МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33155— 2014

МАСЛА МОТОРНЫЕ

Метод определения предела текучести и кажущейся вязкости при низкой температуре

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 471-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33155—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4684—08 Standard test method for determination of yield stress and apparent viscosity of engine oils at low temperature (Стандартный метод определения предела текучести и кажущейся вязкости моторных масел при низкой температуре).

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.07 «Свойства текучести».

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52257—2004.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2015

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 . . . 3
5 Назначение и применение . . . 3
6 Аппаратура . . . 4
7 Реактивы и материалы . . . 5
Метод А . . . 5
8 Отбор проб . . . 5
9 Калибровка и стандартизация . . . 5
10 Измерение предела текучести и кажущейся вязкости . . . 7
11 Вычисление предела текучести и кажущейся вязкости . . . 9
12 Протокол испытаний . . . 9
13 Прецизионность и смещение . . . 10
Метод В . . . 11
14 Калибровка и стандартизация . . . 11
15 Проведение испытаний . . . 11
16 Вычисление предела текучести и кажущейся вязкости . . . 14
17 Протокол испытаний . . . 14
18 Прецизионность и смещение . . . 14
Приложения (справочные)
X1 Температурные профили для температур испытания . . . 17
X2 Дополнительные сведения по эксплуатации . . . 18
Библиография . . . 19
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам . . . 20

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА МОТОРНЫЕ

Метод определения предела текучести и кажущейся вязкости при низкой температуре

Engine oils. Method for determination of yield stress and apparent viscosity at low temperature

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения предела текучести и кажущейся вязкости моторных масел после охлаждения с регулируемой скоростью в течение не менее 45 ч до конечной температуры испытания от минус 10 °С до минус 40 °С. Вязкость измеряют при напряжении сдвига 525 Па и скорости сдвига от 0,4 до 15,0 $с^{-1}$. Установлено, что вязкость, измеренная при данном напряжении сдвига, показывает наилучшую корреляцию между температурой, при которой вязкость достигает критического значения, и предельной температурой, при которой происходит нарушение прокачиваемости.

1.2 Настоящий стандарт предусматривает два метода испытаний — А и В.

При испытании по методу А для контроля температуры используют приборы с современным термоэлектрическим или прямым охлаждением. При испытании по методу В можно использовать приборы по методу А или приборы, охлаждаемые циркулирующим метанолом.

1.3 Для метода А прецизионность установлена в диапазоне напряжений от 35 до 210 Па и диапазоне кажущейся вязкости от 4300 до 270000 мПа · с. Можно также определять более высокие значения текучести и вязкости.

1.4 Настоящий стандарт можно использовать для испытания неиспользованных масел и отработанных масел для дизельных и карбюраторных двигателей. Возможность распространения настоящего метода на другие нефтепродукты не установлена.

1.5 Значения, установленные в единицах системы СИ, считают стандартными.

1.5.1 Единицей измерения вязкости в настоящем стандарте является миллипаскаль-секунда (мПа · с). В скобках для информации приведена эквивалентная единица — сантипуаз (сП).

1.6 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 3829 Standard test method for predicting the borderline pumping temperature of engine oil (Стандартный метод прогнозирования предельной температуры прокачиваемости моторного масла)

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru лужбе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru акже в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM.

Издание официальное

2.2 Стандарты ISO[2)]

ISO/IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

ISO Guide 34 General requirements for the competence of reference material producers (Общие требования к компетентности производителей эталонных материалов)

ISO Guide 35 Reference materials — General and statistical principles for certification (Стандартные образцы. Общие и статистические принципы аттестации)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Общие термины

3.1.1 **кажущаяся вязкость** (apparent viscosity): Вязкость, определенная по настоящему методу.

3.1.2 **ньютоновское масло или жидкость** (Newtonian oil or fluid): Масло или жидкость, которая при заданной температуре имеет постоянную вязкость при всех скоростях и напряжениях сдвига.

3.1.3 **неньютоновское масло или жидкость** (non-Newtonian oil or fluid): Масло или жидкость, вязкость которой при заданной температуре изменяется в зависимости от скорости и напряжения сдвига.

3.1.4 **скорость сдвига** (shear rate): Градиент скорости в потоке жидкости. Для ньютоновской жидкости, находящейся в ротационном вискозиметре, напряжение сдвига измеряют на поверхности внутреннего цилиндра (6.1), не учитывая краевые эффекты. Скорость сдвига на поверхности ротора G_r, $с^{-1}$, вычисляют по формуле

$$G_r = \frac{2(\Omega)R_s^2}{R_s^2 - R_r^2} \quad (1)$$

или

$$G_r = \frac{4(\pi)R_s^2}{t(R_s^2 - R_r^2)}, \quad (2)$$

где Ω — угловая скорость, рад/с;

R_s — радиус статора, мм;

R_r — радиус ротора, мм;

t — время одного оборота ротора, с.

Для конкретного прибора, приведенного в 6.1.1,

$$G_r = 63/t. \quad (3)$$

3.1.5 **напряжение сдвига** (shear stress): Отношение крутящего момента, приложенного к ротору, к площади потока жидкости. Для ротационного вискозиметра поверхность ротора является площадью сдвига (площадью потока жидкости)

$$T_r = 9{,}81\ M\ (R_o + R_t) \cdot 10^{-6}, \quad (4)$$

$$S_r = \frac{T_r}{2(\pi)R_r^2 h} \cdot 10^9, \quad (5)$$

где T_r — крутящий момент, приложенный к ротору, Н · м;

M — приложенная масса, г;

R_o — радиус вала, мм;

R_t — радиус струны, мм;

S_r — напряжение сдвига на поверхности ротора, Па;

h — высота ротора, мм.

[2)] Доступны в Международной организации по стандартизации (ISO), 1 rue de Varembé, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, gost.e-ecolog.ru

Для вискозиметров с размерами, приведенными в 6.1.1,

$$T_r = 31{,}7\ M \cdot 10^{-6}, \quad (6)$$

$$S_r = 3{,}5\ M. \quad (7)$$

3.1.6 **вязкость** (viscosity): Отношение приложенного к жидкости напряжения сдвига к скорости сдвига (иногда его называют коэффициентом динамической вязкости), которое является показателем сопротивления жидкости течению. В системе СИ единицей динамической вязкости является паскаль-секунда (Па · с). Сантипуаз (сП) равен одной миллипаскаль-секунде (мПа · с).

3.2 Термины, характерные для настоящего стандарта

3.2.1 **калибровочные масла** (calibration oils): Масла, используемые для калибровки прибора при определении зависимости кажущейся вязкости от скорости сдвига. Калибровочные масла, являющиеся в основном ньютоновскими жидкостями, должны соответствовать эталону национального института метрологии. Калибровочные масла следует получать у поставщиков оборудования, соответствующих требованиям ISO Guide 34, ISO Guide 35 и ISO/IEC 17025. Вязкость калибровочных масел при температуре минус 20 °С приблизительно составляет 30 Па · с (30000 сП), при температуре минус 25 °С — 60 Па · с (60000 сП).

3.2.2 **постоянная ячейки** (cell constant): Отношение вязкости калибровочной жидкости к времени, необходимому для первых трех оборотов ротора.

3.2.3 **испытуемое масло** (test oil): Любое масло, кажущуюся вязкость и предел текучести которого определяют по настоящему методу.

3.2.4 **неиспользованное масло** (unused oil): Масло, не использованное в работающем двигателе.

3.2.5 **отработанное масло** (used oil): Масло, использованное в работающем двигателе.

3.2.6 **предел текучести** (yield stress): Напряжение сдвига, требуемое для начала течения. Для всех ньютоновских и многих неньютоновских жидкостей предел текучести равен нулю. Предел текучести моторного масла зависит от скорости охлаждения масла при низкой температуре, времени выдерживания и температуры.

4 Сущность метода

4.1 Образец моторного масла выдерживают при температуре 80 °С, затем охлаждают с запрограммированной скоростью до конечной температуры испытания и выдерживают в течение установленного времени. Для определения предела текучести к валу ротора прикладывают серию увеличивающихся крутящих моментов до появления вращения. Кажущуюся вязкость образца определяют по максимальному значению крутящего момента.

5 Назначение и применение

5.1 Скорость и продолжительность охлаждения моторного масла могут влиять на предел текучести и вязкость. По настоящему стандарту свежее моторное масло медленно охлаждают в диапазоне температур, в котором происходит кристаллизация парафиновых углеводородов, затем сравнительно быстро охлаждают до конечной температуры испытания. Полученные результаты испытаний можно использовать для предварительной оценки моторных масел с известными характеристиками, которые при эксплуатации могут привести к отказу из-за отсутствия прокачиваемости[3]. Масла с зафиксированным отказом при эксплуатации испытывали обычно при температуре минус 25 °С. Предположительно отказ при эксплуатации масла происходил в результате образования гелеобразной структуры, приводящей к значительному увеличению предельного напряжения сдвига и/или вязкости.

5.2 Температурный профиль охлаждения

5.2.1 Температурный профиль охлаждения масел, которые испытывают при температуре минус 20 °С или ниже, приведен в таблице Х1.1 приложения Х1. Температурный профиль охлаждения, приведенный в таблице Х1.1 приложения Х1, основан на вязкостных свойствах стандартных образцов масел ASTM для определения прокачиваемости (PRO). К ним относят масла с нормальными низкотемпературными реологическими свойствами и масла с проблемами прокачиваемости при низких температурах [1]—[5]. Значения температурных профилей при температурах минус 35 °С и минус 40 °С основаны на отчетах ASTM (см. [6], [7]).

[3] Эталонные масла для определения прокачиваемости (RPO) №№ 21—29.

5.2.2 Для масел, которые испытывают при температуре минус 15 °С или минус 10 °С, используют таблицу Х1.2 приложения Х1. Не установлена достоверность указанного температурного профиля из-за отсутствия соответствующих эталонных масел. Поэтому не установлена прецизионность испытания при использовании профиля охлаждения при температуре испытания минус 10 °С. Температурный профиль, приведенный в таблице Х1.2 приложения Х1, получен экстраполированием температурного профиля таблицы Х1.1 приложения Х1 с учетом предполагаемых более высоких температур помутнения вязких масел, испытываемых при температурах минус 15 °С и минус 10 °С.

6 Аппаратура

6.1 Мини-ротационный вискозиметр (MRV)

Прибор, состоящий из одной или нескольких вискозиметрических ячеек (далее — ячеек), установленных в термостатируемый корпус из материала с высокой теплопроводностью. Каждая ячейка содержит калиброванный роторно-статорный комплект. В верней части вала ротора должна быть расположена перекладина достаточной длины, чтобы фиксатором (6.6) обеспечить остановку вращения в обоих направлениях при последовательных полуоборотах. Вращение ротора обеспечивается приложенной нагрузкой, действующей на него через струну, намотанную на вал ротора.

6.1.1 Ячейка мини-ротационного вискозиметра должна иметь размеры, мм:

диаметр ротора — 17,06 ± 0,08;

длина ротора — 20,00 ± 0,14;

внутренний диаметр ячейки — 19,07 ± 0,08;

радиус вала — 3,18 ± 0,13;

радиус струны — 0,1.

6.1.2 Крышка ячейки

Для термометрически охлаждаемых приборов в верхней части ячейки размещают крышку для снижения попадания в нее воздуха. Двухступенчатая крышка цилиндрической формы высотой (38 ± 1) мм [(1,50 ± 0,05) дюйма] должна быть изготовлена из материала с низкой теплопроводностью, например термопластика, такого как ацетил-сополимер, устойчивого к воздействию растворителей и выдерживающего диапазон температур по настоящему стандарту. Диаметр верхней ступени крышки должен быть (28 ± 1) мм [(1,10 ± 0,05) дюйма], диаметр нижней ступени — 19 мм [0,745 дюйма] с предельным отклонением, соответствующим диаметру ячейки. Предельное отклонение значения диаметра нижней ступени крышки позволяет легко установить ее в ячейку, не касаясь вала ротора. В центре крышки должно быть отверстие диаметром (11 ± 1) мм [(0,438 ± 0,050) дюйма]. Для облегчения установки в верхнюю часть ячейки крышка должна состоять из двух половинок.

6.1.2.1 В приборах с прямым охлаждением крышки не используют, чтобы не препятствовать потоку холодного сухого воздуха в статоры и замораживанию.

6.2 Грузы

6.2.1 Для измерения предела текучести используют набор из 10 грузов массой (10,0 ± 0,1) г. Один груз является опорой для других грузов.

6.2.2 Для измерения вязкости используют груз массой (150,0 ± 1,0) г.

6.3 Система контроля температуры

Регулируют температуру блока мини-ротационного вискозиметра в соответствии с таблицей Х1.1 или Х1.2 приложения Х1.

6.3.1 Регулятор температуры

Регулятор температуры является важной деталью в настоящем методе, требования к регулятору приведены в приложение Х2.

6.3.2 Температурный профиль

Температурный профиль приведен в таблицах Х1.1 и Х1.2 приложения Х1.

6.4 Термометры для измерения температуры блока

Используют два термометра со следующими диапазонами: один — от 70 °С до 90 °С с ценой наименьшего деления 1 °С, другой — от плюс 5 °С до минус 41 °С с ценой наименьшего деления 0,2 °С. Для измерения температуры можно применять другие термометрические устройства с эквивалентными точностью и разрешающей способностью, например цифровые устройства, использующие резистивный датчик температуры (RDT) или термисторный датчик.

6.4.1 Следует соблюдать осторожность при применении термометрических устройств в металлическом кожухе, т. к. кожух может искажать показания температуры. Было установлено, что термометрические устройства в металлическом кожухе показывают температуру образца выше фактической, что обычно вызвано теплопроводностью металла, но возможны и другие причины.

6.5 Подача сухого газа

Для уменьшения конденсации влаги в верхнюю часть прибора подают сухой отфильтрованный газ.

6.5.1 Для термоэлектрически охлаждаемых приборов с крышками источник сухого газа присоединяют к крышке корпуса. Подача сухого газа прекращается при удалении крышки.

6.6 Фиксатор

Устройство для удерживания ротора от преждевременного проворачивания, способное остановить ротор на ближайшем полуобороте при взаимодействии с его перекладиной.

7 Реактивы и материалы

7.1 Ньютоновское масло с низкой температурой помутнения и вязкостью приблизительно 30 Па · с (30000 сП) при температуре минус 20 °С для метода В или 60 ПаСс (60000 сП) при температуре минус 25 °С для метода А для калибровки вискозиметрической ячейки.

7.2 Метанол

Для охлаждающих бань некоторых приборов можно использовать имеющийся в продаже или технический осушенный метанол (**Предупреждение** — Огнеопасен).

7.3 Растворитель масла

Можно применять имеющиеся в продаже гептаны или аналогичные растворители, испаряющиеся без остатка (**Предупреждение** — Огнеопасны).

7.4 Ацетон

Можно применять технический ацетон, испаряющийся без остатка (**Предупреждение** — Огнеопасен).

Метод А

8 Отбор проб

8.1 Для испытаний используют представительный образец испытуемого масла, не содержащий взвешенные твердые вещества и воду. Если образец, находящийся в контейнере, имеет температуру ниже точки росы воздуха в помещении, его перед открытием контейнера выдерживают до достижения температуры окружающей среды.

9 Калибровка и стандартизация

9.1 Процедура калибровки

Для приборов, в которых температурный датчик не прикреплен к регулятору температуры, температурный датчик блока MRV калибруют при прикрепленном регуляторе температуры.

9.1.1 Полученную температурную поправку проверяют для трех значений температуры, используя термометр сравнения, указанный в 6.4.

9.1.2 При калибровке во всех ячейках должно быть по 10 $см^3$ испытуемого масла, установленный ротор и при необходимости установленные крышки. В приборах с прямым охлаждением (см. 6.1.2) крышки не используют.

9.1.3 Для построения калибровочной кривой комплекта температурного датчика с регулятором температуры измеряют температуру с интервалом не более 5 °С, включая температуру минус 5 °С и самую низкую температуру испытания. Проводят не менее двух измерений для каждого значения калибровочной температуры с интервалом 10 мин. Руководство по калибровке приборов с независимым регулятором температуры приведено в приложении Х2 (см. Х2.1).

Примечание 1 — Все значения температуры в настоящем стандарте относятся к фактической температуре, не обязательно показываемой прибором.

9.2 Определяют калибровочную постоянную комбинации ротор/статор по результатам двух испытаний стандартных образцов вязкости при температуре минус 25 °С.

9.2.1 Каждую ячейку калибруют два раза. Получаемую калибровочную постоянную вычисляют по среднеарифметическому значению результатов двух определений при трех оборотах ротора. При калибровке ячейки второе испытание проводят на новой порции стандартного образца, очищая ячейку от предыдущей порции образца.

Примечание 2 — После калибровки проверку на соответствие критериям, указанным в 9.11, проводят один раз.

9.2.2 При калибровке и измерениях вязкости используют один и тот же груз массой 150 г. При калибровке и измерениях вязкости можно использовать разные грузы, если масса каждого сертифицированного груза равна (150,0 ± 0,1) г.

9.3 Калибровку ячейки проводят по 10.1.

Примечание 3 — Перед установкой ротора в ячейку убеждаются, что ротор прямой, его поверхность гладкая, отсутствуют вмятины, царапины и другие дефекты. Для ротора с опорой в нижней части конец должен быть заостренным и располагаться по центру вала. Несоответствующий указанным требованиям ротор следует отремонтировать или заменить.

9.4 Используя в качестве температуры испытания стандартного образца температурный профиль калибровки, указанный для прибора (или профиль охлаждения, указанный в ASTM D 3829), следуют инструкции по эксплуатации прибора по запуску программы профиля охлаждения.

Примечание 4 — При использовании температурного профиля калибровки за один день можно определить постоянные двух ячеек.

9.5 Помещают термометр в кожух. Используют одно и то же положение кожуха для всех измерений.

9.5.1 Помещают термометр в кожух не менее чем за 1 ч до проведения испытаний.

9.6 После выполнения температурного профиля проверяют соответствие конечной температуры испытания заданной температуре калибровки с точностью до ± 0,1 °С. Конечную температуру испытания проверяют с помощью термометра в кожухе независимо от регулятора температуры.

9.7 Выполняют следующую процедуру для каждой ячейки, начиная слева.

9.7.1 Выравнивают шкив относительно вала ротора в ячейке.

9.7.2 Закрепляют струну на синхронизирующем колесе.

9.7.3 Подвешивают держатель с грузом массой 10 г (общая масса 20 г) на струну.

9.7.4 Удаляют фиксатор.

9.7.5 Как только перекладина перестанет удерживаться фиксатором, снова вставляют его, что позволит остановить вращение ротора приблизительно на полуобороте.

9.7.6 Снимают держатель груза с грузом массой 10 г со струны.

9.7.7 Подвешивают на струну груз массой 150 г.

9.7.8 Удаляют фиксатор и после освобождения ротора включают таймер.

9.7.9 Определяют время трех оборотов ротора.

Примечание 5 — В некоторых приборах время измеряется автоматически.

9.7.10 После трех оборотов вставляют фиксатор и удаляют груз со струны.

9.7.11 Регистрируют время трех оборотов и номер ячейки.

9.8 Повторяют процедуры по 9.7.1—9.7.11 для каждой ячейки в порядке их номеров.

9.9 Повторяют процедуры по 9.3—9.8 для получения второго набора калибровочных данных.

9.10 Калибровочную постоянную для каждой ячейки (комбинации ротор/статор) вычисляют по следующим формулам:

$$t = (t_1 + t_2)/2; \quad (8)$$

$$C = \eta/t, \quad (9)$$

где t — среднеарифметическое значение времени трех оборотов ротора, с;

t_1 — время трех оборотов ротора для первой калибровки, с;

t_2 — время трех оборотов ротора для второй калибровки, с;

C — постоянная ячейки;

η — вязкость стандартного масла при температуре испытания, мПа · с (сП).

9.11 После определения постоянных калибровки проверяют наличие ячейки, у которой постоянная калибровки отличается более чем на 4 % от среднеарифметического значения постоянных всех ячеек или разность между t_1 и t_2 для любой ячейки более 4 % от среднеарифметического значения. При несоответствии этим критериям один или оба результата следует считать недостоверными. Если указанные критерии не выполняются, проверяют ротор такой ячейки на наличие повреждений, при необходимости его ремонтируют или заменяют и повторяют калибровку.

9.12 Если скорректированные значения температуры регулятора и термометра отклоняются более чем на предельное отклонение ± 0,1 °С, используют процедуру по Х2.2 приложения Х2 для установления причины отклонения и проводят корректировку.

10 Измерение предела текучести и кажущейся вязкости

10.1 Подготовка образца и ячейки

10.1.1 При необходимости очищают ячейку по 10.7.

10.1.2 В каждую чистую ячейку помещают по (10,0 ± 0,2) см^3 образца испытуемого масла.

10.1.2.1 В каждую ячейку с образцом устанавливают ротор. При несоответствии количества образцов количеству ячеек каждую неиспользуемую ячейку заполняют типовым маслом.

10.1.3 Заполнение ячейки маслом

В каждую ячейку с испытуемым маслом и типовым маслом устанавливают ротор и размещают верхнюю ось вращения.

10.1.4 При необходимости устанавливают крышки на все ячейки, включая ячейки с типовым маслом.

10.1.5 В каждую ячейку, кроме неиспользуемых, поверх перекладины вала ротора помещают петлю из струны номинальной длиной 700 мм. Закрепляют струну с грузом небольшой массы, прикрепленным, например, большой скрепкой для бумаг, на синхронизирующем колесе. Наматывают струну на вал до тех пор, пока она не будет свисать примерно на 100 мм ниже колеса. Не допускают перехлестывания витков при намотке.

Примечание 6 — Струны можно предварительно намотать на валы роторов до их установки по 10.1.3.

10.1.5.1 Устанавливают фиксатор для предотвращения вращения ротора.

10.1.5.2 Размещают оставшуюся часть струны на опорной пластине, позволяя струне свисать за пластиной.

10.1.5.3 Повторяют процедуры подготовки всех ячеек с образцами по 10.1.5—10.1.5.2.

10.1.6 Устанавливают крышку кожуха над ячейками.

10.1.7 Подают сухой газ к крышке кожуха, как указано в 6.5. Устанавливают расход сухого газа приблизительно 1 дм^3/ч. По необходимости увеличивают или уменьшают расход сухого газа для снижения образования наледи или конденсации влаги вокруг ячеек.

10.2 Выбирают профиль охлаждения для заданной температуры испытания и следуют инструкциям к прибору для запуска программы. В таблице Х1.3 приложения Х1 приведены номинальные значения времени для достижения конкретной температуры испытания.

10.3 Помещают термометр в кожух не менее чем за 1 ч до завершения испытания. Используют для всех измерений один и тот же кожух, который применяли при калибровке.

10.4 После завершения программы профиля охлаждения проверяют соответствие графика зависимости температуры испытания от времени температурному профилю охлаждения в пределах допустимого отклонения и соответствие температуры испытания, измеряемой в кожухе, конечной температуре испытания с предельным отклонением ± 0,2 °С. Обе проверки можно проводить автоматически с использованием контрольного программного обеспечения, включенного в некоторые приборы. Конечную температуру испытания проверяют независимо от регулятора температуры. Если при проведении двух последовательных испытаний конечная температура испытания превышает заданное значение более чем на 0,1 °С, температурный датчик следует повторно калибровать по 9.1.

10.5 Если температурный профиль находится в пределах допуска, проводят измерения, в противном случае испытание прекращают и повторно калибруют регулятор температуры по 9.1.

10.6 Измерение предела текучести и вязкости

10.6.1 Перед проведением измерений снимают крышку кожуха прибора.

10.6.2 Определение предела текучести

Используют поочередно приведенную ниже процедуру для каждой ячейки, начиная с крайней левой и пропуская неиспользуемые ячейки.

10.6.2.1 Выравнивают шкив относительно вала ротора ячейки.

10.6.2.2 Закрепляют струну на синхронизирующем колесе.

10.6.2.3 Подвешивают держатель груза массой 10 г на струну.

10.6.2.4 Для приборов с автоматическим измерением времени включают таймер отсчета времени и удаляют фиксатор. При ручном измерении времени начинают отсчет времени сразу после удаления фиксатора.

10.6.2.5 Отмечают перемещение перекладины более чем на 3 мм за 15 с (3 мм составляют приблизительно два диаметра перекладины). Можно следить за перемещением отметок на синхронизирующем колесе, соответствующем перемещению конца перекладины вала ротора на 3 мм.

10.6.2.6 Для визуального наблюдения можно использовать датчики движения с электронным или механическим устройством отсчета времени, присутствующие в некоторых приборах.

10.6.2.7 Если поворот ротора по 10.6.2.5 превышает 3 мм за 15 с, удаляют все грузы массой 10 г с конца струны и переходят к процедурам по 10.6.3.

10.6.2.8 Если поворот ротора по 10.6.2.5 менее 3 мм за 15 с, выключают таймер, приподнимают держатель груза и добавляют к держателю еще один груз массой 10 г.

Примечание 7 — После добавления к держателю дополнительных грузов подвешивают держатель вместе с грузами на струну и вновь включают таймер, не используя фиксатор при продолжении определения предела текучести. При использовании программного обеспечения прикладываемая масса должна соответствовать массе согласно программе.

10.6.2.9 Аккуратно подвешивают держатель с дополнительными грузами на струну и включают таймер.

10.6.2.10 Повторяют процедуры по 10.6.2.8 и 10.6.2.9 до начала вращения ротора под действием подвешенных грузов. Затем снимают со струны все грузы.

10.6.2.11 Если при суммарной нагрузке 100 г вращение не происходит, регистрируют предел текучести более 350 Па и переходят к процедурам по 10.6.3.

10.6.3 Определение вязкости

10.6.3.1 Аккуратно подвешивают на струну груз массой 150 г.

10.6.3.2 Если при освобождении перекладины от фиксатора подвешенный груз массой 150 г приводит в движение ротор, снова устанавливают фиксатор. Позволяют ротору вращаться до контакта перекладины с фиксатором, останавливающим вращение. Если не происходит заметного вращения, прекращают испытание и переходят к процедурам по 10.6.3.7.

Примечание 8 — Существуют масла с пределом текучести, превышающим предел текучести при воздействии груза массой 150 г.

10.6.3.3 При применении приборов с автоматической регистрацией времени вращения начинают измерение вязкости, включая таймер, а затем удаляют фиксатор. При ручном измерении времени включают таймер сразу после удаления фиксатора.

10.6.3.4 Выключают таймер после трех оборотов ротора с момента удаления фиксатора. Если время одного оборота более 60 с, определяют время только одного оборота.

Примечание 9 — Можно автоматически определять время трех оборотов.

10.6.3.5 После завершения трех оборотов (или одного оборота, если время превышает 60 с) снимают груз со струны.

10.6.3.6 Регистрируют время трех оборотов (или одного оборота) и количество для вычисления вязкости по разделу 11.

10.6.3.7 Если при приложении груза массой 150 г вращения не происходит, для данного образца результат регистрируют как «Слишком вязкий для измерения» (TVTM).

10.6.3.8 Повторяют процедуры по 10.6.2—10.6.3.7 для оставшихся ячеек с образцами.

10.7 Очистка

10.7.1 После окончания измерений подогревают прибор до температуры окружающей среды или немного выше. Не рекомендуется проводить очистку ячеек при температуре выше 55 °С.

10.7.2 После достижения требуемой температуры очистки выполняют следующие процедуры:

10.7.2.1 Удаляют струны, роторы и крышки у приборов с несъемными ячейками (при их использовании) и переходят к процедурам по 10.7.3.

10.7.2.2 Для приборов со съемными ячейками следуют инструкциям изготовителей приборов с несъемными ячейками или удаляют их из прибора. Удаляемые ячейки очищают по 10.7.3.

10.7.3 Очистка ячеек

10.7.3.1 Удаляют образцы масла из ячеек, используя вакуум.

10.7.3.2 Ополаскивают ячейки соответствующим растворителем не менее трех раз порциями по 15 $см^3$ для каждого ополаскивания. Затем ополаскивают ячейки один раз ацетоном.

10.7.3.3 Удаляют из ячеек остатки растворителя сильной струей сухого воздуха или вакуумом для предотвращения попадания загрязнений из воздуха. (**Предупреждение** — Ячейки продувают сильной струей чистого воздуха, не содержащего масло, воду и другие загрязнения, т. к. они могут их загрязнить. Воздух окружающей среды часто бывает загрязненным).

10.7.4 Роторы промывают подходящим растворителем образца и затем осушают.

11 Вычисление предела текучести и кажущейся вязкости

11.1 Вычисляют предел текучести Y_s, Па, по формуле

$$Y_s = 3{,}5M, \tag{10}$$

где M — приложенная масса, вызвавшая вращение ротора, г.

11.2 Вычисляют кажущуюся вязкость η_a, мПа · с (сП), используя постоянную вискозиметра C, по формуле

$$\eta_a = Ct\frac{3}{r}, \tag{11}$$

где C — постоянная вискозиметра;

t — время полных оборотов ротора (один или три) r, с;

r — число полных оборотов ротора.

12 Протокол испытаний

12.1 Кажущаяся вязкость и предел текучести

Для неиспользованных масел регистрируют конечную температуру испытаний, кажущуюся вязкость и предел текучести по методу А.

12.2 Предел текучести

Предел текучести регистрируют как значение нагрузки, при котором наблюдалось вращение ротора, например, если вращение наблюдалось при массе 20 г, регистрируют как предел текучести менее 70 Па (20 г × 3,5). Если ротор не вращался при приложении суммарной массы 100 г, регистрируют как предел текучести более 350 Па.

Примечание 10 — Если вращение наблюдалось при приложении нагрузки массой 10 г (минимальная масса), регистрируют как предел текучести менее 35 Па, а не 0 Па.

12.3 Кажущаяся вязкость

Регистрируют следующим образом:

12.3.1 Если кажущаяся вязкость менее 5000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость как менее 5000 мПа · с (сП).

12.3.2 Если кажущаяся вязкость находится в диапазоне от 5000 до 100000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость с точностью до 100 мПа · с (сП).

12.3.3 Если кажущаяся вязкость находится в диапазоне от 100000 до 400000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость с точностью до 1000 мПа · с (сП).

12.3.4 Если кажущаяся вязкость более 400000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость как более 400000 мПа · с (сП).

12.3.5 Если при приложении массы 150 г ротор не вращается для данного образца, результат регистрируют как «Слишком вязкий для измерения» (TVTM).

13 Прецизионность и смещение[4)]

13.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытаний для неиспользованных масел установлена по результатам статистического анализа межлабораторных исследований. Для термоэлектрически охлаждаемых MRV программа включала 10—11 образцов, испытанных в 7—9 лабораториях при температурах минус 25 °С, минус 30 °С, минус 35 °С и минус 40 °С. Для MRV с прямым охлаждением программа испытаний включала 20 образцов, испытанных в 6 лабораториях при температурах минус 25 °С, минус 30 °С, минус 35 °С и минус 40 °С. Эти образцы состояли из универсальных моторных и базовых масел, диапазон предела текучести которых составлял от 35 до 210 Па, а диапазон кажущейся вязкости — от 4300 до 270000 мПа · с.

Прецизионность метода испытаний отработанных масел для двигателей с искровых зажиганий установлена по результатам статистического анализа межлабораторных исследований при температурах минус 25 °С и минус 30 °С.

13.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 1, только в одном случае из 20.

Таблица 1 — Прецизионность

Наименование	Прецизионность	
	Повторяемость, Па	Воспроизводимость, Па
Предел текучести		
Неиспользованные масла	35	70
Использованные масла для двигателей с искровым зажиганием:		
- предел текучести ≤ 35 Па	35	35
- предел текучести > 35 Па	70	70
Кажущаяся вязкость		
Неиспользованные масла:		
- вязкость 4300—20000 мПа · с	6,3 % от среднеарифметического значения	8,2 % от среднеарифметического значения
- вязкость > 20000 мПа · с	7,5 % от среднеарифметического значения	14,6 % от среднеарифметического значения
Использованные масла для двигателей с искровым зажиганием:		
- предел текучести ≤ 35 Па	11 % от среднеарифметического значения	15 % от среднеарифметического значения
- предел текучести > 35 Па	25 % от среднеарифметического значения	34 % от среднеарифметического значения

13.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 1, только в одном случае из 20.

[4)] Подтверждающие данные хранятся в ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательских отчетов RR D02-1404, D02-1612, D02-1613 и D02-1654.

13.2 Смещение

13.2.1 Смещение для неиспользованных масел для двигателей с искровым зажиганием

Смещение не определено, т. к. отсутствует принятый эталонный материал для определения абсолютного смещения.

13.2.2 Относительное смещение

13.2.2.1 Предел текучести

Для масел с пределом текучести менее 105 Па значимое относительное смещение между результатами определения предела текучести по методам А и В отсутствует. Смещение для масел с пределом текучести более 105 Па не установлено.

13.2.2.2 Вязкость

Статистически значимое относительное смещение между результатами определения вязкости по методам А и В отсутствует.

13.2.3 Смещение для отработанных масел для двигателей с искровым зажиганием не определено из-за отсутствия принятых эталонных материалов, пригодных для определения смещения.

Метод В

14 Калибровка и стандартизация

14.1 Калибруют датчик температуры, присоединив его к регулятору температуры. Проверяют регистрируемую датчиком температуру по эталонному термометру, указанному в 6.3, не менее чем для трех значений температуры. Для комбинации датчика и регулятора температуры при построении калибровочной кривой измеряют температуру с интервалом не менее чем 5 °С.

Примечание 11 — Все значения температуры в настоящем стандарте относятся к фактической температуре, не обязательно показываемой прибором.

14.2 Калибровку каждой ячейки (для определения постоянной вискозиметра) проводят по стандартному образцу вязкости и приведенной ниже процедуре при температуре минус 20 °С.

14.2.1 Выполняют процедуры по 15.2—15.2.5.

14.2.2 Программируют регулятор температуры на охлаждение корпуса аппаратуры до температуры минус 20 °С в течение не более 1 ч и включают программу.

14.2.3 Выдерживают масло в ячейке при температуре минус (20,0 ± 0,2) °С не менее 1 ч, при необходимости проводят небольшую регулировку для поддержания температуры испытания.

14.2.4 По окончании выдерживания регистрируют температуру испытания и снимают крышку ячейки.

14.2.5 Выполняют процедуры по 15.3.1—15.3.3.

14.2.6 Выполняют процедуру по 15.4.1.

14.2.7 Повторяют процедуры по 14.2.5 и 14.2.6 для каждой оставшейся ячейки слева направо.

14.2.8 Вычисляют постоянную для каждой ячейки (комбинация ротор/статор) по формуле

$$C = \eta_o / T, \quad (12)$$

где C — постоянная вискозиметра при грузе массой 150 г, Па;

η_o — вязкость эталонного масла при температуре минус 20 °С, сП (мПа · с);

T — время трех полных оборотов, с.

14.2.9 Если калибровочная постоянная ячейки отклоняется более чем на 10 % от среднеарифметического значения ячеек, может возникнуть ошибка, связанная с работой ротора. В этом случае следует исследовать ротор на наличие повреждений и повторно калибровать прибор.

14.3 Если отклонение скорректированной температуры, показываемой регулятором температуры и термометром, превышает предельное отклонение, для определения ошибки следует обратиться к Х2.2 приложения Х2.

15 Проведение испытаний

15.1 Программируют регулятор температуры на контроль температуры блока вискозиметра, как указано в таблице Х1.1 или Х1.2 приложения Х1. Программируемая температура равна температуре по таблице Х1.1 или Х1.2 приложения Х1 плюс соответствующий поправочный коэффициент, определен-

ный по 14.1. В таблице Х1.3 приложения Х1 приведены интервалы времени, необходимые для достижения конкретной температуры испытания.

15.2 Подготовка испытуемого образца и ячейки

15.2.1 Удаляют из 9 ячеек роторы и проверяют чистоту роторов и ячеек, при необходимости очищают по 15.6.

15.2.2 В каждую ячейку помещают по (10,0 ± 1,0) $см^3$ образца масла.

15.2.3 Устанавливают роторы в соответствующие статоры и верхние оси вращения.

15.2.4 Помещают петлю из струны длиной 700 мм на перекладину на верхней части вала ротора и наматывают ее вокруг вала, оставляя конец длиной 200 мм. Не допускают перехлестывания струн. Складывают петлей оставшийся конец струны на крышке корпуса. Располагают ротор таким образом, чтобы конец перекладины на верхней части вала ротора указывал прямо вперед. Перекладину удерживают фиксатором, при его наличии. При ручном определении продолжительности вращения желательно окрасить один конец перекладины.

15.2.4.1 Струну можно заранее намотать вокруг вала ротора перед его установкой по 15.2.3.

15.2.5 Устанавливают крышку корпуса над ячейкой, чтобы снизить образование инея на холодных металлических деталях, контактирующих с воздухом. В некоторых климатических условиях может возникнуть необходимость обдувать крышку сухим газом (например, сухим воздухом или азотом), чтобы снизить образование инея.

15.2.6 Включают запрограммированный температурный профиль. При этом образцы масла будут нагреваться до температуры (80 ± 1) °С и выдерживаться при этой температуре в течение 2 ч для образования истинного раствора, который может не образовываться при температуре окружающей среды.

15.2.7 Затем охлаждают образцы в соответствии с программой охлаждения, как указано в 15.1.

15.2.8 После завершения температурного профиля температура аппарата должна соответствовать заданной температуре испытания с предельным отклонением ± 0,2 °С при измерении термометром, установленным в тот же кожух для термометра, который использовали при калибровке, а не регулятором температуры. Если температура аппарата находится в этом интервале, проводят измерение предела текучести и вязкости в течение 30 мин после завершения температурного профиля (15.3).

15.2.8.1 Если конечная температура аппарата на 0,2 °С—0,5 °С превышает заданную, доводят регулятором температуры температуру аппарата до заданного значения и перед проведением испытания выдерживают при этой температуре в течение 30 мин. Продолжительность корректировки температуры не должна превышать 1 ч. При этом получают достоверные результаты, в противном случае испытание считают недействительными.

15.2.8.2 Если конечная температура аппарата более чем на 0,2 °С ниже или более чем на 0,5 °С выше заранее выбранной, результат испытания для заранее выбранной температуры является недостоверным.

Только для информации — Предел текучести и вязкость можно измерять без дальнейшей регулировки температуры, полученные результаты будут характерны для фактической температуры, а не для установленной.

15.2.9 Если конечная температура, как указано в 15.2.8, отклоняется более чем на ± 0,2 °С, перед началом проведения следующего испытания следуют указаниям по Х2.2 приложения Х2.

15.2.10 При регистрации профиля охлаждения за пределами допуска приборами модели CMRV-4 и более поздними необходимо проверить правильность работы прибора. Для приборов более ранних моделей, чем CMRV-4, проверяют наличие температурных отклонений по Х2.2—Х2.4 приложения Х2.

15.3 Измерение предела текучести

15.3.1 Выполняют для каждой ячейки приведенную ниже процедуру, начиная с левой ячейки.

15.3.2 Выравнивают шкив относительно вала ротора ячейки таким образом, чтобы струна свисала с передней стороны корпуса прибора. Убеждаются, что грузы не задевают краев стенда во время испытания.

15.3.3 Снимают струну с верхнего опорного элемента и осторожно помещают ее на шкив таким образом, чтобы не задеть ячейку (при этом не позволяют валу ротора вращаться).

15.3.4 Следуют инструкциям изготовителя для конкретной модели прибора.

Примечание 12 — Пользователи прибора модели CMRV-4 и более поздней при определении предела текучести и вязкости могут проводить отсчет времени вручную, следуя инструкциям по 15.3.4.1 и 15.4.1.1.

Мини-ротационный вискозиметр модели CMRV-3 или более ранний

15.3.4.1 Визуально наблюдают за движением перекладины ротора (предел текучести не измеряют с помощью электронных оптических приборов).

15.3.4.2 Для приборов, не имеющих фиксаторов, осторожно, чтобы не нарушить гелевую структуру, на струну подвешивают груз массой 10 г и переходят к процедуре по 15.3.4.4.

15.3.4.3 Для приборов, снабженных фиксаторами, подвешивают на струну груз массой 10 г, затем удаляют фиксатор.

15.3.4.4 Если за 15 с конец перекладины ротора не переместился на расстояние не менее 3 мм (это соответствует приблизительно двум диаметрам перекладины или повороту на 13°), регистрируют, что образец имеет предел текучести, и переходят к процедуре по 15.3.4.5. При обнаружении движения регистрируют массу грузов и переходят к процедуре по 15.4.

15.3.4.5 Если для приборов без фиксаторов не обнаруживают движение, удерживают держатель с грузом, добавляют еще один груз массой 10 г и переходят к процедуре по 15.3.4.4. У приборов с фиксаторами его опускают для удерживания перекладины. Добавляют груз массой 10 г к держателю, поднимают фиксатор и переходят к процедуре по 15.3.4.4.

Мини-ротационный вискозиметр модели CMRV-4 или более поздний

15.3.4.6 Оператор должен следовать инструкциям на экране прибора по добавлению дополнительных грузов.

15.3.4.7 Для приборов с фиксаторами подвешивают на струну держатель с грузом, нажимают мигающую кнопку пуска и сразу поднимают фиксатор, затем следуют инструкциям, указанным на экране.

15.3.4.8 Если необходимо добавить груз, удерживают перекладину фиксатором, добавляют еще груз массой 10 г и следуют инструкциям на экране. Нажимают мигающую кнопку пуска и сразу поднимают фиксатор. Повторяют процедуру по инструкциям, указанным на экране. Переходят к процедуре по 15.4.

15.3.4.9 Для приборов без фиксаторов осторожно подвешивают и удерживают на струне держатель с грузом массой 10 г, не вызывая при этом резкого движения ротора, и следуют инструкциям на экране прибора. Нажимают мигающую кнопку пуска и сразу отпускают держатель с грузом.

15.3.4.10 При отсутствии движения осторожно увеличивают нагрузку. Добавляют еще груз массой 10 г, как указано на экране прибора, не натягивая струну, и следуют инструкциям на экране. Нажимают мигающую кнопку пуска и сразу отпускают держатель с грузом. Повторяют процедуру до набора требуемого дополнительного груза. Переходят к процедуре по 15.4.

Примечание 13 — При первом приложении нагрузки массой 10 г к некоторым маслам может произойти моментальное кратковременное движение перекладины. Если в течение 15 с движение перекладины не наблюдают, ее первоначальное движение не учитывают.

15.4 Измерение кажущейся вязкости

15.4.1 Кажущуюся вязкость измеряют, следуя инструкциям для конкретной модели прибора.

Мини-ротационный вискозиметр модели CMRV-3 или более ранней

15.4.1.1 Крепят к струне груз массой 150 г и медленно его подвешивают. Включают таймер в момент, когда перекладина вала ротора указывает прямо вперед, и продолжают отсчет времени в соответствии с приведенными ниже процедурами.

15.4.1.2 Если продолжительность первого полуоборота вала менее 10 с, измеряют и регистрируют время, необходимое для первых трех оборотов.

15.4.1.3 Если продолжительность первого полуоборота вала 10 с или более, регистрируют продолжительность первого оборота и идентифицируют как время для одного оборота.

15.4.1.4 Если продолжительность первого оборота более 60 с, прекращают испытание и регистрируют «более 60 с для одного оборота». Указывают, что кажущаяся вязкость превышает значение, вычисленное по 16.2.

15.4.1.5 Если продолжительность первых трех оборотов менее 4 с, регистрируют ее как «менее 4 с». Указывают, что кажущаяся вязкость менее значения, вычисленного по 16.2.

Мини-ротационный вискозиметр модели CMRV-4 или более поздней

15.4.1.6 Следуют инструкциям на экране, нажимают кнопку пуска и медленно подвешивают груз на струну. Отсчет времени автоматически начинается при первом движении. Не снимают груз, пока светодиодный индикатор (LED) вязкости на приборе не начнет вспыхивать. Время и значение вязкости отображаются на экране. Переходят к процедуре по 15.5.

15.5 Повторяют процедуры по 15.3—15.4 для каждой ячейки слева направо.

15.6 Очистка

15.6.1 После завершения испытаний отключают охлаждение ячеек и нагревают до температуры окружающей среды или выше, но не выше 50 °С.

15.6.2 Вынимают верхние оси вращения роторов и роторы.

15.6.3 С помощью вакуума удаляют образцы масла и несколько раз промывают ячейки растворителем, а затем два раза ацетоном. После каждого промывания удаляют остатки растворителя вакуумом и после последнего промывания позволяют ацетону полностью испариться.

15.6.4 Аналогичным способом промывают роторы.

16 Вычисление предела текучести и кажущейся вязкости

16.1 Вычисляют предел текучести Y_s, Па, по формуле

$$Y_s = 3{,}5M, \tag{13}$$

где M — масса испытуемого образца, г.

16.2 Используя постоянную вискозиметра C, вычисленную по формуле (12), вычисляют кажущуюся вязкость η_a, мПа · с (сП), по формуле

$$\eta_a = \frac{C\,t\,3}{r}, \tag{14}$$

где C — постоянная вискозиметра, вычисленная по формуле (12);

t — время полных оборотов ротора (один или три) r, с;

r — число полных оборотов ротора.

17 Протокол испытаний

17.1 Кажущаяся вязкость и предел текучести

Для неиспользованных масел регистрируют конечную температуру испытания или кажущуюся вязкость, или наличие предела текучести по методу В. Для использованных масел регистрируют кажущуюся вязкость и предел текучести по методу В.

17.2 Предел текучести

Регистрируют значение менее значения, при котором наблюдается вращение.

17.3 Кажущаяся вязкость

Регистрируют следующим образом:

17.3.1 Если кажущаяся вязкость менее 5000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость как менее 5000 мПа · с (сП).

17.3.2 Если кажущаяся вязкость находится в диапазоне от 5000 до 100000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость с точностью до 100 мПа · с (сП).

17.3.3 Если кажущаяся вязкость находится в диапазоне от 100000 до 400000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость с точностью до 1000 мПа · с (сП).

17.3.4 Если кажущаяся вязкость более 400000 мПа · с (сП), регистрируют кажущуюся вязкость как более 400000 мПа · с (сП).

17.3.5 При использовании программного обеспечения, фиксирующего три значения вязкости, регистрируют первое значение как кажущуюся вязкость по настоящему стандарту. При необходимости регистрируют все три значения, соблюдая их последовательность. Никогда не регистрируют среднеарифметическое значение этих трех значений.

18 Прецизионность и смещение[5)]

18.1 Прецизионность (для неиспользованных масел)

Прецизионность настоящего метода испытания, определенная статистическим анализом результатов межлабораторных исследований, следующая.

[5)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательских отчетов RR D02-1212, D02-1249, D02-1277 и D02-1517.

18.1.1 Предел текучести

Для результатов типа «выдерживает/не выдерживает» в настоящее время общепринятый метод определения прецизионности отсутствует.

18.1.2 Кажущаяся вязкость

18.1.2.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20. Повторяемость выражают в процентах от среднеарифметического значения кажущейся вязкости.

Температура испытания, °С	Повторяемость, % от среднеарифметического значения
минус 15	4,2
минус 20	7,3
минус 25	11,7
минус 30	9,3
минус 35	13,2
минус 40	19,8

18.1.2.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20. Воспроизводимость выражена в процентах от среднеарифметического значения кажущейся вязкости.

Температура испытания, °С	Воспроизводимость, % от среднеарифметического значения
минус 15	8,4
минус 20	12,1
минус 25	17,5
минус 30	18,4
минус 35	35,8
минус 40	34,1

18.1.3 Программа межлабораторных исследований включала:

- 9 образцов масел, испытанных при температуре минус 15 °С в 11 лабораториях;
- 9 образцов масел, испытанных при температуре минус 20 °С в 11 лабораториях;
- 18 образцов масел, испытанных при температуре минус 25 °С в 14 лабораториях;
- 9 образцов масел, испытанных при температуре минус 30 °С в 13 лабораториях;
- 6 образцов масел, испытанных при температурах минус 35 °С и минус 40 °С в 12 лабораториях.

18.2 Прецизионность (для отработанных масел для дизельных двигателей)

Прецизионность настоящего метода испытания, определенная статистическим анализом результатов межлабораторных испытаний, следующая.

18.2.1 Предел текучести

18.2.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20.

Температура испытания, °С	Повторяемость, Па
минус 20	1,735 (X + 1)
минус 25	1,014 (X + 1),

где X — среднеарифметическое значение, Па.

Примечание 14 — Если предел текучести не обнаружен (вращение ротора под воздействием груза массой 10 г), то X = 0.

18.2.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20.

Температура испытания, °С	Воспроизводимость, Па
минус 20	2,993 (X + 1)
минус 25	2,976 (X + 1),

где X — среднеарифметическое значение, Па.

18.2.2 Кажущаяся вязкость

18.2.2.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20. Повторяемость выражена в процентах от среднеарифметического значения кажущейся вязкости.

Температура испытания, °С	Повторяемость, % от среднеарифметического значения
минус 20	14,3
минус 25	10,3

18.2.2.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать следующие значения только в одном случае из 20. Воспроизводимость выражена в процентах от среднеарифметического значения кажущейся вязкости.

Температура испытания, °С	Воспроизводимость, % от среднеарифметического значения
минус 20	21,1
минус 25	20,8

18.2.2.3 Программа межлабораторных испытаний включала 9 лабораторий и 9 образцов масел при температурах испытания минус 20 °С и минус 25 °С. Отработанные масла включали образцы, слитые после моторных испытаний Mack T8, Mack T8E, Cummins M11-EGR и Mack T10, с содержанием нагара (измеренным с помощью термогравиметрического анализа) приблизительно от 5 % до 9 % [см. RR:D02-1517) — сноска 5), раздел 18].

18.3 Смещение

Смещение не установлено, т. к. принятый эталонный материал, пригодный для определения смещения для настоящего метода испытаний, отсутствует.

Приложения
(справочные)

X1 Температурные профили для температур испытания

X1.1 Температурные профили для температур испытания приведены в таблицах X1.1—X1.3.

Таблица X1.1 — Температурный профиль для температур испытания от минус 20 °С до минус 40 °С

Отрезок времени, ч:мин	Температура на отрезке времени[A]			Допустимое отклонение температуры[B], °С
	Начальная, °С, более	Конечная, °С, не более	Скорость изменения, °С/ч	
Номинально 0:20	20	80		±1,0
2:00	80	80		
Номинально 0:20	80	0		
Номинально 0:03	0	–3,0		
Номинально 0:07	–3,0	–4,0	8,5	±0,5
Номинально 0:10	–4,0	–5,0	6,0	±0,2
6:00	–5,0	–8,0	0,5	±0,2
36:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –20 °С[C]	–8,0	–20,0	0,33	±0,2
2:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –25 °С[C]	–20,0	–25,0	2,5	±0,2
2:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –30 °С[C]	–25,0	–30,0	2,5	±0,2
2:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –35 °С[C]	–30,0	–35,0	2,5	±0,2
2:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –40 °С[C]	–35,0	–40,0	2,5	±0,2

[A] Если используют систему сдвоенного контура управления, то заданные температуры бани должны быть на 5 °С ниже соответствующей требуемой температуры блока. Максимальная температура бани не должна превышать минус 5 °С.

[B] Обеспечение изменений температуры не более ± 0,1 °С улучшает прецизионность определения вязкости.

[C] Измерение предела текучести и кажущейся вязкости проводят в пределах 30 мин после достижения температуры испытания.

Таблица X1.2 — Температурный профиль для температур испытания минус 10 °С и минус 15 °С

Отрезок времени, ч:мин	Температура на отрезке времени[A]			Допустимое отклонение температуры[B], °С
	Начальная, °С, более	Конечная, °С, не более	Скорость изменения, °С/ч	
Номинально 0:20	20	80		±1,0
2:00	80	80		
Номинально 0:20	80	10		
Номинально 0:03	10	7,0		

Окончание таблицы X1.2

Отрезок времени, ч:мин	Температура на отрезке времени[A]			Допустимое отклонение температуры[B], °С
	Начальная, °С, более	Конечная, °С, не более	Скорость изменения, °С/ч	
Номинально 0:07	7,0	6,0	8,5	±0,5
Номинально 0:10	6,0	5,0	6,0	±0,2
6:00	5,0	2,0	0,5	±0,2
36:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –10 °С[C]	2,0	–10,0	0,33	±0,2
2:00 Данную температуру поддерживают при температуре испытания –15 °С[C]	–10,0	–15,0	2,5	±0,2

[A] Если используют систему сдвоенного контура управления, то заданные температуры бани должны быть на 5 °С ниже соответствующей требуемой температуры блока. Максимальная температура бани не должна превышать минус 5 °С.

[B] Обеспечение изменений температуры не более ± 0,1 °С улучшает прецизионность определения вязкости.

[C] Измерение предела текучести и кажущейся вязкости проводят в пределах 30 мин после достижения температуры испытания.

Таблица X1.3 — Номинальное время для достижения температуры испытания

Температура испытания, °С	Номинальное время, ч
–10	45
–15	47
–20	45
–25	47
–30	49
–35	51
–40	53

X2 Дополнительные сведения по эксплуатации

X2.1 Регулятор температуры является наиболее важной частью прибора для метода испытаний по настоящему стандарту. В системах, использующих жидкую среду для контроля температуры ячеек, для контроля температуры блока можно использовать систему одноконтурного программируемого регулятора. Для регулирования температуры можно использовать регулятор, имеющий диапазон пропорциональности регулирования с интегральным возвратом в исходное состояние и дифференциальным регулированием скорости изменения регулируемого значения, который называют PID-регулятор. Такой программируемый регулятор имеет один управляющий контур и один температурный датчик, обеспечивающие необходимую информацию для поддержания запрограммированной температуры. Он имеет внутренний таймер, который контролирует выполнение программы. Регулятор должен быть настроен так, чтобы в течение первых 2 ч 20 мин блок только нагревался в соответствии с температурным профилем, приведенным в таблице X1.1 или X1.2 приложения X1, или чтобы все ячейки равномерно нагревались.

В системах, использующих жидкую среду для контроля температуры ячеек, контроль температуры в течение оставшейся части температурного профиля осуществляется потоком хладагента. Эта система контроля должна иметь температурную чувствительность не менее 0,1 °С и обеспечивать изменение температуры с заданной скоростью. При оптимизации диапазона пропорциональности регулирования, интегрального (возврата в исходное состояние) и дифференциального (регулирования скорости изменения регулируемого значения) параметров регулирования отклонение от температурного профиля при рабочей температуре ниже минус 5 °С не должно превышать ± 0,2 °С. Датчиком температуры может быть платиновый термометр сопротивления, термисторный датчик или термопара. Предпочтителен платиновый термометр сопротивления или термисторный датчик. Температурный датчик диаметром 3,2 мм (1/8 дюйма) может быть установлен непосредственно в отверстие диаметром 1/8 дюйма, расположенное на задней стенке блока между ячейками № 4 и № 6. Температурный датчик также можно установить в одно из отверстий для термометра.

Примечание X2.1 — Датчик помещают в место осуществления температурного контроля. Если регулируют температуру подачи хладагента, температурный датчик следует установить в блок. Для регулирования температуры в бане датчик помещают в баню. Не следует регулировать температуру блока измерением температуры блока, регулируя при этом систему охлаждения. В системах, использующих непосредственное охлаждение (без внешней системы с циркулирующей жидкостью), температуру регулируют, изменяя температуру газа, охлаждающего блок. Данная система регулирования температуры должна иметь чувствительность не менее 0,1 °С и обеспечивать изменение температуры с заданной для данного испытания скоростью. Использование температурного датчика сопротивления (RTD) обеспечивает необходимую чувствительность и быстрый отклик, поэтому указанный датчик температуры встраивают в модуль регулирования температуры.

Примечание X2.2 — Желательно наличие регулятора встроенного отложенного запуска, т. к. это позволяет запускать температурный профиль без участия оператора.

X2.2 Если конечная температура отклоняется более чем на ± 0,2 °С, перед началом следующего испытания выполняют следующие действия.

X2.2.1 Проверяют калибровку термометра. Стеклянные жидкостные термометры проверяют по температуре таяния льда. Погрешность температуры таяния льда обычно указывает на наличие разрыва столбика жидкости в термометре.

X2.2.2 Проверяют точность температурного датчика регулятора температуры по 9.1 настоящего стандарта.

X2.2.3 Для приборов с наружной циркулирующей жидкостью выполняют следующие процедуры.

X2.2.3.1 Проверяют течение хладагента и его количество в резервуаре.

X2.2.3.2 При эксплуатации источников холода при температуре ниже минус 20 °С заменяют метанол при наличии в нем воды, на что указывают кристаллы льда в верхней части резервуара источника холода. Холодный метанол абсорбирует воду, что приводит к снижению его охлаждающей способности. В условиях повышенной влажности может потребоваться замена метанола 1 раз в месяц. Допускается использовать другой теплоноситель, аналогичный метанолу по вязкости и теплоемкости при установленной температуре бани.

X2.2.4 Проверяют надлежащую работу системы охлаждения согласно инструкции к прибору и рекомендациям изготовителя бани.

X2.2.5 При программировании вручную или использовании особого профиля исследуют программу температурного профиля на ошибку и вносят соответствующие поправки.

X2.3 Наиболее простым способом проверки калибровки жидкостного стеклянного термометра является проверка по температуре таяния льда. Можно использовать другие способы калибровки стеклянных жидкостных термометров и электронных датчиков температуры при их достаточной точности.

X2.4 В некоторых приборах программное обеспечение, регулирующее температуру, регистрирует температуру во время испытания. В других приборах датчик, подключенный к ленточному самописцу, может регистрировать превышение допустимых значений отклонения температуры, указанного в таблицах X1.1 и X1.2 приложения X1, и вводить соответствующие поправки.

X2.5 Проверяют, чтобы программа предварительного нагревания до температуры 80 °С продолжалась не менее 2 ч. В противном случае проводят корректировку согласно руководству пользователя или обращаются к изготовителю прибора.

Библиография

[1] Stambaugh R.L., and O'Mara J.H., Low temperature flow properties of engine oils, SAE Paper No. 821247 or 820509

[2] Shaub H., Smith M.F., Jr. and Murphy C.K., Predicting low temperature engine oil pumpability with the mini-rotary viscometer, SAE Paper No. 790732, published in SAE SP-460 and ASTM STP-621-S4

[3] Stewart R.M., Shaub H., Smith M.F., Jr. and Selby, T.W., Summary of ASTM activities on low temperature engine oil pumpability, SAE Paper No. 821206

[4] Smith M.F., Jr., Better prediction of engine oil pumpability through a more effective MRV cooling cycle, SAE Paper No. 831714

[5] Henderson K.O., Manning R.E., May C.J., and Rhodes R.B., New mini-rotary viscometer temperature profiles that predict engine oil pumpability, SAE Paper No. 850443

[6] ASTM Research Report D02-1442, Cold starting and pumpability studies in modern engines, ASTM International, W. Conshohocken, PA, 1999 (order and COLDSTART)

[7] Shaub, Harold, Editor, Oil flow studies at low temperature in modern engines, ASTM STP 1388, ASTM International, W. Conshohocken, PA, 2000

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 3829—12 Стандартный метод прогнозирования предельной температуры прокачиваемости моторного масла	—	*
ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий	IDT	ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
ISO Guide 34:2009 Общие требования к компетентности производителей эталонных материалов	—	*
ISO Guide 35:2006 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы аттестации	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.765:532.135:006.354 МКС 75.100 IDT

Ключевые слова: моторные масла, предел текучести, кажущаяся вязкость, низкие температуры, метод определения

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.08.2015. Подписано в печать 22.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,45. Тираж 37 экз. Зак. 3124.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru