры с висячим уровнем для прозрачных жидкостей	
BS/IP/SL[B]	от 3,5 до 100000
BS/IP/SL(S)[B]	от 1,05 до 10000
BS/IP/MSL	от 0,6 до 3000
Уббелоде (Ubbelohde)[B]	от 0,3 до 100000
Фитцсиманса (FitzSimons)	от 0,6 до 1200
Атлантик (Atlantic)[B]	от 0,75 до 5000
Каннон-Уббелоде (Cannon-Ubbelohde) (A), Каннона (Cannon) Уббелоде (Ubbelohde) с разбавлением[B](B)	от 0,5 до 100000
Каннон-Уббелоде (Cannon-Ubbelohde), полумикро	от 0,4 до 20000
С Вискозиметры с обратным истечением для непрозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске (Cannon-Fenske) непрозрачный	от 0,4 до 20000
Цайтфукса (Zeitfuchs) с перекрещивающимися трубками	от 0,6 до 100000
BS/IP/PF с U-образной трубкой с обратным истечением	от 0,6 до 300000
Ланц-Цайтфукса (Lantz-Zeitfuchs) с обратным истечением	от 60 до 100000

[A] Для каждого указанного диапазона требуется набор вискозиметров. Во избежание необходимости введения поправок на кинематическую энергию вискозиметры сконструированы таким образом, чтобы время истечения было более 200 с, кроме случаев, указанных в ASTM D 446.

[B] В каждом из данных наборов минимальное время истечения вискозиметра с наименьшей постоянной превышает 200 с.

А.1.1.2 В таблице А.1.2 приведен перечень сертифицированных стандартных образцов вязкости.

Таблица А.1.2 – Сертифицированные стандартные образцы вязкости

Обозначение	Приблизительное значение кинематической вязкости, мм^2/с					
	20 °С	25 °С	40 °С	50 °С	80 °С	100 °С
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	3700	23000	6700	…	…	…
S30000	…	81000	23000	11000	…	…

А.2 Термометры, используемые при определении кинематической вязкости

А.2.1 Специализированные термометры с небольшим диапазоном измерения

А.2.1.1 Используют специализированные термометры с небольшим диапазоном измерения, соответствующие техническим требованиям, приведенным в таблице А.2.1, и имеющие одну из указанных на рисунке А.2.1 конструкций.

А.2.1.2 Различие в конструкциях заключается главным образом в положении точки замерзания воды. В термометрах конструкции А точка замерзания находится в пределах диапазона шкалы, конструкции В – ниже диапазона шкалы, конструкции С – выше диапазона шкалы.

А.2.2 Калибровка

А.2.2.1 Используют жидкостные стеклянные термометры с точностью после корректировки не менее 0,02 °С, откалиброванные в лаборатории, отвечающей требованиям ISO 9000 или ISO/IEC 17025 и выдающей свидетельства, подтверждающие прослеживаемость калибровки к национальным эталонам. Альтернативно можно использовать термометрические устройства, такие как платиновые термометры сопротивления, с такой же или более высокой точностью и аналогичными требованиями к калибровке.

А.2.2.2 Корректировка шкалы жидкостных стеклянных термометров может измениться во время хранения и применения, и, следовательно, необходимо регулярно проводить повторную калибровку. Наиболее простой способ калибровки заключается в повторной калибровке точки замерзания воды и изменении всех основных корректировок шкалы на ту же величину, на которую изменяется точка замерзания воды.

А.2.2.2.1 Временной интервал между калибровками точки замерзания воды не должен превышать шесть месяцев (см. NIST GMP 11). Новые термометры рекомендуется проверять ежемесячно в течение первых шести месяцев. Изменение точки замерзания воды на одно или более делений шкалы указывает на возможное перегревание или повреждение термометра. Термометры в таком случае не используют до проведения проверки или повторной калибровки, или того и другого. Проведение полной повторной калибровки хотя и допускается, но не является обязательным для достижения заданной для данной конструкции термометра точности (см. NIST Special Publication 819). При изменении значения поправки на точку замерзания воды величину данного изменения следует прибавить ко всем поправкам, приведенным в первоначальном протоколе калибровки.

А.2.2.2.2 При использовании других термометрических устройств также необходимо периодически проводить повторную калибровку. Протоколы всех повторных калибровок сохраняют.

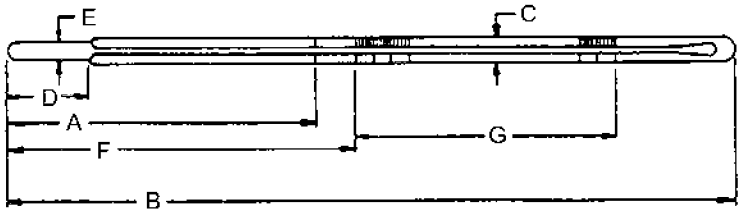
Таблица А.2.1 – Общие технические требования к термометрам

Примечание – В таблице А.2.2 приведены термометры ASTM, IP и ASTM/IP, отвечающие техническим требованиям, указанным в таблице А.2.1, и температуры, при которых данные термометры применяются (см. ASTM E 1 и ASTM E 77)

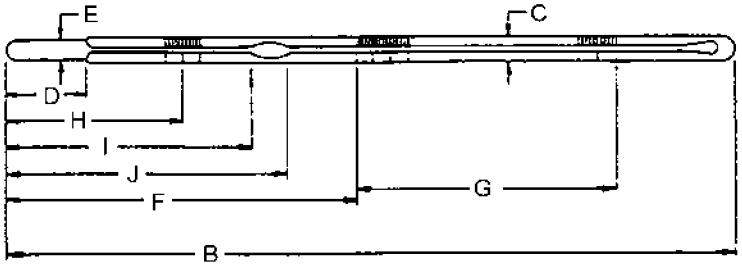
Наименование параметра	Значение
Погружение	Полное
Метки на шкале:	
малые деления, через каждые °С	0,05
длинные штрихи через каждые, °С	0,1 и 0,5
цифровые обозначения через каждые, °С	1
максимальная ширина линии, мм	0,1
Погрешность шкалы при температуре испытания, °С, не более	0,1
Камера расширения:	
допускает нагревание до, °С	105 – для шкалы термометра до 90, 120 – для шкалы термометра между 90 – 95, 130 – для шкалы термометра между 95 – 105, 170 – для шкалы термометра выше 105
Общая длина, мм	300 – 310
Наружный диаметр стержня, мм	6,0 – 8,0
Длина резервуара, мм	45 – 55
Наружный диаметр резервуара, мм	Не более диаметра стержня
Длина шкалы, мм	40 – 90

Таблица А.2.2 – Термометры, соответствующие требованиям настоящего стандарта

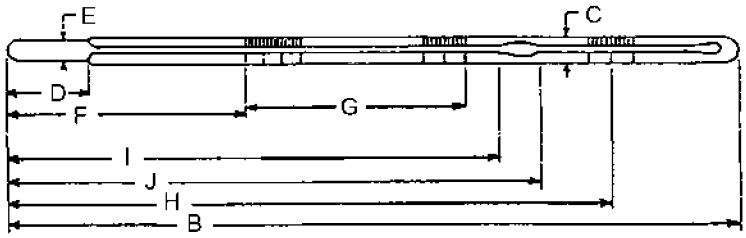
Обозначение термометра	Температура испытания	
	°C	°F
ASTM 132C, IP 102C	150	
ASTM 110C, F/IP 93C	135	275
ASTM 121C/IP 32C	98,9 100	210 212
ASTM 129C, F/IP 36C	93,3	200
ASTM 48C, F/IP 90C	82,2	180
IP 100C	80	
ASTM 47C, F/IP 35C	60	140
ASTM 29C, F/IP 34C	54,4	130
ASTM 46C, F/IP 66C	50	122
ASTM 120C/IP 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
ASTM 128C, F/IP 33C	0	32
ASTM 72C, F/IP 67C	− 17,8	0
ASTM 127C/IP 99C	− 20	− 4
ASTM 126C, F/IP 71C	− 26,1	− 20
ASTM 73C, F/IP 68C	− 40	− 40
ASTM 74C, F/IP 69C	− 53,9	− 65



(a)



(b)



(c)

Рисунок А.2.1 – Конструкции термометров

А.2.2.3 Методика повторной калибровки точки замерзания воды в жидкостных стеклянных термометрах

А.2.2.3.1 Если в свидетельстве калибровке не указано иное, для повторной калибровки откалиброванных термометров, используемых для определения кинематической вязкости, показание точки замерзания воды следует снимать не позднее чем через 60 мин после выдерживания при температуре испытания и не раньше чем через 3 мин.

А.2.2.3.2 Выбирают чистые кусочки льда, желательно приготовленные из дистиллированной или очищенной воды. Все мутные или дефектные кусочки отбрасывают. Ополаскивают лед дистиллированной водой, вырезают или разбивают на мелкие кусочки, стараясь избегать прямого контакта с руками или химически загрязненными предметами. Наполняют колбу Дьюара измельченным льдом, добавляют достаточное для образования шуги количество воды так, чтобы лед при этом не всплывал.

По мере таяния льда сливают некоторое количество воды и добавляют измельченный лед. Вставляют термометр и аккуратно уплотняют лед вокруг стрежня на глубину приблизительно на одно деление ниже 0 °С.

А.2.2.3.3 По истечении не менее 3 мин снимают показания, часто и осторожно постукивая по термометру под прямым углом к оси. Расхождение между последовательно снятыми с интервалом не менее 1 мин показаниями не должно превышать 0,005 °С.

А.2.2.3.4 Записывают показания точки замерзания воды и определяют поправку термометра при этой температуре по среднеарифметическому значению показаний. Если будет обнаружено, что поправка больше или меньше поправки предыдущей калибровки, то поправки при всех других температурах изменяют на одинаковую величину.

А.2.2.3.5 При выполнении методики необходимо соблюдать следующие условия:

1) удерживать термометр в вертикальном положении;

2) снимать показания термометра с помощью оптических устройств, дающих пятикратное увеличение и предотвращающих возникновение параллакса;

3) записывать показание точки замерзания воды с точностью до 0,005 °С.

А.2.2.4 При использовании устройства для измерения температуры его погружают на ту же глубину, на которую данное устройство погружалось для полной калибровки. Например, если жидкостный стеклянный термометр был калиброван в обычном состоянии при полном погружении, то его следует погрузить до верхней части ртутного столбика, оставшаяся часть стержня и расширительная камера при этом будут подвергаться воздействию температуры и давлению окружающей среды. На практике это означает, что верх ртутного столбика должен находиться в пределах длины, эквивалентной четырем делениям шкалы, поверхности среды, температура которой измеряется.

А.2.2.4.1 Если данное условие невыполнимо, может понадобиться проведение дополнительной корректировки.

А.3 Точность средств измерения времени

А.3.1 Регулярно проверяют точность средств измерения времени и сохраняют данные таких проверок.

А.3.1.1 Для калибровки средств измерения времени должны применяться первичные эталоны. Для калибровки средств измерения времени с точностью до 0,1 с допускается использовать:

WWV	Форт-Коллинс, Колорадо (Fort-Collins, CO)	2,5; 5; 10; 15; 20 МГц
WWVH	Кауайи, Гавайи (Kauai, HI)	2,5; 5; 10; 15 МГц
CHU	Оттава, Канада (Ottava, Canada)	3,33; 7,335; 14,67 МГц

А.4. Расчет диапазона (области) допускаемых отклонений для установления соответствия техническим требованиям при использовании сертифицированного стандартного образца

А.4.1 При проведении лабораторной программы контроля качества определяют среднее квадратичное отклонение для установления неопределенности в месте проведения испытания σ_{site}.

А.4.1.1 Если среднее квадратичное отклонение в месте проведения испытания σ_{site} неизвестно, используют значение 0,19 %.

А.4.2 Определяют суммарную расширенную неопределенность (CEU) эталонного значения (ARV), присвоенного сертифицированному стандартному образцу (CRM) и указанного поставщиком на ярлыке или в сопроводительной документации.

А.4.3 Рассчитывают среднеквадратичную погрешность эталонного значения (SEARV) делением CEU на коэффициент охвата *k*, указанный поставщиком на ярлыке или в сопроводительной документации.

А.4.3.1 Если коэффициент охвата *k* неизвестен, используют значение 2.

А.4.4 Рассчитывают диапазон допускаемых отклонений:

$$TZ = \pm 1{,}44\sqrt{y_{site}^2 + SE_{ARV}^2} \ .$$

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 3104:1994 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости	MOD	ГОСТ 33-2000 (ИСО 3104-94) Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости
ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий	IDT	ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

УДК 665.7.035.6(083.74)(476) МКС 75.080 КП 03 IDT

Ключевые слова: вязкость динамическая, вязкость кинематическая, вискозиметр, вязкость

gost.e-ecolog.ru