МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33—
2016**

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ. ПРОЗРАЧНЫЕ И НЕПРОЗРАЧНЫЕ ЖИДКОСТИ

Определение кинематической и динамической вязкости

(ISO 3104:1994, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2016 г. № 91-П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2017 г. № 336-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения следующих стандартов:

- ISO 3104:1994 «Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости (Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity», NEQ), включая техническую поправку Cor.1:1997;
- ASTM D 7042—14 «Метод определения динамической вязкости и плотности жидкостей на вискозиметре Штабингера (и расчет кинематической вязкости)» [«Standard test method for dynamic viscosity and density of liquids by Stabinger viscometer (and the calculation of kinematic viscosity)», NEQ].

6 ВЗАМЕН ГОСТ 33—2000

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и материалы 2
6 Аппаратура 3
7 Проверка и контроль 5
8 Отбор проб 5
9 Общие требования к проведению испытаний 5
10 Определение кинематической вязкости прозрачных жидкостей 6
11 Определение кинематической вязкости непрозрачных жидкостей 6
12 Промывка вискозиметра 8
13 Обработка результатов 8
14 Запись результатов 8
15 Прецизионность метода 8
16 Протокол испытаний 10
Приложение А (обязательное) Метод определения динамической вязкости и плотности жидкостей на вискозиметре Штабингера (и расчет кинематической вязкости 11
Приложение Б (обязательное) Типы вискозиметров 24
Приложение В (справочное) Определение поправки на кинетическую энергию 29
Приложение Г (обязательное) Термометры для определения кинематической вязкости 30
Библиография 33

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ. ПРОЗРАЧНЫЕ И НЕПРОЗРАЧНЫЕ ЖИДКОСТИ

Определение кинематической и динамической вязкости

Petroleum and petroleum products. Transparent and opaque liquids.
Determination of kinematic and dynamic viscosity

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кинематической вязкости ν нефти и жидких нефтепродуктов, прозрачных и непрозрачных жидкостей измерением времени истечения определенного объема жидкости под действием силы тяжести через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр.

Динамическую вязкость η вычисляют как произведение кинематической вязкости жидкости на ее плотность ρ.

Примечание — Полученные результаты зависят от поведения образца и применимы к жидкостям, для которых напряжение сдвига пропорционально скорости деформации (поведение ньютоновских жидкостей). Однако вязкость значительно изменяется со скоростью сдвига, и при использовании вискозиметров с капиллярами разного диаметра могут быть получены различные результаты. В стандарт также включена методика и показатели точности для остаточных жидких топлив (см. раздел 10), которые в определенных условиях проявляют свойства «неньютоновских» жидкостей.

1.2 Настоящий стандарт не распространяется на битумы.

1.3 В приложении А приведен альтернативный расчетный метод определения кинематической вязкости на вискозиметре Штабингера по измеренным плотности и динамической вязкости. При наличии разногласий испытание проводят с использованием стеклянных капиллярных вискозиметров.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 112—78 Термометры метеорологические стеклянные. Технические условия

ГОСТ 400—80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3675—2014 Нефть сырая и нефтепродукты жидкие. Лабораторный метод определения плотности с использованием ареометра

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования. Методы контроля*

ГОСТ 4095—75 Изооктан технический. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6824—96 Глицерин дистиллированный. Технические условия

ГОСТ 9410—78 Ксилол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 10028—81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 13646—68 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия

ГОСТ 14710—78 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 22867—77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на территории государства по соответствующему указателю стандартов (и классификаторов), составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. 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 применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **кинематическая вязкость ν:** Сопротивление жидкости течению под действием гравитации.

Примечание — 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.

3.2 **плотность ρ:** Масса вещества на единицу объема при данной температуре.

3.3 **динамическая вязкость η:** Отношение применяемого напряжения сдвига к скорости сдвига жидкости. Иногда его называют коэффициентом динамической вязкости или просто вязкостью. Таким образом, динамическая вязкость является мерой сопротивления истечению или деформации жидкости.

Примечание — Термин «динамическая вязкость» можно также применять для обозначения вязкости в зависимости от времени, в течение которого напряжение сдвига и скорость сдвига имеют синусоидальную зависимость.

3.4 **ньютоновская жидкость:** Жидкость, вязкость которой не зависит от касательного напряжения и градиента скорости, т.е. если отношение касательного напряжения к градиенту скорости непостоянно, жидкость не является ньютоновской.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения в секундах определенного объема испытуемой жидкости под влиянием силы тяжести при известной и постоянно контролируемой температуре. Кинематическая вязкость является произведением измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра.

5 Реактивы и материалы

5.1 Смесь хромовая для мойки стекла, приготовленная по ГОСТ 4517.

ОСТОРОЖНО! Хромовая кислота опасна для здоровья. Она токсична, признана канцерогенной, чрезвычайно коррозионно-активна и потенциально опасна при контакте с органическими веществами.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Используя ее, важно защитить все лицо и надеть защитную одежду. Не вдыхать пары. После применения отходы разложить в соответствии со стандартными методиками, так как они остаются по-прежнему опасными.

Очищающие растворы сильных кислот, не содержащих хрома, также очень коррозионно-активны и потенциально опасны при контакте с органическими веществами.

5.2 Растворитель для образца, полностью смешивающийся с ним, например петролейный эфир, который следует профильтровать перед использованием.

Примечание — Для большинства образцов пригоден уайт-спирит или нефрас С2-80/120. Остаточные топлива с целью удаления асфальтеновых веществ необходимо предварительно промыть ароматическим растворителем, таким как толуол по ГОСТ 5789 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710, или ксилол нефтяной по ГОСТ 9410 или ксилол каменноугольный по ГОСТ 9949.

5.3 Осушающий растворитель, легкоиспаряемый и смешивающийся как с растворителем для образца (5.2), так и с водой (5.4). Перед применением следует отфильтровать.

Примечание — Пригоден ацетон по ГОСТ 2603.

5.4 Вода деионизированная и дистиллированная по ГОСТ ISO 3696 или вода дистиллированная с pH 5,4—6,6. Перед применением воду следует отфильтровать.

5.5 Аттестованные стандартные образцы вязкости, используемые для контроля при проведении лабораторных испытаний.

5.6 Бумага фильтровальная лабораторная.

5.7 Соль поваренная крупнокристаллическая или сульфат натрия безводный, или кальций хлористый прокаленный, или любой другой осушитель.

5.8 Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299, спирт этиловый синтетический, спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

5.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118.

5.10 Допускается использование реактивов, выпускаемых по другой технической документации, квалификации не ниже указанной в настоящем стандарте и обеспечивающих получение результатов с точностью согласно разделу 15.

6 Аппаратура

6.1 Вискозиметры стеклянные капиллярные калиброванные, обеспечивающие измерение кинематической вязкости с точностью, приведенной в разделе 15. Типы вискозиметров и описание работы с ними приведены в приложении Б. Для каждого диапазона вязкости необходимо иметь набор вискозиметров.

Примечание — Вискозиметры, перечисленные в таблице Б.1 (приложение Б), чьи спецификации удовлетворяют требованиям, указанным в стандарте [1], соответствуют характеристикам, приведенным в настоящем подразделе.

Допускается использовать автоматические вискозиметры, обеспечивающие точность, указанную в разделе 15.

При измерении кинематической вязкости менее 10 мм^2/с и времени истечения менее 200 с вводят поправку на кинетическую энергию в соответствии со стандартом [1]. Определение поправки приведено в приложении В.

6.2 Держатель, обеспечивающий строго вертикальное крепление вискозиметра, у которого верхняя метка расположена непосредственно над нижней меткой, с погрешностью не более 1° по всем направлениям.

Если верхняя метка вискозиметра отклонена относительно нижней меткой, погрешность отклонения от вертикали не должна превышать 0,3° по всем направлениям в соответствии со стандартом [2]. Вертикальное положение вискозиметра оценивается по верхней половине широкого колена.

Примечание — Необходимое соответствие вертикальных частей можно проверить с помощью отвеса, но в прямоугольных банях со светонепроницаемыми краями данный способ не пригоден.

6.3 Баня с регулируемой температурой достаточной глубины, чтобы в момент измерения расстояния от образца в вискозиметре до верхнего уровня жидкости в бане и от образца до дна бани были не менее 20 мм. Для наполнения бани используют прозрачную жидкость, которая остается в жидком состоянии при температуре испытания.

Температуру бани регулируют таким образом, чтобы (для каждой серии определений времени истечения) в интервале от 15 °С до 100 °С температура в бане не менялась более чем на ± 0,02 °С по всей высоте вискозиметров или в пространстве между вискозиметрами и местом расположения термометра. Для температур, находящихся вне указанного интервала, изменения температуры не должны превышать ± 0,05 °С.

6.3.1 В зависимости от температуры проведения испытания для заполнения термостата используют следующие реактивы:

- от минус 60 °С до 15 °С — спирт этиловый технический или спирт этиловый ректификованный, или изооктан технический по ГОСТ 4095;
- от 15 °С до 60 °С — дистиллированную воду;
- свыше 60 °С до 90 °С — раствор глицерина по ГОСТ 6824 в воде 1:1 или светлое нефтяное масло;
- свыше 90 °С — 25 %-ный раствор азотнокислого аммония по ГОСТ 22867 или специальные жидкости.

Для охлаждения жидкостей в термостате применяют лед, твердую углекислоту (сухой лед), жидкий азот.

При отсутствии термостата для определения вязкости при температуре ниже 15 °С допускается применять прозрачные сосуды Дьюара соответствующей глубины (6.3).

6.4 Устройство для измерения температуры

Для диапазона измерения от 0 °С до 100 °С применяют калиброванные жидкостные стеклянные термометры (приложение Г) с точностью после корректировки не менее ± 0,02 °С или выше или другие термометрические устройства равноценной или более высокой точности. Если в одной и той же бане используются два термометра, показания их при этом не должны отличаться более чем на 0,04 °С.

Примечание — При применении калиброванных жидкостных стеклянных термометров рекомендуется использовать два термометра.

Для измерения температур вне указанного диапазона следует использовать калиброванные жидкостные стеклянные термометры с точностью после корректировки ± 0,05 °С и выше, а при применении двух термометров в одной и той же бане их показания не должны отличаться более чем на ± 0,1 °С.

Термометры типа ТИН-10 по ГОСТ 400.

Термометры групп I и II по ГОСТ 13646.

Примечание — При определении кинематической вязкости нефтепродуктов допускается применять термостаты или термостатирующие устройства, обеспечивающие заданную температуру с погрешностью не более ± 0,1 °С при температуре от минус 30 °С до плюс 150 °С и ± 0,25 °С — при температуре от минус 60 °С до минус 30 °С, а также термометры ТЛ-4 № 1-4 и метеорологические низкоградусные термометры по ГОСТ 112.

6.4.1 При измерении температуры в термостате (бане) при частичном погружении контрольного термометра, градуированного на полное погружение, в показания контрольного термометра вводят поправку (Δt) на выступающий над поверхностью жидкости в термостате столбик жидкости в термометре, рассчитанную по формуле

$$\Delta t = Kh(t_1 - t_2), \quad (1)$$

где K — коэффициент, равный для ртутного термометра 0,00016, для спиртового — 0,001;

h — высота выступающего столбика ртути или спирта, выраженная в градусных делениях шкалы термометра;

t_1 — заданная температура в термостате, °С;

t_2 — температура окружающего воздуха вблизи середины выступающего столбика ртути или спирта, °С (определяется вспомогательным термометром, резервуар которого находится на середине высоты выступающего столбика).

Для определения истинной температуры жидкости в термостате поправку алгебраически прибавляют к показанию термометра (см. Г.3, приложение Г).

6.5 Устройство для измерения времени, обеспечивающее возможность отсчета времени до 0,1 с (или с меньшим делением) и имеющее погрешность не более ± 0,07 %, когда снимают показания в интервале от 200 до 900 с.

Допускается использование секундомеров с ценой деления 0,2 с. Точность таймера регулярно проверяют.

Примечание — Допускается использование электрических устройств для измерения времени, если частота тока контролируется с точностью не ниже 0,05 %. Переменный ток (в некоторых коммунальных сетях) контролируется скорее периодически, чем постоянно, что может быть причиной значительной ошибки при измерении вязкости.

Для проверки таймеров пригоден стандартный частотный сигнал радиовещательной или телефонной сети.

Такие сигналы подходят для измерения времени, если они имеют точность 0,1 с.

6.6 Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру от 100 °С до 200 °С.

6.7 Сито с размером отверстий 75 мкм.

6.8 Воронки или тигли фильтрующие по ГОСТ 25336.

7 Проверка и контроль

7.1 Контролируют калибровку вискозиметров в условиях лаборатории по указанной в настоящем стандарте методике, используя аттестованные стандартные образцы вязкости (5.5). Если измеренное значение кинематической вязкости стандартного образца отличается от аттестованного значения более чем на ±0,35 %, необходимо повторно проверить каждый этап испытания, включая проверку термометра и вискозиметра, для определения причины ошибки. В стандарте [1] (таблица 1) приведены подробные сведения по имеющимся эталонам.

Примечание — Самыми распространенными причинами ошибок являются частицы пыли в отверстии капилляра и погрешность в измерении температуры. Правильный результат, полученный на стандартном образце, не исключает возможных источников ошибок. Постоянные вискозиметра проверяют на предприятии-изготовителе с периодичностью, установленной в национальных нормативных документах.

7.2 Фактическое значение постоянной вискозиметра C зависит от ускорения силы тяжести в месте проверки и должно корректироваться в испытательной лаборатории по указанной в паспорте постоянной вискозиметра. Следовательно, если значения ускорения силы тяжести g отличаются более чем на 0,1 %, постоянную вискозиметра рассчитывают по формуле

$$C_2 = (g_2/g_1)C_1. \quad (2)$$

Индексы 1 и 2 соответственно обозначают калибровочную лабораторию и испытательную лабораторию.

8 Отбор проб

8.1 Пробу отбирают по ГОСТ 2517 или по ГОСТ 31873, учитывая, что объем контейнера для пробы должен быть достаточным для смешивания и получения гомогенной пробы для испытаний.

8.2 Если в образце содержатся твердые частицы, то при загрузке его фильтруют через сито с размером отверстий 75 мкм, стеклянный или бумажный фильтр. Перед фильтрованием парафинистые пробы нагревают для растворения кристаллов парафина. Необходимо использовать предварительно нагретый фильтр. Для удаления металлических частиц используют магнит.

8.3 При наличии в образце нефтепродукта воды его сушат безводным сульфатом натрия или прокаленной крупнокристаллической поваренной солью, или прокаленным хлористым кальцием и фильтруют через бумажный фильтр. Вязкие продукты перед фильтрованием нагревают от 50 °С до 100 °С.

8.4 Для продуктов, поведение которых аналогично гелю, измерения должны проводиться при достаточно высоких температурах для обеспечения свободного истечения и получения идентичных результатов при использовании вискозиметров с капиллярами разного диаметра.

9 Общие требования к проведению испытаний

9.1 Регулируют и поддерживают необходимую температуру испытания в бане для вискозиметров, указанную в 6.3, с учетом условий, описанных в приложении Г, и поправок, приведенных в сертификатах калибровки термометров.

Инструкции по применению различных типов вискозиметров приведены в приложении Б. Термометры должны крепиться вертикально при том же погружении, что и при калибровке.

Примечание — Чтобы при измерении температур получить наиболее достоверные данные, рекомендуется использовать два поверенных термометра (6.4). Показания снимают с помощью объективов, обеспечивающих примерно пятикратное увеличение, установленных так, чтобы исключить погрешность углового смещения между видимым и реальным направлениями изображения.

9.2 Используют чистые сухие калиброванные вискозиметры с пределами измерения, соответствующими предполагаемой вязкости (для вязкой жидкости — с большим капилляром, для маловязкой — с маленьким капилляром). Время истечения жидкости должно быть не менее 200 с или указанного в стандарте [1].

Примечание — В отдельные операции при определении вязкости вносятся изменения в зависимости от типа вискозиметра.

9.2.1 Если температура испытания ниже точки росы, то во избежание конденсации воды необходимо к открытым концам вискозиметра присоединить осушающие трубки с наполнителем. Осушающие трубки должны соответствовать конструкции вискозиметра и не ограничивать течение образца под давлением, создаваемым в вискозиметре.

Перед помещением вискозиметра в баню заполняют образцом рабочий капилляр и расширительную часть вискозиметра, сливают его еще раз в целях дополнительного предотвращения конденсации влаги или замерзания ее на стенках.

9.2.2 Вискозиметры, применяемые для анализа силиконовых, фторуглеродных и аналогичных жидкостей, сложно удаляемых моющими средствами, используют для определения вязкости только таких жидкостей, но ни в коем случае не применяют их при калибровке.

Для таких вискозиметров необходимо часто проверять данные, полученные при калибровке, причем растворитель после промывки таких вискозиметров не следует использовать для очистки других вискозиметров.

10 Определение кинематической вязкости прозрачных жидкостей

10.1 Отбор проб и предварительная обработка образца — в соответствии с разделом 8.

10.2 Вискозиметр заполняют испытуемым нефтепродуктом в соответствии с конструкцией аппарата (приложение Б) аналогично тому, как это осуществлялось при калибровке вискозиметра, и помещают в баню.

Примечание — Для прозрачных жидкостей используют вискозиметры типов А и Б, приведенные в таблице Б.1, приложение Б.

10.2.1 Заполненный вискозиметр выдерживают в бане до тех пор, пока он не прогреется до температуры испытания. Если одна баня используется для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать вискозиметры из бани, 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 определяется экспериментально.

Примечание — Обычно достаточно 30 мин, кроме определений очень высоких значений кинематических вязкостей.

10.2.2 После того, как образец достигнет температурного равновесия, доводят объем образца до требуемого уровня, если этого требует конструкция вискозиметра.

10.3 Используя подсос (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 (6.5) время, необходимое для перемещения мениска от первой до второй метки. Если время истечения меньше установленного минимального (9.2), подбирают вискозиметр с капилляром меньшего диаметра и повторяют определение.

10.3.1 Повторяют определение, описанное в 10.3, для получения второго значения времени истечения и записывают результат.

10.3.2 Если два результата измерения времени истечения согласуются с установленным значением определяемости (15.1), то рассчитывают среднеарифметическое значение двух измерений времени истечения как единичный результат. Если же два результата измерения не согласуются, то после фильтрации образца и тщательной очистки и сушки вискозиметра повторяют определения, пока значения времени истечения не будут соответствовать установленным значениям определяемости.

По двум единичным значениям времени истечения вычисляют два значения определяемой кинематической вязкости ν ($мм^2/с$) (13.1).

11 Определение кинематической вязкости непрозрачных жидкостей

11.1 Отбор проб и предварительную обработку образца проводят по разделу 8.

11.2 Очищенные цилиндровые и темные смазочные масла подготавливают в соответствии с 11.2.1—11.2.6 для получения представительного образца. На кинематическую вязкость остаточных

топлив (мазутов) и аналогичных парафинистых продуктов может повлиять предыдущая тепловая обработка, поэтому в 11.2.1 и 11.2.6 описана процедура, которая сводит это влияние до минимума.

Примечание — Для непрозрачных жидкостей используют вискозиметры обратного потока типа В, приведенные в таблице Б1 (приложение Б).

11.2.1 Нагревают образец в контейнере для испытуемой пробы в течение 1 ч при температуре (60 ± 2) °С.

11.2.2 Образец тщательно перемешивают соответствующим стержнем достаточной длины, чтобы он касался дна контейнера. Перемешивают до тех пор, пока не будет осадка или прилипания парафина к стержню.

11.2.3 Плотно закрывают контейнер и энергично встряхивают в течение 1 мин до полного перемешивания.

Примечание — 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.

11.2.4 После достижения текучести образца и завершения процедур по 11.2.3 помещают образец в стеклянную колбу вместимостью 100 $см^3$ в количестве, достаточном для заполнения двух вискозиметров, и неплотно закупоривают.

11.2.5 Погружают колбу на 30 мин в баню с кипящей водой.

Примечание — При наличии воды в образце масла перед определением вязкости его необходимо осушить, как указано в 8.3. При нагревании непрозрачных жидкостей, содержащих значительное количество воды, необходимо проводить нагревание до более высоких температур. При этом может произойти энергичное вскипание образца.

11.2.6 Колбу вынимают из бани, плотно закупоривают и встряхивают 1 мин.

11.3 Выполняют два определения кинематической вязкости испытуемого образца. В случаях, требующих выполнения полной очистки вискозиметра после каждого измерения времени истечения, необходимо использовать два вискозиметра. Вискозиметр, на котором сразу же может быть выполнено повторное определение времени истечения без очистки, также используют для двух измерений времени истечения и расчета кинематической вязкости (единичный результат).

Заполняют два вискозиметра и помещают в баню в соответствии с конструкцией аппарата. Например, в поперечных вискозиметрах или вискозиметрах BS с V-образной трубкой для испытания непрозрачных жидкостей образец фильтруют через фильтр с отверстиями размером 75 мкм в два вискозиметра, предварительно поместив их в баню. Если образец перед испытанием подвергают тепловой обработке (11.2), то используют предварительно подогретый фильтр, чтобы таким образом предотвратить коагуляцию образца во время фильтрации.

Примечание — Перед заполнением вискозиметры необходимо предварительно подогреть в шкафу, так как это дает гарантию, что образец не охладится ниже температуры, требуемой при испытаниях.

11.3.1 Через 10 мин устанавливают объем образца (где этого требует конструкция вискозиметра), совпадающий с отметками заполнения вискозиметра, как указано в спецификации вискозиметра.

11.3.2 Заполненные вискозиметры выдерживают в бане до тех пор, пока они не прогреются до температуры испытания (см. примечание к 10.2.1). Если одну баню используют для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать вискозиметры из бани, пока хотя бы в одном вискозиметре проводят измерение времени истечения.

11.4 На каждом вискозиметре при свободном истечении определяют время с точностью до 0,1 с (6.5), необходимое для перемещения мениска испытуемого образца от первой отметки вискозиметра до второй. Записывают измеренное время истечения. Если образец предварительно нагревался (см. 11.2—11.2.5), определение должно быть закончено в течение одного часа после окончания процедуры, описанной в 11.2.6.

11.5 Если два определения времени истечения согласуются с установленными показателями определяемости (см. 15.1), рассчитывают их среднеарифметическое значение, которое затем используют для вычисления кинематической вязкости. Полученное значение кинематической вязкости записывают.

Если два определения времени истечения не согласуются с установленными показателями определяемости, то после фильтрации образца и тщательной очистки и сушки вискозиметра повторяют определение. Результат регистрируют.

По двум измеренным значениям времени истечения (с учетом определяемости по 15.1) рассчитывают среднеарифметическое значение времени истечения и затем кинематическую вязкость ν ($мм^2/с$) как единичный результат.

Примечание — Для прочих непрозрачных нефтепродуктов (см. таблицу 1), приведенные показатели определяемости не применяют.

12 Промывка вискозиметра

12.1 Между последовательными определениями вискозиметр тщательно промывают несколько раз растворителем (5.2), затем промывают полностью испаряющимся растворителем. Сушат вискозиметр, пропуская слабую струю сухого отфильтрованного воздуха в течение 2 мин или до полного удаления следов растворителя.

12.2 Вискозиметр периодически промывают очищающим растворителем (меры предосторожности — по 5.1) несколько часов, чтобы удалить остаточные следы органических отложений, затем тщательно ополаскивают водой (5.4), осушающим растворителем (5.3) и сушат отфильтрованным сухим воздухом или под вакуумом. Отложения неорганических веществ удаляют соляной кислотой перед промывкой хромовой смесью, особенно если предполагается присутствие солей бария.

12.3 Нельзя применять щелочные очищающие растворы, так как могут возникнуть изменения в калибровке вискозиметра.

12.4 Допускается использовать специальные устройства для мытья вискозиметров.

13 Обработка результатов

13.1 Кинематическую вязкость ν, $мм^2/с$, рассчитывают по формуле

$$\nu = Ct, \tag{3}$$

где C — постоянная вискозиметра, $мм^2/с^2$;

t — среднеарифметическое значение времени истечения, с.

13.2 Динамическую вязкость η, мПа·с, рассчитывают на основе кинематической вязкости по формуле:

$$\eta = \nu\rho 10^{-3}, \tag{4}$$

где ν — кинематическая вязкость, $мм^2/с$;

ρ — плотность при той же температуре, при которой определялась кинематическая вязкость, $кг/м^3$.

Примечание — Плотность образца определяют в соответствии с ГОСТ ISO 3675 и затем корректируют к температуре определения по стандарту [2].

14 Запись результатов

Записывают результаты испытания кинематической и/или динамической вязкости до четвертой значащей цифры с указанием температуры испытания.

15 Прецизионность метода

15.1 Определяемость *d*

Этот метрологический термин характеризует повторяемость результатов измерения времени истечения испытуемого продукта в одном и том же вискозиметре.

Расхождение между последовательными определениями времени истечения, полученными одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории на одной и той же аппаратуре на серии операций, приводящих к единичному результату при нормальном и правильном выполнении метода испытания в течение длительного времени, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

15.2 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение результатов двух последовательных определений кинематической вязкости, полученных одним и тем же оператором, работающим на одном и том же приборе при постоянных условиях,

на одном и том же продукте при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

15.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя независимыми результатами испытаний кинематической вязкости, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

15.4 При использовании термометров ТЛ-4 № 1—4 и метеорологических низкоградусных термометров по ГОСТ 112 допускаемые расхождения между определениями по времени истечения испытуемого продукта не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 1 — Показатели прецизионности

Испытуемый продукт	Определяемость *d*	Повторяемость *r*	Воспроизводимость *R*
Базовые масла при 40 °С и 100 °С[1)]	0,0020*y* (0,20 %)	0,0011*x* (0,11 %)	0,0065*x* (0,65 %)
Компаундированные масла при 40 °С и 100 °С[2)]	0,0013*y* (0,13%)	0,0026*x* (0,26 %)	0,0076*x* (0,76 %)
Компаундированные масла при 150 °С[3)]	0,015*y* (1,5 %)	0,0056*x* (0,56 %)	0,018*x* (1,8 %)
Нефтяные парафины при 100 °С[4)]	0,0080*y* (0,80 %)	0,0141*x*	0,0366*x*
Остаточные жидкие топлива (мазуты) при 80 °С и 100 °С[5)]	0,011(*y* + 8)	0,013(*x* + 8)	0,04(*x* + 8)
Остаточные нефтяные топлива (мазуты топочные) при 50 °С[5)]	0,017*y* (1,7 %)	0,015*x* (1,5 %)	0,074*x* (7,4 %)
Присадки к смазочным материалам при 100 °С[6)]	0,00106 $y^{1,1}$	0,00192$x^{1,1}$	0,00862$x^{1,1}$
Газойли при 40 °С[7)]	0,0013 (*y* + 1)	0,0043(*x* + 1)	0,0082(*x* + 1)
Керосины при минус 20 °С[8)]	0,0018*y*	0,007*x*	0,019*x*
Прочие нефтепродукты	—	0,35 % среднего значения	0,72 % среднего значения

Обозначения:

x — среднее значение сравниваемых результатов, мм^2/с;

y — среднее значение сравниваемых определений результатов, с.

[1)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов испытаний шести минеральных масел в диапазоне от 8 до 1005 мм^2/с при 40 °С и от 2 до 43 мм^2/с при 100 °С и опубликованы в 1989 г.

[2)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов испытаний семи компаундированных моторных масел в диапазоне от 36 до 340 мм^2/с при 40 °С и от 6 до 25 мм^2/с при 100 °С и опубликованы в 1991 г.

[3)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов испытания восьми компаундированных моторных масел в диапазоне от 7 до 19 мм^2/с при 150 °С и опубликованы в 1991 г.

[4)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов при использовании пяти нефтяных парафинов в диапазоне 3—16 мм^2/с при 100 °С и опубликованы в 1988 г.

[5)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов при использовании 14 остаточных жидких топлив (мазутов) в диапазоне 30—1300 мм^2/с при 50 °С и 5—170 мм^2/с при 80 °С и 100 °С и опубликованы в 1984 г.

[6)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов по восьми присадкам в диапазоне 145—500 мм^2/с при 100 °С и опубликованы в 1997 г.

[7)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов по восьми газойлям в диапазоне 1—13 мм^2/с при 40 °С и опубликованы в 1997 г.

[8)] Точностные показатели получены статистическим исследованием межлабораторных результатов по девяти керосинам (реактивным топливам) в диапазоне 4,3—5,6 мм^2/с при минус 20 °С и опубликованы в 1997 г.

Примечание — Точность для отработанных масел не определена, но предполагается, что она меньше, чем для компаундированных масел.

Т а б л и ц а 2 — Расхождения между определениями по времени истечения испытуемого продукта

Вязкость, мм^2/с	Температура испытания, °С	Допускаемое расхождение между временем истечения двух определений, % от среднеарифметического значения
От 0,6 до 1000 включ.	От – 60 до – 30 включ.	1,5
	Св. – 30 » + 15 »	1,0
	» +15 » + 150 »	0,5
Св. 1000 » 30000 »	От – 60 до – 30 включ.	2,0
	Св. – 30 » + 15 »	1,5
	» +15 » + 150 »	0,8

15.5 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов кинематической вязкости двух определений, если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 — Расхождение между двумя результатами кинематической вязкости

Температура измерения вязкости, °С	Допускаемое расхождение, % среднеарифметического значения, для вискозиметров типа		
	ВПЖ-1	ВПЖ-2, ВПЖ-4 (Пинкевича)	ВНЖ
От – 60 до – 30 включ.	± 2,0	±2,5	±3,0
Св. – 30 » + 15 »	±1,2	±1,5	±2,0
» +15 » + 150 »	±1,0	±1,2	±1,5

16 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

а) тип и идентификацию испытуемого продукта;

б) обозначение настоящего стандарта;

в) результат испытания (раздел 14);

г) любое отклонение по соглашению или другим документам от установленной методики;

д) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Метод определения динамической вязкости и плотности жидкостей на вискозиметре Штабингера (и расчет кинематической вязкости)

А.1 Область применения

А.1.1 Настоящий метод испытания устанавливает процедуру одновременного измерения динамической вязкости η и плотности ρ прозрачных и непрозрачных жидких нефти и нефтепродуктов. Кинематическая вязкость ν может быть получена путем деления динамической вязкости η на плотность ρ, измеряемую при той же температуре испытания.

А.1.2 Результаты, полученные по настоящему методу испытания, зависят от характера образца и могут применяться только к жидкостям, для которых напряжение сдвига и скорость сдвига пропорциональны (ньютоновские жидкости).

Примечание — Метод определения вязкости на вискозиметре Штабингера на территории Российской Федерации не распространяется на топлива для реактивных двигателей.

А.1.3 Показатели прецизионности были определены только для диапазонов вязкости, плотности и температур, которые указаны в разделе А.13. Показатели прецизионности и отклонения не применяют для материалов, которые не указаны в разделе А.13.

А.1.4 Значения, установленные в единицах СИ, должны быть приняты в качестве стандартных. В настоящем методе испытания не используют другие единицы измерения.

А.2 Термины и определения

В настоящем приложении применены следующие термины с соответствующими определениями:

А.2.1 Определения

А.2.1.1 **плотность ρ** (density): Масса на единицу объема.

А.2.1.2 **динамическая вязкость η** (dynamic viscosity): Отношение между приложенным напряжением сдвига и скоростью сдвига жидкости.

А.2.1.3 Пояснение: Ее иногда называют коэффициентом динамической вязкости или просто вязкостью. Таким образом, динамическая вязкость является мерой сопротивления потоку или деформации жидкости под действием внешних сил сдвига.

А.2.1.4 Пояснение: Термин динамическая вязкость также может быть использован в другом контексте, чтобы обозначить частотно зависимое количество, в котором напряжение сдвига и скорость сдвига имеют синусоидальную временную зависимость.

А.2.2 **кинематическая вязкость ν** (kinematic viscosity): Отношение динамической вязкости η к плотности ρ жидкости.

А.2.2.1 Пояснение: При течении под действием силы тяжести давление жидкости пропорционально его плотности *r*. Поэтому кинематическая вязкость n является мерой сопротивления потоку жидкости под действием силы тяжести.

А.2.3 **относительная плотность** [также называемая удельный вес (УВ)] *(*relative density): Отношение плотности образца при заданной температуре к плотности эталонного образца (как правило, воды) при указанной температуре.

А.3 Сущность метода

Испытуемый образец вводят в измерительные ячейки, которые поддерживаются при точно контролируемой и известной температуре. Измерительные ячейки состоят из пары вращающихся концентрических цилиндров и осциллирующей U-образной трубки. Динамическую вязкость определяют, исходя из равновесной скорости вращения внутреннего цилиндра под действием напряжения сдвига испытуемого образца и индукционного тормоза с использованием корректирующих данных. Плотность определяют по резонансной частоте колебаний U-образной трубки с использованием корректирующих данных. Кинематическую вязкость рассчитывают делением значения динамической вязкости на значение плотности.

А.4 Значение и использование

А.4.1 Многие нефтепродукты, а также некоторые не нефтяные материалы, используют в качестве смазочных материалов, и правильная эксплуатация оборудования зависит от соответствующей вязкости используемой жидкости. Кроме того, вязкость многих нефтяных топлив важна для оценки оптимального срока хранения, обработки и условий эксплуатации. Таким образом, точное определение вязкости имеет важное значение для многих спецификаций на продукты.

А.4.2 Плотность является фундаментальным физическим свойством, которое может быть использовано в сочетании с другими свойствами для характеристики легких и тяжелых фракций нефти и нефтепродуктов.

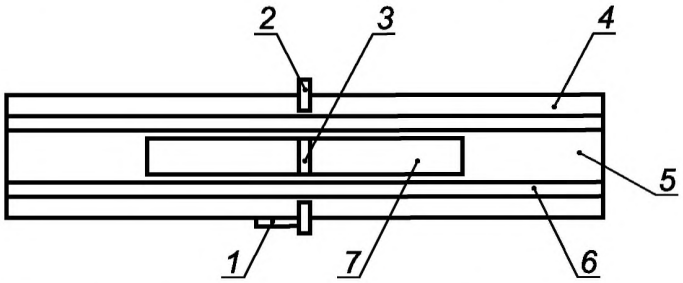
А.4.3 Определение плотности или относительной плотности нефти и ее продуктов необходимо для преобразования измеренных объемов в объемы при стандартной температуре 15 °С.

А.5 Аппаратура

А.5.1 Вискозиметр Штабингера

А.5.1.1 Измерение вязкости

В вискозиметре Штабингера используют измерительную систему на основе вращающегося коаксиального цилиндра. Наружный цилиндр (трубка) приводится во вращение электродвигателем с постоянной и известной частотой вращения. Внутренний цилиндр (ротор) удерживается на оси вращения центробежными силами образца с высокой плотностью, а в продольном положении — магнитом и кольцом из мягкой стали. Поэтому в отличие от ротационных вискозиметров система работает без трения в подшипнике. Постоянный магнит во внутреннем цилиндре индуцирует вихревые токи в медном корпусе. Частота вращения внутреннего цилиндра устанавливается в результате равновесия между моментом вращения сил внутреннего трения и тормозным моментом вихревого тока. Эта частота вращения измеряется электронной системой (датчик на основе эффекта Холла) путем определения частоты вращающегося магнитного поля (рисунок А.1; позиция *2* рисунка А.2).

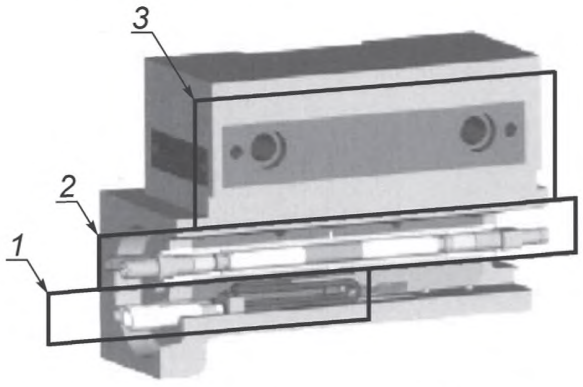


1 — датчик на основе эффекта Холла, *2* — кольцо из мягкого железа, *3* — магнит, *4* — медный корпус, *5* — образец, *6* — трубка, *7* — ротор

Рисунок А.1 — Вискозиметрическая ячейка

А.5.1.2 Измерение плотности

Цифровой анализатор плотности оборудован U-образной осциллирующей трубкой и системой электронного возбуждения и определения частоты (рисунок А.2, позиция *1*).



1 — цифровой анализатор плотности, *2* — датчик на основе эффекта Холла, *3* — термоэлектрическая система нагрева и охлаждения

Рисунок А.2 — Блок ячеек

А.5.1.3 Контроль температуры

Ячейки для определения вязкости и плотности установлены в медном блоке, который поддерживает одну и ту же температуру ячеек. Термоэлектрическая система нагрева и охлаждения (рисунок А.2, позиция *3*) обеспечивает стабильность температуры медного блока в пределах ± 0,005 °С от заданной температуры вискозиметрической ячейки. Неопределенность (k = 2 при уровне доверительной вероятности 95 %) калибровки температуры должна составлять не более ± 0,03 °С в диапазоне от 15 °С до 100 °С. Вне этого диапазона неопределенность калибровки должна составлять не более ± 0,05 °С.

А.5.1.4 Время достижения температурного равновесия зависит от теплоемкости и теплопроводности жидкости и от разности между температурой впрыска и температурой испытания. Достижение температурного равновесия определяется автоматически и характеризуется условиями, при которых последовательные значения вязкости находятся в пределах более, чем на ± 0,07 % в течение 60 с, а последовательные значения плотности являются постоянными в пределах ± 0,00003 г/см^3 в течение 60 с.

Примечание — Вискозиметр Штабингера, выпускаемый компанией Anton Paar GmbH, соответствует установленным требованиям в режиме работы с максимальной точностью.

А.5.2 Шприцы промышленного изготовления вместимостью не менее 5 см^3 с наконечником Люэра. Все конструкционные материалы для шприцев должны быть полностью совместимы со всеми образцами жидкостей и очищающими средствами, которые контактируют с ними.

А.5.3 Проточный или напорный адаптер для использования в качестве альтернативного средства ввода испытуемого образца в измерительные ячейки под действием давления или разряжения при постоянном контроле для предотвращения образования воздушных пузырьков в испытуемом образце. Все конструкционные материалы для адаптеров должны быть полностью совместимы со всеми образцами жидкостей и очищающими средствами, которые контактируют с ними.

А.5.4 Автосэмплер для использования в анализах с автоматическим вводом образца. Автосэмплер должен обеспечивать целостность испытуемого образца перед анализом и в процессе анализа, а также ввод представительной порции испытуемого образца в измерительные ячейки. Автосэмплер должен обеспечивать подачу испытуемого образца из виалки в измерительные ячейки аппарата без нарушения целостности испытуемого образца. Автосэмплер должен имитировать процедуры испытания образца, установленные в А.9.1 и А.9.2. Автосэмплер может иметь систему нагрева в качестве средства для снижения вязкости образца при заполнении измерительных ячеек.

А.5.5 Сетчатый фильтр с размером пор 75 мкм для удаления твердых частиц из образца.

А.5.6 Магнит достаточно сильный для удаления металлических частиц из образца. Можно использовать магнитные мешалки.

А.5.7 Ультразвуковая ванна

Ванны, неотапливаемые (по желанию), с рабочей частотой от 25 до 60 кГц и обычной выходной мощностью < 100 Вт, подходящих размеров для удержания контейнера(ов), расположенного(ых) внутри ванны, для использования и эффективного рассеивания и удаления воздушных или газовых пузырьков, которые могут быть захвачены в вязких пробах до проведения анализа. Допустимо использовать ультразвуковые ванны с рабочими частотами и мощностью, выходящими за пределы этого диапазона частот, однако на лаборатории лежит ответственность по проведению исследования сравнительных данных, чтобы подтвердить, что использование таких ультразвуковых ванн не существенно воздействует на результаты испытаний.

А.6 Реактивы и материалы

А.6.1 Растворитель для образца, полностью смешиваемый с образцом.

А.6.1.1 Для большинства образцов можно использовать уайт-спирит или нафту. Если растворитель испаряется без остатка в течение соответствующего периода времени, то не требуется использовать отдельный осушающий растворитель.

А.6.1.2 Для остаточных топлив может потребоваться предварительная промывка ароматическим растворителем, например толуолом или ксилолом, для удаления асфальтенов.

А.6.2 Осушающий растворитель

Летучий растворитель, смешиваемый с растворителем для образца.

А.6.2.1 Можно использовать высококонцентрированный этанол (96 %-ный или выше).

А.6.3 Сухой воздух или азот для продувки измерительных ячеек.

А.6.3.1 Если температура измерительной ячейки ниже температуры точки росы окружающего воздуха, то необходимо использовать соответствующий осушитель.

А.7 Отбор проб, испытуемые образцы и испытательное оборудование

А.7.1 Отбор проб

Шаги, необходимые для получения образцов содержимого любого трубопровода, резервуара или другой системы, и помещения образца в лабораторный тест-контейнер. Объем контейнера для пробы должен обладать достаточной вместимостью для смешивания образца и получения гомогенного образца для анализа.

А.7.1.1 Для некоторых типов образцов, таких как вязкие смазочные масла, которые склонны к вовлечению пузырьков воздуха или газа, присутствующих в пробе, в рассеивании пузырьков может быть эффективным использование ультразвуковой ванны без включенного нагревателя (если таковой имеется) обычно в течение 1 мин.

А.7.2 Образцы, которые содержат частицы (например, отработанные масла или сырая нефть), проходят через сито 75 мкм, чтобы удалить эти частицы. Для удаления железных опилок является целесообразным использование магнита. Образцы смазок необходимо нагреть до растворения кристаллов парафина перед фильтрацией, и должен быть использован предварительно нагретый фильтр.

А.7.3 Испытуемый образец — часть или объем образца, полученного из лабораторного образца, помещенный в измерительную ячейку. Испытуемый образец получают следующим образом:

А.7.3.1 При необходимости перемешивают пробу для гомогенизации. Перемешивание при комнатной температуре в открытом контейнере может привести к потери летучих веществ. Рекомендуется выполнять перемешивание в закрытом герметичном контейнере или при температурах ниже температуры окружающей среды.

А.7.3.2 Соответствующим шприцем отбирают испытуемый образец из перемешанной надлежащим образом лабораторной пробы. Альтернативно, если используют соединительные трубки или приспособления, то испытуемый образец можно ввести непосредственно в измерительные ячейки из контейнера с использованием проточного или напорного адаптера или автосэмплера. Для парафинистых или других проб с высокой температурой застывания перед отбором испытуемого образца нагревают лабораторную пробу до требуемой температуры испытания, которая должна быть достаточно высокой для растворения кристаллов парафина.

А.8 Калибровка и проверка

А.8.1 Используют только калиброванный аппарат. Калибровку необходимо периодически проверять с использованием аттестованных стандартных образцов. Рекомендуемый интервал для проверки правильности определения вязкости и плотности составляет один месяц, для проверки правильности определения температуры — один год. Для выполнения процедуры проверки калибровки следуют инструкциям производителя аппарата.

А.8.2 Аттестованные стандартные образцы вязкости и плотности

Эти образцы предназначены для процедуры проверки калибровки прибора в лаборатории. Стандартные образцы вязкости и плотности должны быть аттестованы лабораторией, которая соответствует требованиям стандарта [3] или аналогичного национального стандарта на основе результатов независимой оценки. Стандартные образцы вязкости должны проверяться на контрольном вискозиметре в соответствии с процедурами, установленными в методе испытания по стандарту [4].

Стандартные образцы плотности должны иметь неопределенность аттестованных значений плотности 0,0001 г/см^3. Неопределенность стандартных образцов должна устанавливаться для каждого аттестованного значения (k = 2 с 95 %-ным уровнем доверительной вероятности) по стандарту [5] или техническому документу [6]).

А.8.3 Термометр

Для проверки правильности определения температуры необходимо использовать термометр диаметром 6,25 мм и максимальной длиной 80 мм с цифровым датчиком. Для небольших датчиков можно использовать адаптер. Неопределенность (k = 2 с 95 %-ной доверительной вероятностью) этого термометра должна быть не более ± 0,01 °С, которую рассчитывают на основе результатов независимой оценки аттестованной лабораторией, которая соответствует требованиям стандарта [3] или аналогичного национального стандарта. Соответствующий термометр поставляется производителем аппарата.

А.8.4 Допустимые пределы

Если значения, полученные при проверке калибровки, не соответствуют диапазону допустимых значений, рассчитанных в соответствии с А.15, то для определения источника погрешности, выполняют повторную проверку каждого этапа проведения испытания, включая специальную процедуру очистки по А.11.2.

Примечание — Значения, превышающие допустимые пределы, обычно возникают из-за неудаляемых при обычной процедуре промывки отложений в измерительных ячейках.

А.9 Корректировка

А.9.1 Корректировка должна выполняться, если результаты повторных проверок калибровки не соответствуют диапазону допустимых пределов и источник погрешности не может быть определен. Для выполнения процедуры корректировки следуют инструкциям производителя аппарата.

А.9.2 Для корректировки используют только аттестованные стандартные образцы вязкости и плотности, которые соответствуют требованиям, установленным в А.8.2. Стандартные образцы должны соответствовать пределам диапазона вязкости, плотности и температуры, установленным производителем аппарата.

А.9.3 После процедуры корректировки необходимо выполнить проверку калибровки.

А.10 Проведение испытания

А.10.1 Стандартная процедура (с промывкой и осушкой)

А.10.1.1 Устанавливают температуру испытания и контролируют ее поддержание.

А.10.1.2 Устанавливают пределы определяемости и критерии стабильности температуры в соответствии со значениями, указанными в таблице А.1 для определенного продукта.

А.10.1.3 Убеждаются, что измерительные ячейки очищены и осушены.

А.10.1.4 Помещают не менее 3 см^3 испытуемого образца в шприц. Если в наличии имеется достаточное количество образца, то рекомендуют заполнять весь шприц. Вводят не менее 2 см^3 испытуемого образца в измерительные ячейки. Оставляют шприц во впускном отверстии и начинают измерение. Выдерживают требуемое время, пока прибор не будет указывать, что определение действительное, и регистрируют значения.

А.10.1.5 Вводят дополнительно 1 см^3 образца, не вынимая шприц, и повторяют измерение.

Таблица А.1 — Пределы определяемости и критерии стабильности температуры

Наименование показателя для базовых масел, компаундированных масел, дизельного топлива, биодизельного топлива, смесей биодизельного топлива, топлива для реактивных двигателей при – 20 °С	– 20 °С	+15 °С	+40 °С	+100 °С
Предел определяемости вязкости $\eta^{A)}$	0,001 X (0,1 %)	Нет данных	0,001 X (0,1 %)	0,001 X (0,1 %)
Предел определяемости плотности $\rho^{A)}$	0,0002 г/см^3	Нет данных	0,0002 г/см^3	0,0002 г/см^3
Установление температурного равновесия для определения вязкости	1 мин в пределах ± 0,07 %	Нет данных	1 мин в пределах ± 0,07 %	1 мин в пределах ± 0,07 %
Установление температурного равновесия для определения плотности	1 мин в пределах ± 0,00003 г/см^3	Нет данных	1 мин в пределах ± 0,00003 г/см^3	1 мин в пределах ± 0,00003 г/см^3

$^{A)}$ Для вискозиметра Штабингера, выпускаемого некоторыми фирмами, в аппаратном обеспечении и документации аппарата вместо термина «Определяемость» используют термины «Отклонение повторного определения вязкости, RDV» и «Отклонение повторного определения плотности, RDD».

Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.

А.10.1.6 Если отклонение между двумя последовательными определениями превышает пределы определяемости, установленные в таблице А.1 для данного продукта, то повторяют процедуру по А.10.1.5, пока отклонение не будет находиться в заданных пределах. Отбраковывают все ранее определенные значения и регистрируют значения последнего определения в качестве результата.

А.10.1.6.1 Для продуктов, не указанных в разделе «Прецизионность», пользователь настоящего метода испытания должен установить приемлемые пределы определяемости с помощью серии испытаний.

А.10.1.6.2 Если шприц полностью опорожняется перед получением действительного определения, то промывают и осушают измерительные ячейки, как установлено в А.11.1, и повторяют процедуры по А.10.1.4. Если невозможно получить действительный результат в пределах приемлемого числа повторных определений, то регистрируют среднее значение и стандартное отклонение (k = 2 с 95 %-ной доверительной вероятностью) вместе с пометкой, указывающей, что определяемость превышает пределы, установленные в А.14.2.1 для этого продукта.

А.10.1.7 Сразу же удаляют испытуемый образец, промывают и осушают измерительные ячейки.

А.10.2 Альтернативный способ (вытеснение образца)

Используют для серии образцов, которые являются взаиморастворимыми (например, различные дизельные топлива). Пользователь настоящего стандарта должен определить применимость этой процедуры для каждого класса образцов.

А.10.2.1 Устанавливают внутренний контроль температуры на требуемую температуру измерения.

А.10.2.2 Устанавливают пределы определяемости и критерии стабилизации температуры на значения, установленные в таблице А.1 для определенного продукта.

А.10.2.3 Убеждаются, что измерительные ячейки чистые и сухие, как установлено в А.11.1.

А.10.2.4 Загружают минимум 5 см^3 испытуемого образца в шприц. Если в наличии имеется достаточное количество образца, то используют шприц объемом 10 см^3 или более и заполняют его. Медленно вводят минимум 3 см^3 испытуемого образца в измерительные ячейки. При медленном вводе новый испытуемый образец будет вытеснять старый образец, а не смешиваться с ним. Оставляют шприц во впускном отверстии и начинают измерение. Выдерживают требуемое время, пока прибор не будет указывать, что определение выполнено правильно, и записывают значения.

А.10.2.5 Медленно вводят дополнительные 2 см^3, не вынимая шприц, и повторяют измерение.

А.10.2.6 Если отклонение между двумя последовательными определениями превышает пределы определяемости, установленные в таблице А.1 для данного продукта, то повторяют выполнение операции, пока отклонение не будет находиться в заданных пределах. Отбраковывают все ранее определенные значения и регистрируют значения последнего определения в качестве результата.

А.10.2.6.1 Для продуктов, не указанных в разделе А.14, пользователь настоящего метода испытания должен установить приемлемые пределы определяемости с помощью серии испытаний.

А.10.2.6.2 Если шприц полностью опорожняют перед определением, то повторяют процедуры по А.10.2.4. Если невозможно получить действительный результат в пределах приемлемого числа повторных определений, то записывают среднее значение и стандартное отклонение (k = 2 с 95 %-ной доверительной вероятностью) вместе с пометкой, указывающей, что определяемость превышает пределы, установленные в А.14.1.1 для этого продукта.

А.10.2.7 Для следующего образца из этой серии повторяют процедуры по А.10.2.4 — А.10.2.6.

А.10.2.8 После испытания последнего образца из серии выполняют процедуру очистки, как установлено в А.11.1.

А.10.3 Процедура для использования с автоматическим пробоотборником

А.10.3.1 Устанавливают определяемость и критерии стабильности температуры в соответствии с таблицей А.1 для соответствующих параметров и температур испытания. Требования к регулированию/стабильности температуры установлены в А.5.1.3.

А.10.3.2 Для продуктов, не указанных в разделе А.14, пользователь настоящего метода испытания должен установить приемлемые пределы определяемости и критерии стабильности температуры с помощью серии испытаний.

А.10.3.3 Устанавливают параметры стандартных процедур очистки и осушки автоматического пробоотборника для обеспечения достаточной эффективности очистки испытуемого продукта.

Примечание — Для получения более подробной информации по соответствующей настройке следуют инструкциям производителя.

А.10.3.4 Настраивают автоматический пробоотборник для выполнения минимум двух последовательных определений на одном образце.

А.10.3.5 Переносят порцию образца в соответствующую пробирку для образца. Закрывают пробирку колпачком или специальным покрытием.

А.10.3.5.1 Устанавливают пробирку с образцом на поддон для пробирок или держатель и анализируют испытуемые образцы.

А.10.3.5.2 Оценивают данные. Повторно анализируют образцы, которые превышают критерии определяемости, установленные для данного типа анализируемого образца.

А.11 Очистка измерительных ячеек

А.11.1 Растворителем для образца объемом не менее 3 $см^3$ заполняют измерительные ячейки. Проверяют отображаемое значение плотности и убеждаются, что ячейка для измерения плотности полностью заполнена. Запускают электродвигатель не менее чем на 10 с. Для труднорастворимых образцов увеличивают это время и повторяют процедуру. Затем промывают измерительные ячейки осушающим растворителем и продувают потоком сухого воздуха или азота до тех пор, пока не будут удалены остатки растворителя. Убеждаются, что измерительные ячейки чистые и сухие путем проверки значения плотности воздуха, которое должно составлять менее 0,0020 $г/см^3$. Если полученное значение превышает этот предел, то повторяют процедуру или ее часть.

А.11.2 Процедура специальной очистки

При необходимости очищают ячейку для измерения вязкости, протирая и очищая измерительные роторы вручную с использованием соответствующего растворителя для образца. При необходимости очищают осциллятор плотности с использованием соответствующих очищающих средств. Эту процедуру выполняют, если результаты повторной проверки калибровки не соответствуют допустимым пределам. Следуют инструкциям изготовителя аппарата.

А.12 Расчет результатов

А.12.1 Зарегистрированные значения являются окончательными результатами, выражаемыми как динамическая вязкость (мПа·с) или как кинематическая вязкость ($мм^2/с$) и плотность ($г/см^3$ или $кг/м^3$).

А.12.2 Индекс вязкости

Если результаты получены для одного и того же образца при 40 °С и 100 °С, то индекс вязкости (VI) можно рассчитать в соответствии с руководством по стандарту [7], исходя из результатов определения кинематической вязкости при вышеуказанных температурах.

А.12.3 Экстраполяция результатов измерения плотности

Если результаты получены для одного и того же образца при 40 °С и 100 °С, то значения плотности при других температурах можно рассчитать путем линейной экстраполяции, исходя из результатов определения плотности при вышеуказанных температурах. Предел экстраполяции задается температурой, при которой изменяется состояние образца (например, температура помутнения или газообразования). Пользователь настоящего метода испытания должен определить применимость этого расчета для каждого класса образцов.

А.13 Запись результатов

А.13.1 Регистрируют следующие данные:

А.13.1.1 Тип и идентификацию испытуемого продукта.

А.13.1.2 Ссылку на настоящий метод испытания.

А.13.1.3 Любое отклонение от установленной процедуры по согласованию или иным образом.

А.13.1.4 Результаты определения динамической или кинематической вязкости с точностью до четырех значащих цифр, плотности — с точностью до трех значащих цифр ($г/см^3$) или как целое число ($кг/м^3$) (пример: 0,877 $г/см^3$ или 877 $кг/м^3$), а также температуру испытания с точностью до второго десятичного знака.

А.13.1.5 Дату и время проведения испытания.

А.13.1.6 Наименование и адрес испытательной лаборатории.

А.14 Прецизионность и отклонение

А.14.1 Сравнение результатов

А.14.1.1 Определяемость *d*

Количественная мера изменений, связанная с одним и тем же оператором в одной лаборатории, получающим последовательно определенные значения с использованием одной и той же аппаратуры для серии испытаний, приводящих к единичному результату. Эта мера изменений определяется разностью между двумя значениями, которая при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания в течение длительного времени может превышать указанное значение только в одном случае из двадцати (см. таблицу А.1).

А.14.2 Сравнение результатов по показателям прецизионности

А.14.2.1 Повторяемость *r*

Расхождение между последовательными результатами, полученными одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории на одном и том же аппарате при постоянных рабочих условиях на идентичном материале испытания в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать указанные значения только в одном случае из двадцати (см. таблицу А.2).

Таблица А.2 — Повторяемость (сходимость) (с 95 %-ной доверительной вероятностью)

Наименование определяемого показателя	– 20 °С	+ 15 °С	+ 40 °С	+ 100 °С
Динамическая вязкость базовых масел, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$0{,}00101X$ (0,10 %)	$0{,}0003516(X + 5)$
Кинематическая вязкость базовых масел, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0{,}00094X$ (0,09 %)	$0{,}0003473(X + 5)$
Плотность базовых масел, г/см^3	Нет данных	0,00046	0,00030	0,00033
Динамическая вязкость компаундированных масел, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$6{,}279\cdot10^{-3}X$ (0,63 %)	$1{,}2092X^{0{,}5}$
Кинематическая вязкость компаундированных масел, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0{,}6\cdot10^{-2}(X+10{,}6)$	$0{,}2068\cdot10^{-2}(X + 7{,}77)$
Плотность компаундированных масел, г/см^3	Нет данных	Нет данных	0,00030	0,00020
Динамическая вязкость дизельных топлив, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$0{,}006705X$ (0,67 %)	Нет данных
Кинематическая вязкость дизельных топлив, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0{,}782\cdot10^{-2}X^{0{,}778}$	Нет данных
Плотность дизельных топлив, г/см^3	Нет данных	Нет данных	$0{,}14\cdot10^{-2}(1{,}03 - X)$	Нет данных
Динамическая вязкость топлива для реактивных двигателей, мПа·с	0,06477	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Кинематическая вязкость топлива для реактивных двигателей, мм^2/с	0,08560	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Плотность топлива для реактивных двигателей, г/см^3	0,00100	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Динамическая вязкость биодизеля и смесей биодизеля, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$4{,}000\cdot10^{-3}$	Нет данных
Кинематическая вязкость биодизеля и смесей биодизеля, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$4{,}647\cdot10^{-3}$	Нет данных
Плотность биодизеля и смесей биодизеля, г/см^3	Нет данных	Нет данных	$0{,}2\cdot10^{-3}$	Нет данных
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.				

А.14.2.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами в различных лабораториях на условно идентичном материале испытания в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать указанные значения только в одном случае из двадцати (таблица А.3).

А.14.3 Отклонение

Поскольку отсутствует стандартный образец, подходящий для определения отклонения для процедуры настоящего метода испытания, отклонение не может быть определено.

Таблица А.3 — Воспроизводимость (с 95%-ной доверительной вероятностью)

Наименование определяемого показателя	– 20 °С	+ 15 °С	+ 40 °С	+ 100 °С
Динамическая вязкость базовых масел, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$0,00540X$ (0,54 %)	$0,002563(X + 5)$
Кинематическая вязкость базового масла, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0,00584X$ (0,58 %)	$0,002889(X + 5)$
Плотность базовых масел, г/см^3	Нет данных	0,00177	0,00147	0,00131
Динамическая вязкость компаундированных масел, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$0,5076 \cdot 10^{-2}X^{1,2}$	$0,8223 \cdot 10^{-2}X^{1,0288}$
Кинематическая вязкость компаундированных масел, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0,1087 \cdot 10^{-1}(X + 10,6)$	$0,6346 \cdot 10^{-2}(X + 7,77)$
Плотность компаундированных масел, г/см^3	Нет данных	Нет данных	0,00130	0,00120
Динамическая вязкость дизельных топлив, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$0,29822 \cdot 10^{-1}$ (2,98 %)	Нет данных
Кинематическая вязкость дизельных топлив, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$0,3374 \cdot 10^{-1}X^{0,778}$	Нет данных
Плотность дизельных топлив, г/см^3	Нет данных	Нет данных	$0,7 \cdot 10^{-2}(1,03 - X)$	Нет данных
Динамическая вязкость топлива для реактивных двигателей, мПа·с	0,1085	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Кинематическая вязкость топлива для реактивных двигателей, мм^2/с	0,14850	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Плотность топлива для реактивных двигателей, г/см^3	0,00270	Нет данных	Нет данных	Нет данных
Динамическая вязкость биодизеля и смесей биодизеля, мПа·с	Нет данных	Нет данных	$9,595 \cdot 10^{-3}X$ (0,96 %)	Нет данных
Кинематическая вязкость биодизеля и смесей биодизеля, мм^2/с	Нет данных	Нет данных	$9,603 \cdot 10^{-3}X$ (0,96 %)	Нет данных
Плотность биодизеля и смесей биодизеля, г/см^3	Нет данных	Нет данных	$0,8 \cdot 10^{-3}$	Нет данных
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.				

А.14.4 Сравнение результатов, полученных разными методами

Для базовых масел не наблюдалось статистически значимого отклонения относительно методов испытания по стандартам [8] и [9].

А.14.4.1 Степень соответствия между результатами, полученными по настоящему методу испытания и методу испытания по стандарту [8].

Результаты, полученные для одних и тех же материалов по настоящему методу испытания и методу испытания по стандарту [8], были оценены в соответствии с процедурами, изложенными в руководстве по стандарту [10]. Ниже приведены выводы, сделанные в результате указанных процедур.

А.14.4.2 Для компаундированных масел в научно-исследовательском отчете RR:D02-1741 рекомендуется следующая поправка на отклонение:

$$Y = 0,996\,X \text{ при } 40\ ^\circ\text{C};$$
$$Y = X - 2,3538 \cdot 10^{-2} \text{ при } 100\ ^\circ\text{C} \qquad (A.1)$$

где Y — оцениваемый результат по методу испытания стандарта [8] с учетом результата (X) по настоящему методу испытания, мм^2/с.

Скорректированные на отклонение результаты определения кинематической вязкости, полученные по настоящему методу испытания, можно рассматривать практически эквивалентными результатам, полученным по методу испытания стандарта [8], для исследуемых типов образцов и соответствующих диапазонов. После корректировки результатов на отклонение в соответствии со стандартом [10] для анализируемых материалов не наблюдалось статистически значимого отклонения из-за влияния природы образца:

Скорректированный на отклонение результат X (предполагаемый результат Y) = $mX + b$, (А.2)

где m = 0,996;

b = 0 при 40 °С

и

Скорректированный на отклонение результат X (предполагаемый результат Y) = $mX + b$, (А.3)

где скорректированный на отклонение результат X — предполагаемый результат Y, который может быть получен по методу испытания стандарта [8] для одного и того же образца;

m = 1;

X — результат, полученный по настоящему методу испытания, мм^2/с;

$b = -2{,}3538 \cdot 10^{-2}$ при 100 °С.

Расхождения между скорректированными на отклонение результатами, полученными по настоящему методу испытания и методу испытания стандарта [8], для одних и тех же типов исследуемых образцов и диапазонов свойств, могут превышать воспроизводимость между методами (R_{XY}), определяемую по стандарту [10], примерно на 5 %. Определено, что R_{XY} при 40 мм^2/с составляет 0,52156 мм^2/с при 40 °С и R_{XY} при 10 мм^2/с составляет 0,08819 мм^2/с при 100 °С.

А.14.4.3 Для дизельных топлив в научно-исследовательском отчете RR:D02-1742 рекомендуется следующая поправка на отклонение:

$$Y = 0{,}9872\,X - 0{,}00015 \text{ при } 40\ ^\circ\text{С}, \quad (А.4)$$

где Y — оцениваемый результат по методу испытания стандарта [8] с учетом результата по настоящему методу испытания, мм^2/с.

Скорректированные на отклонение результаты определения кинематической вязкости, полученные по настоящему методу испытания, можно рассматривать практически эквивалентными результатам, полученным по методу испытания стандарта [8] для исследуемых типов образцов и соответствующих диапазонов. После корректировки результатов на отклонение в соответствии со стандартом [10] для исследуемых материалов не наблюдалось статистически значимого отклонения из-за влияния матрицы образца:

Скорректированный на отклонение результат X (предполагаемый результат Y) = $mX + b$, (А.5)

где скорректированный на отклонение результат X — предполагаемый результат Y, который может быть получен по методу испытания [8] для одного и того же образца;

m = 0,9872;

X результат, полученный по настоящему методу испытания, мм^2/с;

b = – 0,00015.

Расхождения между скорректированными на отклонение результатами, полученными по настоящему методу испытания и методу испытания стандарта [8], для одних и тех же типов исследуемых образцов и диапазонов свойств, могут превышать воспроизводимость между методами (R_{XY}), определяемую по стандарту [10], примерно на 5 %. Установлено, что R_{XY}, мм^2/с, при 2 мм^2/с и температуре 40 °С составляет

$$R_{XY} = \sqrt{5{,}5480 \cdot 10^{-4} \cdot X^{1{,}5558} + 8{,}3839 \cdot 10^{-4} \cdot Y^{2{,}6000}}. \quad (А.6)$$

А.14.4.4 Для топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С по исследовательскому отчету RR:D02-1750 определено следующее относительное отклонение: скорректированные на отклонение результаты определения кинематической вязкости, полученные по настоящему методу испытания, можно рассматривать практически эквивалентными результатам, полученным по методу испытания стандарта [8] для исследуемых типов образцов и соответствующих диапазонов. После корректировки результатов на отклонение в соответствии со стандартом [10] для исследуемых материалов не наблюдалось статистически значимого отклонения из-за влияния матрицы образца.

Скорректированный на отклонение результат X (предполагаемый результат Y) = $mX + b$, (А.7)

где скорректированный на отклонение результат X — предполагаемый результат Y, который может быть получен по методу испытания стандарта [8] для одного и того же образца;

m = 1;

X — результат, полученный по настоящему методу испытания;

b = – 0,013373.

Расхождения между скорректированными на отклонение результатами, полученными по настоящему методу испытания и методу испытания стандарта [8], для одних и тех же типов исследуемых образцов и диапазонов свойств, могут превышать воспроизводимость между методами (R_{XY}), определяемую по стандарту [10], примерно на 5 %. Установлено, что R_{XY} при температуре минус 20 °С составляет 0,162 мм^2/с.

А.14.4.5 Для биодизельного топлива и смеси биодизельных топлив при 40 °С по исследовательскому отчету RR:D02-1776 определено следующее относительное отклонение: согласование результатов определения кинематической вязкости по настоящему методу и методу испытания стандарта [8] (ручной метод) — Результаты испыта-

ний одних и тех же материалов, полученные по настоящему методу и методу стандарта [8] (ручной метод) были оценены в соответствии с процедурами, изложенными в стандарте [10]. Была получена степень соответствия А3 по стандарту [10].

Скорректированные на отклонение результаты определения кинематической вязкости, полученные по настоящему методу испытания, можно рассматривать практически эквивалентными результатам, полученным по методу испытания стандарта [8] (ручной метод) для исследуемых типов образцов и соответствующих диапазонов. После корректировки результатов на отклонение в соответствии со стандартом [8] для исследуемых материалов не наблюдалось статистически значимого отклонения из-за влияния матрицы образца.

$$\text{Скорректированный на отклонение результат } X \text{ (предполагаемый результат } Y) = 0{,}992X + 0{,}022, \qquad \text{(A.8)}$$

где скорректированный на отклонение результат X — предполагаемый результат Y, который может быть получен по методу испытания стандарта [8] (ручной метод) для одного и того же образца;

X — результат, полученный по методу испытания стандарта [8] (ручной метод).

Расхождения между скорректированными на отклонение результатами, полученными по настоящему методу испытания и методу испытания стандарта [8] (ручной метод), для одних и тех же типов исследуемых образцов и диапазонов свойств, могут превышать воспроизводимость между методами (R_{XY}), определяемую по стандарту [10], примерно на 5 %.

$$R \text{ между методами} = (0{,}5R_X^2 + 0{,}5R_Y^2)^{0,5} = (0{,}0000461X^2 + 0{,}000038Y^{2,8})^{0,5}, \qquad \text{(A.9)}$$

где R_X — воспроизводимость по настоящему методу, определенная межлабораторными сравнительными исследованиями № 895, и

R_Y — воспроизводимость по методу стандарта [8] (ручной метод), определенная межлабораторными сравнительными исследованиями № 895.

А.14.5 Межлабораторные сравнительные исследования

Значения прецизионности для базовых масел были получены статистической обработкой результатов межлабораторных сравнительных испытаний, в которых принимали участие 12 лабораторий, выполнявших испытания 10 минеральных масел (базовые масла без пакета присадок) в диапазоне динамической вязкости от 2,05 до 456 мПа·с при 40 °С и от 0,83 до 31,6 мПа·с при 100 °С и в диапазоне плотности от 0,82 до 0,92 г/см^3 при 15 °С. Результаты определения плотности при 15 °С были рассчитаны с помощью линейной экстраполяции результатов, полученных при 40 °С и 100 °С. Число повторных определений, выполняемых с использованием стандартной процедуры, в течение минимально возможного интервала времени, обычно 10 мин, было принято равным двум.

А.14.5.1 Значения прецизионности для базовых масел первоначально были опубликованы в 2003 г.

Примечание — Значения прецизионности базовых масел определены на приборах с ручным вводом образца.

А.14.5.2 Значения прецизионности для компаундированных масел (промышленно выпускаемые компаундированные масла, например моторные масла, гидравлические масла и синтетические трансмиссионные масла) были получены статистической обработкой результатов межлабораторных сравнительных испытаний, как указано ниже:

А.14.5.2.1 Диапазон динамической вязкости составлял от 34 до 411 мПа·с при 40 °С для 10 компаундированных масел в 19 лабораториях и от 5,24 до 39,2 мПа·с при 100 °С для 10 компаундированных масел в 18 лабораториях.

А.14.5.2.2 Диапазон кинематической вязкости составлял от 40,164 до 150,71 мм^2/с при 40 °С для 9 компаундированных масел в 19 лабораториях и от 6,4682 до 48,292 мм^2/с при 100 °С для 10 компаундированных масел в 18 лабораториях.

А.14.5.2.3 Диапазон плотности составлял от 0,82989 до 0,87300 г/см^3 при 40 °С для 10 компаундированных масел в 20 лабораториях и от 0,79192 до 0,83512 г/см^3 при 100 °С для 10 компаундированных масел в 19 лабораториях.

А.14.5.2.4 Значения прецизионности для компаундированных масел впервые были опубликованы в 2012 г.

А.14.5.2.5 В 2014 г. ОАО «ВНИИ НП» провел межлабораторные сравнительные испытания для сравнения результатов определения кинематической вязкости, полученных на автоматическом вискозиметре Штабингера и с использованием стеклянных вискозиметров. Испытания проводились в:

- 6 лабораториях на 6 образцах компаундированных масел в диапазоне кинематической вязкости от 5,556 до 401,200 мм^2/с при температуре 40 °С и на 6 образцах — в диапазоне от 1,798 до 39,740 мм^2/с при температуре 100 °С;
- в 5 лабораториях на 6 образцах компаундированных масел в диапазоне кинематической вязкости от 522,1 до 20067,0 мм^2/с при температуре минус 20 °С и на 5 образцах — в диапазоне от 2396 до 20991 мм^2/с при температуре минус 40 °С.

Примечание — При разработке настоящего стандарта сравнение точностных характеристик методов с использованием вискозиметра Штабингера и стеклянных капиллярных вискозиметров, для других нефтепродуктов не проводилось. Метод по стандарту [1] с использованием капиллярных стеклянных вискозиметров соответствует

по процедуре выполнения и прецизионности методу по стандарту [8], для которого ASTM провел сравнительные испытания по определению прецизионности метода Штабингера для других нефтепродуктов.

Полученные данные позволяют сделать вывод о сопоставимости результатов определения кинематической вязкости масел на автоматическом вискозиметре Штабингера при температурах 40 °С, 100 °С, минус 20 °С и минус 40 °С с результатами, получаемыми в тех же условиях при использовании стеклянных капиллярных вискозиметров, указанных в приложении Б.

На основании данных сравнительного анализа было установлено, что вискозиметр Штабингера обеспечивает получение результатов с прецизионностью, не уступающей прецизионности метода с использованием стеклянных капиллярных вискозиметров, и его можно использовать для определения кинематической вязкости компаундированных масел наряду со стеклянными капиллярными вискозиметрами в диапазоне кинематической вязкости до 400 мм^2/с при температурах 40 °С и 100 °С и в диапазоне от 500 мм^2 /с до 20000 мм^2/с при температурах минус 20 °С и минус 40 °С.

В результате статистической обработки данных для масел, полученных на вискозиметре Штабингера при отрицательных температурах, была установлена прецизионность, приведенная в таблице А.4.

Таблица А.4 —Прецизионность определения кинематической вязкости компаундированных масел при отрицательных температурах на вискозиметре Штабингера

Диапазон кинематической вязкости, мм^2/с	Повторяемость r, мм^2/с, при температуре испытаний		Воспроизводимость R, мм^2/с, при температуре испытаний	
	минус 20 °С	минус 40 °С	минус 20 °С	минус 40 °С
От 500 до 20000 включ.	$0{,}00034X^{1{,}264} + 0{,}122$	—	$0{,}00032X^{1{,}453} + 0{,}688$	—
От 200 до 20000 включ.	—	$0{,}000164X^{1{,}384} - 0{,}933$	—	$0{,}0357X^{1{,}04} - 89$

А.14.5.3 Значения прецизионности для дизельных топлив были получены статистической обработкой результатов межлабораторных сравнительных испытаний, в которых участвовали 18 лабораторий, выполнявших испытания 8 образцов дизельного топлива (дизельные топлива № 1, № 2 и № 4 в соответствии со стандартом [11]) в диапазоне динамической вязкости от 1 до 6 мПа·с при 40 °С (диапазон кинематической вязкости — от 1,6477 до 7,2315 мм^2/с при 40 °С) и 10 образцов дизельного топлива (дизельное топливо № 1, № 2 и № 4 в соответствии со стандартом [11]) в диапазоне плотности от 0,76920 до 0,89174 г/см^3 при 40 °С.

А.14.5.3.1 Значения прецизионности для дизельных топлив впервые были опубликованы в 2012 г.

А.14.5.4 Значения прецизионности для топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С были получены статистической обработкой следующих результатов межлабораторных сравнительных испытаний:

- 13 лабораторий по 12 маркам топлива для реактивных двигателей (Jet-A, Jet-A1, JP8, SPK, смеси SPK и N2B стандартных образцов вязкости) в диапазоне динамической вязкости от 3,1705 до 6,7489 мПа·с при минус 20 °С;
- 13 лабораторий по 12 маркам топлива для реактивных двигателей (Jet-A, Jet-A1, JP8, SPK, смеси SPK и N2B стандартных образцов вязкости) в диапазоне кинематической вязкости от 3,8087 до 7,9824 мм^2/с при минус 20 °С;
- 13 лабораторий по 12 маркам топлива для реактивных двигателей (Jet-A, Jet-A1, JP8, SPK, смеси SPK и N2B стандартных образцов вязкости) в диапазоне плотности от 0,78672 до 0,85998 г/см^3 при минус 20 °С. Оценка воспроизводимости этого кругового исследования предполагает 18 степеней свободы. Так как минимальное требование 30 (в соответствии со стандартом [12]) не выполняется, пользователи предупреждаются о том, что фактическая воспроизводимость может существенно отличаться от этих оценок.

А.14.5.4.1 Значения прецизионности для топлива для реактивных двигателей при минус 20 °С впервые были опубликованы в 2012 г.

Примечание — Оценка воспроизводимости этого кругового исследования предполагает 19 степеней свободы. Так как минимальное требование 30 (в соответствии со стандартом [12]) не выполняется, пользователи предупреждаются о том, что фактическая воспроизводимость может существенно отличаться от этих оценок.

А.14.5.5 Значения прецизионности для биодизеля и смеси биодизельного топлива при 40 °С были получены статистической обработкой следующих результатов межлабораторных сравнительных испытаний:

- 13 лабораторий по 12 маркам биодизеля и смеси биодизельных топлив и одному стандартному синтетическому образцу вязкости (В100, В6, В10 и В20 из различного сырья и отвечающих техническим требованиям стандартов [13] и [14]), представляющим диапазон динамической вязкости от 1,9818 до 4,4196 мПа·с и диапазон кинематической вязкости от 2,404 до 5, 0767 мм^2/с;
- 17 лабораторий по 12 маркам биодизеля и смеси биодизельных топлив и одному стандартному синтетическому образцу вязкости (В100, В6, В10 и В20 из различного сырья и отвечающих техническим требованиям стандартов [13] и [14]), представляющим диапазон плотности от 0,8237 до 0,8704 г/см^3.

А.14.5.5.1 Значения прецизионности для биодизеля и смеси биодизельных топлив при 40 °С впервые были опубликованы в 2014 г.

А.14.5.6 Межлабораторных исследования были проведены в соответствии со стандартами [12] и [10]. Для определения относительного смещения образцы были также испытаны с помощью кинематических вискозиметров в соответствии с методом испытаний стандарта [8] и для базовых масел в цифровых плотномерах в соответствии с методом испытаний стандарта [9] в тех же лабораториях.

А.15 Расчет пределов допустимых расхождений (допустимого диапазона) для определения соответствия с аттестованным стандартным образцом (обязательная информация)

А.15.1 Определяют стандартное отклонение для неопределенности измерения на месте выполнения испытания σ_{site} на основе программы контроля качества в лаборатории.

А.15.1.1 Если стандартное отклонение для неопределенности измерения на месте выполнения испытания σ_{site} неизвестно, то используют значение 0,30 % для вязкости и 0,0005 г/см^3 для плотности.

А.15.2 Рассчитывают расширенную неопределенность (CEU) аттестованного значения (ARV) стандартного образца (CRM), указанного на этикетке поставщика или в прилагаемой документации. Если неопределенность измерения плотности неизвестна, то используют значение 0,0005 г/см^3 для CEU.

А.15.3 Рассчитывают суммарную стандартную неопределенность (SE_{ARV}) аттестованного значения (ARV) стандартного образца (CRM), указанного на этикетке, путем деления CEU на коэффициент охвата *k*, указанный на этикетке поставщика или в прилагаемой документации.

А.15.3.1 Если коэффициент охвата *k* неизвестен, то используют значение 2.

А.15.4 Определяют область допустимых значений:

$$TZ = \pm 1{,}44\sqrt{\sigma_{site}^2 + SE_{ARV}^2}\ . \qquad (А.10)$$

А.15.4.1 Пример расчета допустимого диапазона вязкости:

$$\sigma_{site} = 0{,}30\ \%;$$

$$CEU_{ARV} = 0{,}35\ \%; \qquad (А.11)$$

$$TZ = \pm 1{,}44\sqrt{0{,}30^2 + 0{,}175^2} = \pm 1{,}44\sqrt{0{,}09 + 0{,}03} = \pm 0{,}50\ \%\ .$$

А.15.4.2 Пример расчета допустимого диапазона плотности:

$$\sigma_{site} = 0{,}0005\ \text{г/см}^3;$$

$$CEU_{ARV} = 0{,}0005\ \text{г/см}^3;$$

$$TZ = \pm 1{,}44\sqrt{0{,}0005^2 + 0{,}00025^2} = \pm 1{,}44 \cdot 0{,}00056 = \pm 0{,}0008\ \text{г/см}^3. \qquad (А.12)$$

А.16 Отклонение измерения кинематической вязкости при 100 °С по сравнению с методом испытания по стандарту [8]

А.16.1 На основе расчета смещения в соответствии с методом испытаний по стандарту [10], примененного к результатам межлабораторных исследований с использованием базовых масел (см. А.14.5), предложена поправка на отклонение ($Y = 0{,}998\ X$) при 100 °С. Это соответствует отклонению 0,2 % от измеренного значения. Сравнение прецизионности настоящего метода испытаний и стандартного метода показывает, что предлагаемая поправка на отклонение меньше повторяемости обоих методов испытаний во всем диапазоне вязкости продуктов, анализируемых в данных межлабораторных исследованиях, а также меньше неопределенности сертифицированных стандартных образцов вязкости (см. таблицу А.5). Поэтому отклонение можно считать незначительным.

А.16.2 Установлено, что поправка на отклонение кинематической вязкости при 40 °С составляет 1,000X, что соответствует 0,0 %.

А.17 Отклонение измерения плотности при 40 °С по сравнению с методом испытания по стандарту [9]

А.17.1 В соответствии с методом по стандарту [10] в расчете отклонения результатов межлабораторных испытаний базовых масел (см. А.14.5) рекомендована поправка на отклонение ($Y = 1{,}0053\ X - 0{,}0046$ г/см^3) при 40 °С. Это соответствует максимальному отклонению 0,0003 г/см^3 при диапазоне плотности, анализируемом в настоящих межлабораторных испытаниях. Сравнение данных прецизионности, полученных по настоящему методу испытания и контрольному методу испытания, показывает, что рекомендуемая поправка на отклонение менее значения повторяемости настоящего метода испытания на всем диапазоне плотности, анализируемом в настоящих межлабораторных испытаниях, а также менее значения неопределенности сертифицированных стандартных образцов вязкости (см. таблицу А.6). Поэтому отклонение можно считать незначительным.

Таблица А.5 — Прецизионность определения кинематической вязкости в зависимости от отклонения (базовые масла при 100 °С)

Показатель прецизионности	Метод испытания по стандарту [8]	Метод испытания стандарта [8] в межлабораторных сравнительных испытаниях	Настоящий метод испытания
Воспроизводимость R (95 %)	0,0065 X (0,65 %)	0,008916 X (0,89 %)	0,002889(X+5)
Повторяемость r (95 %)	0,0011 X (0,11 %)	0,002299 X (0,23 %)	0,000347(X+5)
Отклонение по сравнению с методом стандарта [8]	—	—	0,998 X (0,2 %)
Неопределенность стандартного образца масла	От 0,30 % до 0,32 % для диапазона вязкости, анализируемого в настоящих межлабораторных сравнительных испытаниях		
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.			

А.17.2 Установлено, что отклонение плотности при 15 °С равно нулю.

Таблица А.6 — Прецизионность определения плотности в зависимости от отклонения (базовые масла при 40 °С)

В граммах на кубический сантиметр

Показатели прецизионности	Метод испытания по стандарту [9]	Метод испытания по стандарту [9] (межлабораторные испытания)	Настоящий метод испытания
Воспроизводимость R (95 %)	0,0005	0,00044	0,0015
Повторяемость r (95 %)	0,0001	0,00010	0,0003
Отклонение по сравнению с методом испытания по стандарту [9]	—	—	1,0053X – 0,0046
Неопределенность стандартного образца масла	Обычно 0,0005 г/см^3		
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.			

Приложение Б
(обязательное)

Типы вискозиметров

Б.1 Типы вискозиметров приведены в таблице Б.1. В таблице Б.1 приведен перечень капиллярных вискозиметров, обычно применяемых для определения вязкости нефтепродуктов. Спецификации и инструкции по эксплуатации приведены в стандарте [1].

Таблица Б.1 — Типы вискозиметров

Тип вискозиметра	Наименование вискозиметра	Пределы кинематической вязкости[1], мм^2/с
	Для прозрачных жидкостей	
А	Вискозиметры Оствальда:	
	Каннон-Фенске обычный[2]	0,5 — 20000
	Цайтфукс	0,6 — 3000
	BS с U-образной трубкой[2]	0,9 — 10000
	BS/U/M-миниатюрный	0,2 — 100
	SIL[2]	0,6 — 10000
	Каннон-Маннинг, полумикро	0,4 — 20000
	Пинкевич[2]	0,6 — 17000
	ВПЖ-4, ВПЖТ-4[2] (ГОСТ 10028)	0,6 — 10000
	ВПЖ-2, ВПЖТ-2[2] (ГОСТ 10028)	0,6 — 30000
Б	Вискозиметры с висячим уровнем:	
	BS/IP/SL[2]	3,5 — 100000
	BS/IP/SL(S)[2]	1,05 — 10000
	BS/IP/MSL	0,6 — 3000
	Убеллоде[2]	0,3 — 100000
	Фитцсиманс Атлантик[2]	0,6 — 1200
	Каннон-Убеллоде (А),	0,75 — 5000
	Каннон-Убеллоде с разбавлением[2] (В)	0,5 — 100000
	Каннон-Убеллоде, полумикро	0,4 — 20000
	ДИН Убеллоде	0,35 — 50000
	ВПЖ-1 (ВПЖТ-1)[2] (ГОСТ 10028)	0,6 — 30000
	Для прозрачных и непрозрачных жидкостей	
В	Вискозиметры с обратным истечением для прозрачных и непрозрачных жидкостей:	
	Каннон-Фенске — непрозрачный	0,4 — 20000
	Цайтфукс с перекрещивающимися трубками	0,6 — 100000
	BS/IP/RF с U-образной трубкой с обратным истечением	0,6 — 300000
	Ланц-Цайтфукс с обратным истечением	60 — 100000
	ВНЖ, ВНЖТ(ГОСТ 10028)	0,6 — 30000

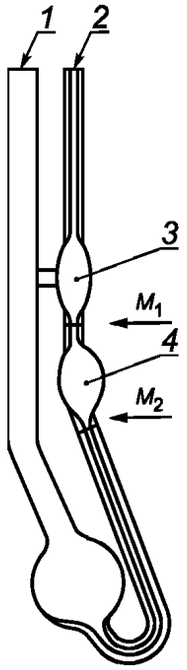
[1] Каждый диапазон кинематической вязкости требует ряда вискозиметров. Во избежание необходимости введения поправок на кинетическую энергию вискозиметры рассчитаны на время истечения более 200 с, за исключением специальных указаний по стандарту [1].

[2] Время истечения вискозиметров должно быть не менее 200 с.

Б.2 Описание работы с вискозиметрами

Б.2.1 Вискозиметр Каннон-Фенске (рисунок Б.1)

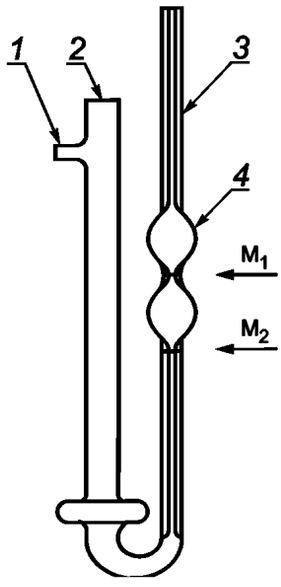
В чистый сухой вискозиметр вносят пробу нефтепродукта следующим образом: на трубку *1* надевают резиновую трубку, трубку *2* погружают в сосуд с нефтепродуктом и нефтепродукт засасывают (с помощью резиновой груши, водоструйного насоса или другим способом) до метки M_2, при этом необходимо следить, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В момент, когда уровень жидкости достигает метки M_2, вискозиметр вынимают из сосуда и быстро устанавливают в нормальное положение. Снимают с внешней стороны конца трубки *2* избыток жидкости и надевают на этот конец резиновую трубку. Вискозиметр помещают в термостат. Выдержка в термостате должна быть достаточно длительной. Расширение *3* должно находиться ниже уровня жидкости в термостате. После выдержки в термостате жидкость засасывают в расширение *4* приблизительно на *5* мм выше метки M_1. Определяют время перемещения мениска жидкости от метки M_1 до метки M_2.



1 — трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; *2* — трубка вискозиметра, погружаемая в нефтепродукт; *3* — расширение (находится ниже уровня жидкости в термостате); *4* — расширение, в которое засасывается испытуемый нефтепродукт

Рисунок Б.1 — Вискозиметр типа Каннон-Фенске

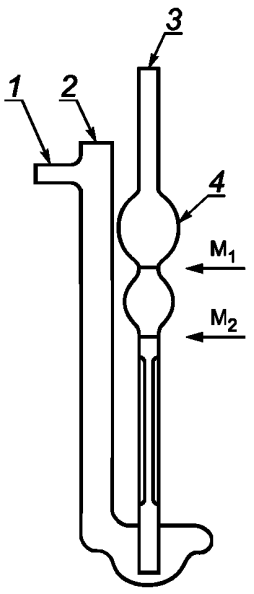
Б.2.2 Вискозиметр типа Пинкевича (ВПЖ-4, ВПЖТ-4 и ВПЖ-2, ВПЖТ-2) (рисунки Б.2 и Б.3)



1 — трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; *2* — колено, которое зажимается; *3* — колено, опускаемое в испытуемый нефтепродукт; *4* — расширение (должно быть ниже уровня жидкости в термостате)

Рисунок Б.2 — Вискозиметр типа Пинкевича ВПЖ-4, ВПЖТ-4

На отводную трубку *1* надевают резиновую трубку. Далее, зажав пальцем колено *2* и перевернув вискозиметр, опускают колено *3* в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью резиновой груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки M_2, следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В момент, когда уровень жидкости достигает метки M_2, вискозиметр вынимают из сосуда и быстро перевертывают в нормальное положение. Снимают с внешней стороны конца колена *3* избыток жидкости и надевают на него резиновую трубку. Вискозиметр устанавливают в термостат так, чтобы расширение *4* было ниже уровня жидкости. После выдержки в термостате не менее 15 мин засасывают жидкость в колено *3* примерно до 1/3 высоты расширения *4*. Соединяют колено *3* с атмосферой и определяют время перемещения мениска жидкости от метки M_1 до M_2.



1 — трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; *2* — колено, которое зажимается; *3* — колено, опускаемое в испытуемый нефтепродукт; *4* — расширение (должно быть ниже уровня жидкости в термостате)

Рисунок Б.3 — Вискозиметр типа Пинкевича ВПЖ-2, ВПЖТ-2

Б.2.3 Вискозиметры типов ВПЖТ-1, ВПЖ-1 (BS/IP/SL) (рисунок Б.4)

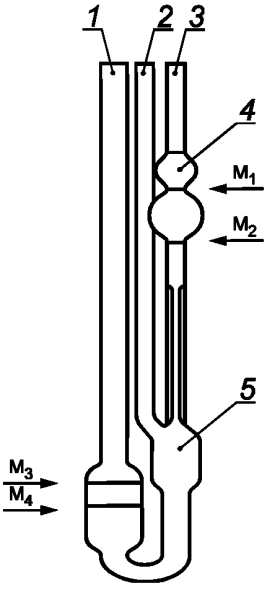


Рисунок Б.4 — Вискозиметр типов ВПЖТ-1, ВПЖ-1 (BS/IP/SL)

Испытуемый нефтепродукт наливают в чистый вискозиметр через трубку *1* так, чтобы уровень ее установился между метками M_3 и M_4. На концы трубок *2* и *3* надевают резиновые трубки, при этом первая из них должна быть снабжена краном, вторая — краном и резиновой грушей. Вискозиметр устанавливают вертикально в жидкостном термостате так, чтобы уровень термостатирующей жидкости находился на несколько сантиметров выше расширения *4*.

При температуре опыта вискозиметр выдерживают не менее 15 мин, после чего всасывают (грушей) при закрытой трубке *2* жидкость выше метки M_1 примерно до середины расширения *4* и перекрывают кран, соединенный с трубкой *3*. Если вязкость нефтепродукта менее 500 сСт, открывают кран на трубке *3* и потом освобождают зажим на трубке *2*. При более вязких нефтепродуктах сначала открывают трубку *2*, затем измеряют время понижения уровня жидкости в трубке *2* от метки M_1 до M_2. Необходимо при этом обращать внимание на то, чтобы к моменту подхода уровня жидкости к метке M_1 в расширении 5 образовался «висячий уровень», а в капилляре не было пузырьков воздуха.

Б.2.4 Вискозиметр типа Убеллоде (рисунок Б.5)

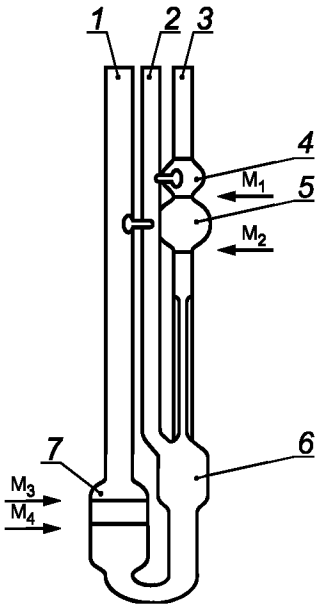
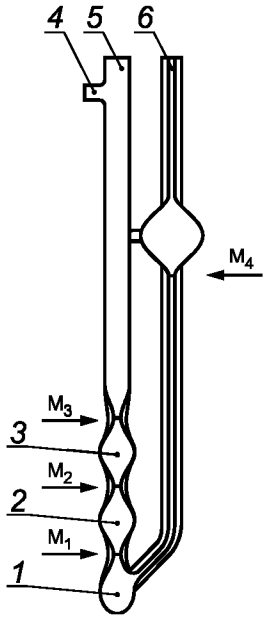


Рисунок Б.5 — Вискозиметр типа Убеллоде

В чистый сухой вискозиметр вносят пробу нефтепродукта следующим образом: вискозиметр отклоняют на 30° от вертикального положения так, чтобы сосуд *7* оказался под капилляром. С помощью заполнительной трубки *1* вносят пробу так, чтобы ее уровень достиг нижней метки M_4. Потом вискозиметр возвращают в нормальное положение, следя за тем, чтобы уровень жидкости не превышал верхней метки M_3. При заполнении вискозиметра пробой в жидкости не должны образовываться пузырьки воздуха.

Вискозиметр с пробой помещают в термостат. Через 20 мин выдержки на трубку *3* надевают резиновую трубку, трубку *2* закрывают пальцем и пробу засасывают до половины расширения *4*. Потом трубку *2* открывают, ждут, пока проба перетечет из трубки *2* в сосуд *6* и образуется «висячий уровень». Освобождают трубку *3* и измеряют время перемещения мениска жидкости от метки M_1 до M_2.

Б.2.5 Вискозиметры типов ВНЖ, ВНЖТ (Каннон-Фенске-Опакв) (рисунок Б.6)



1 — резервуар; *2* — резервуар, по времени заполнения которого вычисляют вязкость; *3* — резервуар для контроля; *4* — трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; *5* — колено, которое зажимается; *6* — колено, опускаемое в испытуемый нефтепродукт

Рисунок Б.6 — Вискозиметр типов ВНЖ, ВНЖТ (Каннон-Фенске-Опакв)

На отводную трубку *4* надевают резиновую трубку. Зажав пальцем колено *5* и перевернув вискозиметр, опускают колено *6* в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью резиновой груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки M_4, следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В тот момент, когда уровень жидкости достигает метки M_4, вискозиметр вынимают из сосуда и быстро перевертывают в нормальное положение. Снимают с внешней стороны конца колена *6* избыток нефтепродукта и надевают кусочек резиновой трубки длиной 8—15 см с присоединенным закрытым краном или зажимом. Затем открывают кран для заполнения жидкостью резервуара *1* и вновь его закрывают, когда жидкость заполнит приблизительно половину резервуара *1*. Вискозиметр устанавливают в термостат и после необходимой выдержки в нем (20 мин) открывают колено *6* и, пользуясь двумя секундомерами, измеряют время течения жидкости от метки M_1 до M_2 и от метки M_2 до M_3.

По измеренному времени заполнения резервуара *2* вычисляют вязкость. Измеренное время заполнения резервуара *3* служит для контроля. Значения вязкости, вычисленные по времени заполнения резервуаров *2* и *3*, могут отличаться до 2 %, а при температуре ниже 15 °С — до 3 %.

Б.2.6 Вискозиметр типа BS/IP/RF (рисунок Б.7)

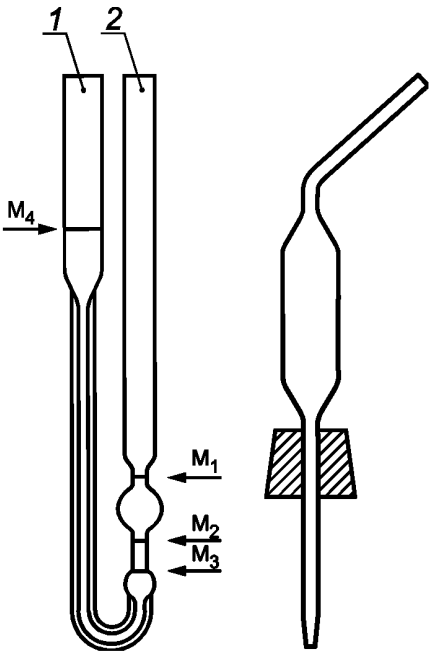


Рисунок Б.7 — Вискозиметр типа BS/IP/RF

Вискозиметр помещают в термостат так, чтобы верхняя метка M_4 находилась под уровнем жидкости в термостате приблизительно на 3 см, а капилляр был в точно вертикальном положении. Вискозиметр выдерживают в термостате. С помощью пипетки вносят в трубку *1* пробу (проба может быть подогретой), следя за тем, чтобы не намочить стенки вискозиметра над меткой M_4 и чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха.

Как только уровень жидкости достигнет положения приблизительно на 5 мм ниже метки M_1, закрывают трубку *2* и останавливают течение жидкости.

Пробу доливают до метки M_4 и выдерживают в термостате 20—30 мин. Освобождают трубку *2* и доводят уровень пробы до метки M_3. Трубку *2* снова закрывают. С помощью пипетки с предохранительным упором устанавливают пробу над меткой M_4. Упор на пипетке должен находиться на такой высоте, чтобы при введении пипетки в трубку *1* и соприкосновении упора с краем трубки *1* конец пипетки был точно на метке M_4. К пипетке присоединяют отсос и осторожно отсасывают избыток пробы, пока пипетка не начнет всасывать воздух, после чего пипетку вынимают. Потом трубку *2* освобождают и измеряют время прохождения мениска жидкости от метки M_2 до M_1. С одним заполнением вискозиметра проводят только одно измерение времени течения.

Приложение В
(справочное)

Определение поправки на кинетическую энергию

В.1 Кинематическую вязкость ν, мм^2/с, вычисляют с учетом размеров вискозиметра по формуле

$$\nu = \frac{\pi g D^4 h T}{128 V L} - \frac{E}{T^2}, \quad (В.1)$$

где g — ускорение силы тяжести, мм/с$_2$;
D — диаметр капилляра, мм;
h — среднее вертикальное расстояние между верхней и нижней метками, мм;
T — время истечения, с;
V — объем жидкости измерительного резервуара, мм^3;
L — длина капилляра, мм;
E — коэффициент кинетической энергии, мм^2·с.

Если время истечения выбранного вискозиметра превышает минимальное время истечения, указанное в настоящем стандарте, то формулу (В.1) можно упростить, пренебрегая выражением кинетической энергии E/T^2 и группируя непеременные члены в постоянную C следующим образом: $\nu = CT$.

В.2 Поправка на кинетическую энергию

Вискозиметры, рассмотренные в настоящем стандарте, устроены так, что поправка на кинетическую энергию E/T^2 очень мала, если время истечения жидкости более 200 с. Если не соблюдается минимальное время истечения 200 с, вводят поправку на кинетическую энергию по формуле

$$\nu = CT - E/T^2, \quad (В.2)$$

где C — постоянная вискозиметра, мм^2/с^2 (сСт/с^2);
T — время истечения, с;
E — коэффициент кинетической энергии. E, мм^2·с, определяют по формуле

$$E = 1{,}66 V^{3/2}/L(CD)^{1/2}, \quad (В.3)$$

где L — длина капилляра, мм.

Приложение Г
(обязательное)

Термометры для определения кинематической вязкости

Г.1 Конструкция термометра и спецификация

Применяют специальный термометр с небольшим диапазоном измерения, соответствующий общей спецификации, приведенной в таблице Г.1.

Таблица Г.1 — Технические требования к термометрам

Наименование параметра	Основные размеры
Глубина погружения	Полная
Метки на шкале:	
мелкие деления, °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 до 90 °С; 120 — для шкалы от 90 °С до 95 °С; 130 — для шкалы от 95 °С до 105 °С; 170 — выше 105 °С
Общая длина *B,* мм	300 — 310
Наружный диаметр стержня С, мм	6,0 — 8,0
Длина ртутного резервуара *D,* мм	45 — 55
Наружный диаметр ртутного резервуара *E,* мм	Не более стержня
Длина шкалы *G,* мм	40 — 90

В таблице Г.2 приведены термометры ASTM, IP и ASTM/IP, соответствующие спецификации, изложенной в таблице Г.1, и температурам испытания.

Таблица Г.2 — Соответствие термометров по ГОСТ 400 термометрам по спецификациям ASTM и IP

Типы термометров по стандарту			Температура испытания, °С
ГОСТ 400	ASTM	IP	
—	ASTM 74C	IP 69C	– 53,9
ТИН 10-6	ASTM 73C	IP 68C	– 40
—	ASTM 126C	IP 71C	– 26,1
—	ASTM 127C	IP 99C	– 20
ТИН 10-10	ASTM 72C	IP 67C	– 17,8
ТИН 10-5	ASTM 128C	IP 33C	0
ТИН 10-1	ASTM 44C	IP 29C	20
ТИН 10-7	ASTM 45C	IP 30C	25
—	ASTM 118C	—	30
ТИН 10-2	ASTM 28C	IP 31C	37,8
ТИН 10-8	ASTM 120C	IP 92C	40
ТИН 10-3	ASTM 46C	IP 66C	50
—	ASTM 29C	IP 34C	54,4
ТИН 10-9	ASTM 47C	IP 35C	60
—	—	IP 100C	80
—	ASTM 48C	IP 90C	82,2
—	ASTM 129C	IP 36C	93,3
ТИН 10-4	ASTM 122C	IP 32C	98,9 и 100
ТИН 10-4	ASTM 121C	—	100
—	ASTM 110C	IP 93C	135

Примечание — Разница в конструкции главным образом основывается на положении точки замерзания воды. В модели «a» точка замерзания воды находится в диапазоне шкалы; в модели «b» — ниже диапазона шкалы; в модели «c» — выше диапазона шкалы (рисунок Г.1).

В таблице Г.1 приведены технические требования к термометрам.

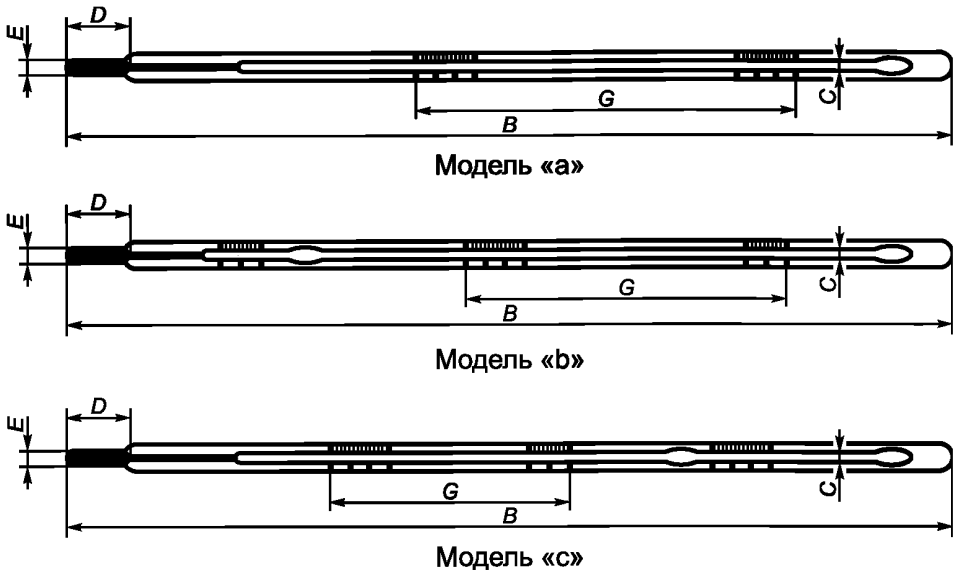


Рисунок Г.1 — Конструкция термометров

Г.2 Калибровка

Г.2.1 Используют жидкостные стеклянные термометры с точностью после корректирования 0,02 °С или с лучшей точностью, калиброванные в аккредитованной лаборатории, выдающей сертификаты, подтверждающие, что калибрование соответствует национальному стандарту, или используют приборы для измерения температуры, такие как платиновые термометры сопротивления равной или лучшей точности с теми же самыми требованиями по сертификации.

Г.2.2 Корректирование шкалы жидкостных стеклянных термометров может измениться во время хранения и применения, и, следовательно, необходимо регулярно проводить повторное калибрование. Корректирование шкалы в рабочей лаборатории проводят повторно, калибруя термометры по точке замерзания воды и внося все основные корректировки согласно изменениям в значении точки замерзания воды.

Примечание — Рекомендуется интервал поверки точки замерзания воды не более шести месяцев, но новые термометры первые шесть месяцев следует проверять ежемесячно. Нет необходимости в полном повторном калибровании термометра на соответствие точности, указанной для данной модели термометра, до тех пор, пока со времени полного калибрования точка замерзания воды не изменится на одно деление шкалы, и если прошло более пяти лет. Другие термометрические устройства (если используются) необходимо повторно калибровать периодически. Записи всех повторных калибровок следует сохранять.

Г.2.3 Методика повторного калибрования по точке замерзания воды жидкостных стеклянных термометров приведена в Г.2.3.1 — Г.2.3.3.

Г.2.3.1 Выбирают чистые кусочки льда, желательно приготовленные из дистиллированной воды. Любые мутные порции отбрасывают. Ополаскивают лед дистиллированной водой, очищают, разбивают на мелкие порции, стараясь не брать руками, чтобы не было контакта с химически нечистыми предметами. Заполняют крошеным льдом колбу Дьюара и добавляют достаточное количество воды, чтобы получилась шуга, но лед не всплывал. Как только лед растает, следует слить немного воды и добавить битого льда. Вставляют термометр приблизительно на одно деление ниже 0 °С и аккуратно уплотняют лед вокруг стержня термометра.

Г.2.3.2 После того, как пройдет не менее 3 мин, слегка постукивают по термометру несколько раз под прямым углом к оси при проведении наблюдений. Последовательно снятые показания не реже чем через 1 мин должны находиться в пределах 0,005 °С.

Г.2.3.3 Записывают показания температуры точки замерзания воды и определяют поправку термометра при этой температуре, исходя из среднего показания. Если выясняется, что определенная поправка изменилась (стала на какую-то величину больше или меньше) по сравнению с поправкой, полученной при предыдущей калибровке, то поправки, полученные при других температурах, изменяют на ту же самую величину.

Проводят операцию, соблюдая следующие условия:

а) термометр поддерживают вертикально;

б) термометр осматривают с помощью оптических устройств, дающих пятикратное увеличение и устраняющих параллакс;

в) выражают показание точки замерзания воды с точностью 0,005 °С.

Г.2.4 При использовании прибор для снятия температуры погружают на ту же глубину, что и для полного калибрования. Например, если жидкостной стеклянный термометр был калиброван в обычном состоянии — «полное погружение», то его погружают до верха ртутного столбика, причем остаток стержня и камера расширения в самой верхней части выступают в окружающую среду и находятся под воздействием ее температуры и давления. На практике это означает, что верх ртутного столбика должен находиться в пределах длины, равноценной четырем делениям шкалы поверхности среды, температура которой измеряется. Если это условие не выполняется, то, возможно, необходимо дополнительное корректирование.

Г.3 Пример расчета поправки на выступающий столбик термометра

Принимают показание термометра в термостате «минус 50 °С» (t_1).

Поправка, определенная по 7.2.3, составила «минус 0,5 °С» (Δt).

Тогда истинная температура жидкости в термостате t будет равна:

$$t = t_1 + \Delta t = -50 + (-0,5) = -50,5 \text{ °C}. \quad (Г.1)$$

Библиография

[1]	ISO 3105:1994	Glass capillary kinematic viscometers — Specifications and operating instructions Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические требования и инструкция по эксплуатации
[2]	ISO 91-1:1992	Petroleum measurement tables — Part 1: Tables based on reference temperatures of 15 °C and 60 °F Таблицы пересчета измерений нефти и нефтепродуктов. Часть 1. Таблицы, основанные на стандартных температурах 15 °C и 60 °F
[3]	ISO/IEC 17025	General requirements for the competence of testing and calibration laboratories Основные требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий
[4]	ASTM D 2162	Practice for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards Руководство по калибровке контрольных вискозиметров и стандартных образцов вязкости нефтепродуктов
[5]	ISO 5725	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения
[6]	NIST Technical Note 1297	Guideline for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurement results Технический документ NIST 1297 Руководство по оценке и выражению неопределенности результатов измерения по NIST
[7]	ASTM D 2270	Practice for calculating viscosity index from kinematic viscosity at 40 and 100 °C Руководство по расчету индекса вязкости по значениям кинематической вязкости при 40 °C и 100 °C
[8]	ASTM D 445	Test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity) Метод определения кинематической вязкости (и расчет динамической вязкости) прозрачных и непрозрачных жидкостей
[9]	ASTM D 4052	Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API жидкостей цифровым плотномером
[10]	ASTM D 6708	Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material Руководство по статистической оценке и уточнению предполагаемого соответствия между двумя методами испытаний, которые предназначены для определения одного и того же свойства материала
[11]	ASTM D 975	Specification for diesel fuel oils Спецификация на дизельные топлива
[12]	ASTM D 6300	Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants Руководство по определению показателей прецизионности и систематической погрешности для использования в методах испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов
[13]	ASTM D 6751	Specification for biodiesel fuel blend stock (B100) for middle distillate fuels Спецификация на базовую смесь биодизельного топлива (B100) для среднедистиллятных топлив
[14]	ASTM D 7467	Specification for diesel fuel oil, biodiesel blend (B6 to B20) Спецификация на дизельное топливо, биодизельную смесь (B6 до B20)

УДК 665.6.532.13:006.354 МКС 75.080

Ключевые слова: нефть, нефтепродукты, прозрачные жидкости, непрозрачные жидкости, кинематическая вязкость, динамическая вязкость

БЗ 8—2016/21

Редактор *Т.Д. Борисенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 28.04.2017. Подписано в печать 17.05.2017. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,65. Уч.-изд. л. 4,21. Тираж 100 экз. Зак. 806.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru