МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32191–2013

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Определение вязкости вакуумным капиллярным вискозиметром

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 19 мая 2013 г. № 56-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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 2171–10 Standard test method for viscosity of asphalts by vacuum capillary viscometer (Стандартный метод определения вязкости битумов вакуумным капиллярным вискозиметром).

Стандарт разработан Комитетом ASTM D04 «Дорожные материалы».

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 ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандарты ASTM, 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.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 августа 2013 г. № 500-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32191–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

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, 2014

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

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

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ
Определение вязкости вакуумным капиллярным вискозиметром

Petroleum asphalts. Determination of viscosity by vacuum capillary viscometer

Дата введения – 2014 – 07 – 01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения вязкости нефтяного битума (битумного вяжущего) вакуумным капиллярным вискозиметром при температуре 60 °С (140 °F). Метод применим к материалам, имеющим вязкость в диапазоне от 0,0036 до более 20000 Па·с (от 0,036 до более 200000 пз).

Примечание 1 – Испытания по настоящему стандарту можно проводить при других температурах, однако точностные характеристики установлены только для определения вязкости битумного вяжущего при температуре 60 °С (140 °F).

1.2 Значения в единицах измерения системы СИ или дюймах-фунтах отдельно рассматривают как стандартные. Значения в каждой системе не могут быть точно эквивалентными, поэтому для каждой системы их следует использовать отдельно. Объединение значений разных систем может привести к несоответствию настоящему стандарту.

1.3 **Предупреждение** – Ртуть является веществом, поражающим центральную нервную систему, почки и печень. Ртуть или ее пары опасны для здоровья и вызывают коррозию материалов. Необходимо соблюдать меры предосторожности при хранении ртути и ртутьсодержащих изделий. Дополнительную подробную информацию можно получить в Спецификации допустимых безопасных материалов (MSDS), а также на сайте EPA (gost.e-ecolog.ru). Потребители должны знать, что продажа ртути или ртутьсодержащих материалов либо и того, и другого запрещена законодательством.

1.4 Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. 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)*.

ASTM E 1 Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM)

ASTM E 11 Specification for woven wire test sieve cloth and test sieves (Спецификация на контрольные сита и полотно для сита из плетеной проволочной сетки)

---

* Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru в службе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru В информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

ASTM E 77 Test method for inspection and verification of thermometers (Метод контроля и поверки термометров)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 **ньютоновская жидкость** (newtonian liquid): Жидкость, в которой скорость сдвига пропорциональна напряжению сдвига. Постоянная отношения напряжения сдвига к скорости сдвига является вязкостью жидкости. Если отношение не является постоянным, то жидкость неньютоновская.

3.2 **вязкость** (viscosity): Отношение приложенного напряжения сдвига к скорости сдвига называется коэффициентом вязкости. Этот коэффициент является мерой сопротивления течению жидкости. Обычно его называют вязкостью жидкости. Единицей вязкости в системе СИ является 1 Па·с (1 Н·с/м^2) и называется паскаль-секунда, в системе СГС – 1 г·с/см (1 дин·с/см^2) и называется пуаз (пз). 1 Па·с эквивалентен 10 пз.

4 Сущность метода

4.1 Измеряют время прохождения определенного объема жидкости вверх по капиллярной трубке в вакууме под постоянным контролем вакуума и температуры. Вязкость (Па·с) рассчитывают умножением времени истечения (с) на калибровочный коэффициент вискозиметра.

Примечание 2 – Скорость сдвига уменьшается, когда жидкость движется вверх по трубке. Она также может изменяться в зависимости от значения вакуума или размера вискозиметра. Следовательно, настоящий метод пригоден для измерения вязкости ньютоновских (простых) и неньютоновских (сложных) жидкостей.

5 Назначение и использование

5.1 Вязкость при температуре 60 °С (140 °F) характеризует текучесть и может быть использована в спецификациях на разжиженные битумы и битумные вяжущие.

6 Аппаратура и материалы

6.1 Вискозиметры капиллярного типа из закаленного боросиликатного стекла

6.1.1 Вакуумный вискозиметр Каннон-Маннинга (CMVV) (приложение X1).

6.1.2 Вакуумный вискозиметр института асфальта (AIVV) (приложение X2).

6.1.3 Модифицированный вакуумный вискозиметр Копперса (MKVV) (приложение X3).

6.1.4 Калиброванные вискозиметры можно приобрести у коммерческих поставщиков. Подробная информация по калибровке вискозиметров приведена в приложении X4.

Примечание3 – Значения вязкости, измеренные на CMVV, могут быть на 1 % – 5 % ниже, чем на AIVV или MKVV, имеющих тот же диапазон вязкости. Такое различие может быть результатом неньютоновского течения жидкости*.

* Результаты могут быть получены в ASTM International Headquarters по запросу исследовательского отчета RR:D04-1003.

6.2 Термометры

Калиброванные стеклянные жидкостные термометры (таблица X5.1, приложение X5), откорректированные с точностью 0,02 °С (0,04 °F), или любые другие устройства измерения температуры аналогичной точностью. Для определения кинематической вязкости при используемой температуре 60 °С (140 °F) подходят термометры ASTM типов 47С и 47F по ASTM E1.

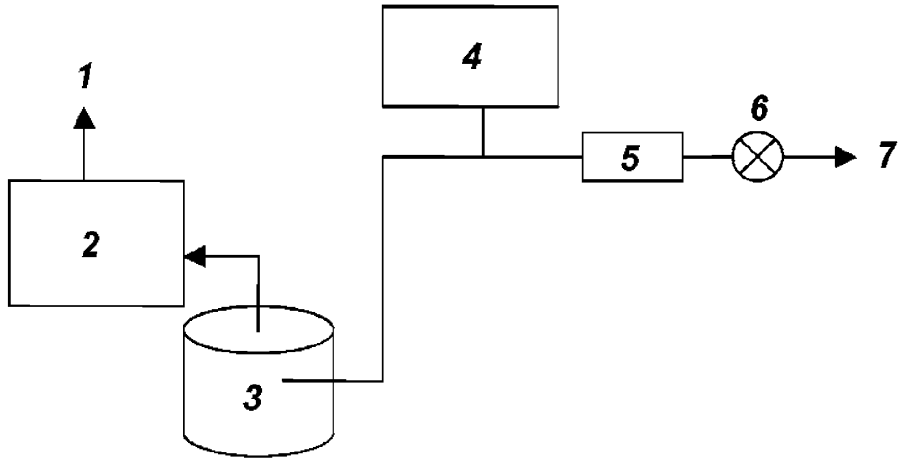
6.2.1 Указанные термометры калибруют на «полное погружение», т. е. столбик жидкости погружают в среду так, чтобы верхний уровень столбика жидкости находился на уровне поверхности измеряемой среды, а расширительная камера в верхней части термометра была при комнатной температуре. Не рекомендуется полное погружение термометра в жидкость. Когда термометры полностью погружены в жидкость, определяют и применяют поправки к показанию термометра для каждого отдельного термометра на основе калибровки на «полное погружение». Если термометр полностью погружен в баню во время использования, давление газа в камере расширения будет выше или ниже, чем при калибровке, и может привести к завышенным или заниженным показаниям термометра. Термометрические устройства для настоящего метода испытания калибруют не реже 1 раза в 6 мес.

6.2.2 Жидкостные стеклянные термометры периодически калибруют по методу, приведенному в ASTM E 77 (приложение X5).

6.3 Баня

Баня, обеспечивающая погружение вискозиметра таким образом, чтобы жидкость в резервуаре или верхней части капилляра была не менее чем на 20 мм ниже уровня жидкости в бане и можно было вести наблюдение за вискозиметром и термометром. Должны быть предусмотрены прочные опоры для вискозиметра. Эффективное перемешивание должно обеспечивать поддержание температуры бани 60 °С (140 °F) по высоте вискозиметра или между вискозиметрами в различных положениях бани с точностью ± 0,03 °С (± 0,05 °F).

6.4 Вакуумная система, способная поддерживать вакуум от требуемого уровня до 40,0 кПа (300 мм рт. ст.) с точностью ± 0,5 мм. Схематическое изображение системы приведено на рисунке 1. Используют трубки внутренним диаметром 6,35 мм (1/4 дюйма), все стыки герметизируют, чтобы при закрытой системе манометр не показывал снижения вакуума. Для создания вакуума подходит вакуумный или аспираторный насос. Систему для измерения вакуума для настоящего метода испытания стандартизуют не реже 1 раза в год.



1 – к вакуумному насосу; 2 – система контроля давления; 3 – буферный резервуар вместимостью 1 дм3; 4 – манометр; 5 – ловушка; 6 – переключающий кран; 7 – к вискозиметру

Рисунок 1 – Схема вакуумной системы для вакуумных капиллярных вискозиметров

7 Подготовка образца для испытаний

7.1 Осторожно нагревают образец, периодически перемешивая для обеспечения равномерного нагревания и гомогенизации, пока он не станет достаточно жидким, чтобы его можно было налить.

7.2 Помещают не менее 20 $см^3$ образца в подходящую емкость и нагревают до температуры (135 ± 5) °С [(275 ± 10) °F], периодически осторожно перемешивают для предотвращения локального перегрева и попадания воздуха

.

Примечание 4 — Если предполагают, что образец может содержать твердые вещества, пропускают расплавленный образец в емкость через сито с размером ячеек 300 мкм (№ 50) по ASTM E 11.

Примечание 5 — Очень вязкий или модифицированный образец битума нагревают в термостате до температуры (163 ± 5) °С [(325 ± 10) °F], чтобы образец стал достаточно жидким и была возможность его перемешать и налить.

8 Проведение испытания

8.1 При использовании вискозиметров разных типов испытания могут незначительно отличаться друг от друга. Подробные описания разных типов вискозиметров и инструкции по их использованию приведены в приложениях X1–X3. Однако во всех случаях следуют общей процедуре проведения испытания по 8.1.1–8.1.9.

8.1.1 Обеспечивают поддержание температуры бани при испытании с точностью ± 0,03 °С (0,05 °F). Используют необходимые корректировки по показаниям термометра.

8.1.2 Выбирают чистой сухой вискозиметр, обеспечивающий время истечения более 60 с, и нагревают до температуры (135 ± 5,5) °С [(275 ± 10) °F].

8.1.3 Подготовленный образец наливают в вискозиметр с точностью до ± 2 мм от линии заполнения *E* (см. рисунки 2–4).

8.1.4 Помещают заполненный вискозиметр в термостат или баню, нагретые до температуры (135,0 ± 5,5) °С [(275 ± 10) °F], и выдерживают в течение (10 ± 2) мин для удаления из образца крупных пузырьков воздуха.

8.1.5 Вынимают вискозиметр из термостата или бани и в течение 5 мин закрепляют вискозиметр вертикально в держателе в бане так, чтобы верхняя метка времени была ниже поверхности жидкости в бане не менее чем на 20 мм.

8.1.6 Устанавливают вакуум на (40,00 ± 0,07) кПа [(300 ± 0,5) мм рт. ст.] ниже атмосферного давления и подключают вакуумную систему к вискозиметру с закрытым краном переключения линии, ведущей к вискозиметру.

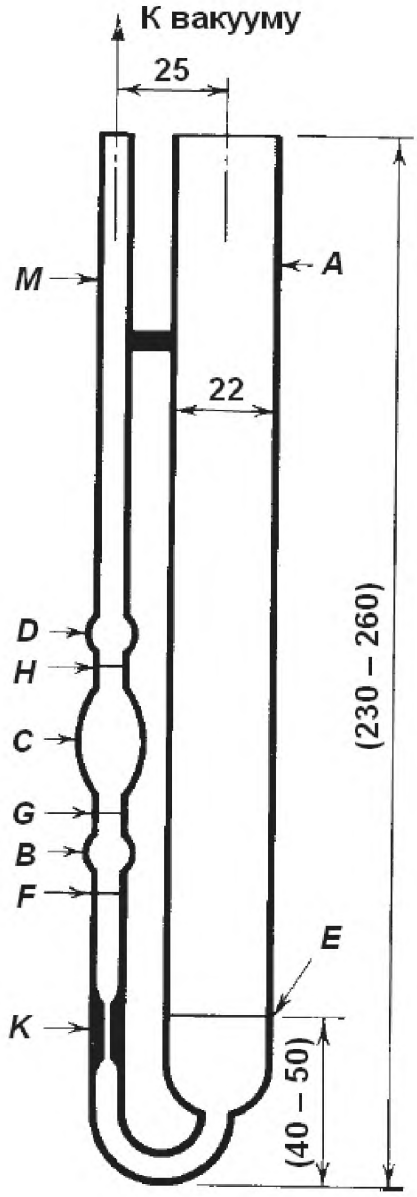
8.1.7 После выдерживания вискозиметра в бане в течение (30 ± 5) мин открывают кран подключения к вакуумной системе для заполнения вискозиметра битумом.

8.1.8 Время, необходимое для прохождения верхнего края мениска между последовательными парами меток времени, измеряют с точностью до 0,1 с. Записывают первое время истечения, превышающее 60 с, между двумя метками, отметив номера меток.

8.1.9 После завершения испытания очищают вискозиметр, тщательно ополаскивая его несколько раз соответствующим растворителем, полностью смешивающимся с образцом. Сушат трубку, пропуская через капилляр медленный поток профильтрованного сухого воздуха в течение 2 мин или до полного удаления растворителя. Вискозиметр можно очищать в стеклоочистительной печи при температуре не более 500 °С (932 °F) с последующим ополаскиванием дистиллированной водой, ацетоном без осадка и сушкой профильтрованным сухим воздухом. При образовании органических отложений вискозиметр периодически очищают, используя чистящий раствор сильной кислоты, тщательно промывают дистиллированной или деионизированной водой, ацетоном без осадка и сушат профильтрованным сухим воздухом.

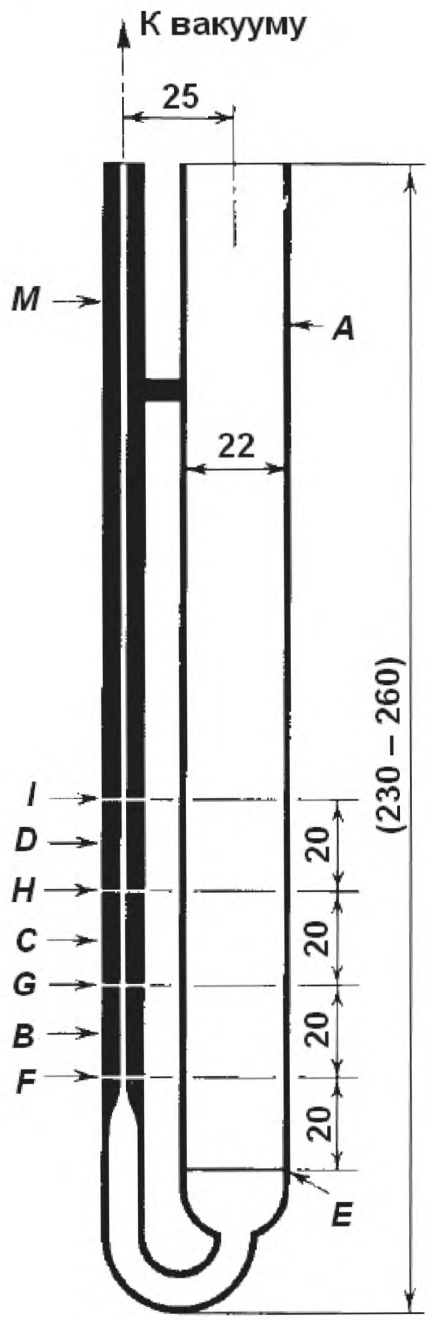
8.1.9.1 Чистящий раствор хромовой кислоты получают добавлением 800 $см^3$ концентрированной серной кислоты в раствор 92 г бихромата натрия в 458 $см^3$ воды, используя обычные меры предосторожности. Допускается использовать подобные чистящие растворы серной кислоты, имеющиеся в продаже. Вместо хромсодержащих растворов можно использовать сильноокисляющие кислоты, не содержащие хром, для исключения проблем очистки от хромсодержащих растворов.

8.1.9.2 Для очистки стекла не используют щелочные растворы, т. к. это может привести к изменению калибровки вискозиметра.



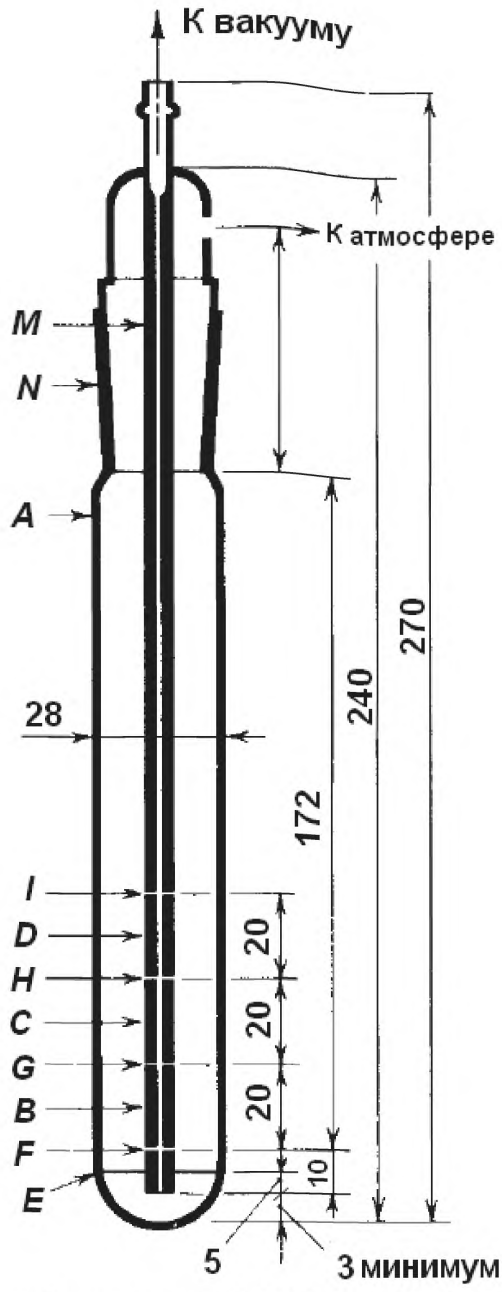
A – трубка заполнения; *B*, *C*, *D* – шарики; *E* – линия заполнения; *F* – первая метка времени; *G* – вторая метка времени; *H* – третья метка времени; *K* – капилляр; *M* – вакуумная трубка

Рисунок 2 – Вакуумный вискозиметр Кэннон-Мэннинга (CMVV)



A – трубка заполнения; *B*, *C*, *D* – шарики; *E* – линия заполнения; *F* – первая метка времени; *G* – вторая метка времени; *H* – третья метка времени; *I* – четвертая метка времени; *M* – вакуумная трубка

Рисунок 3 – Вакуумный вискозиметр института асфальта (AIVV)



A – трубка заполнения; *B*, *C*, *D* – шарики; *E* – линия заполнения; *F* – первая метка времени; *G* – вторая метка времени; *H* – третья метка времени; *I* – четвертая метка времени; *M* – вакуумная трубка; *N* – притертое стеклянное конусное соединение 24/40

Рисунок 4 – Модифицированный вакуумный вискозиметр Копперса (MKVV)

9 Вычисления

9.1 Выбирают калибровочный коэффициент, соответствующий паре меток времени, используемых для определения по 8.1.8. Вычисляют и записывают вязкость, Па·с, до трех значащих цифр по формуле

$$\text{Вязкость} = K\,t, \quad (1)$$

где K – выбранный калибровочный коэффициент, Па·с/с;

t – время истечения, с.

Примечание 6 – Если константа вискозиметра или калибровочный коэффициент K_{cgs} определен в единицах СГС (пз/с), вычисляют калибровочный коэффициент K_{si} в единицах СИ (Па·с/с) по формуле

$$K_{si} = \text{Па·с/с} = K_{cgs}/10 \text{ или (пз/с)}/10. \quad (2)$$

10 Отчет

10.1 Указывают результат измерения вязкости, температуру испытания и значение вакуума. Например, вязкость при температуре 60 °С (140 °F) и вакууме 40,0 кПа (300 мм рт.ст.) в паскалях в секунду.

11 Прецизионность и отклонение

11.1 Для оценки приемлемости результатов (с 95 %-ной вероятностью) используют следующие критерии (см. примечание 1).

11.1.1 Повторяемость – два результата испытания, полученные одним и тем же оператором с использованием одного и того же вискозиметра, следует рассматривать как сомнительные, если они отличаются более чем на 7 % от их среднеарифметического значения.

11.1.2 Воспроизводимость – результаты, представленные каждой из двух лабораторий, следует рассматривать как сомнительные, если они отличаются более чем на 10 % от их среднеарифметического значения.

11.2 Отклонение – отклонение не было определено, поскольку не существует соответствующего стандартного образца, пригодного для определения отклонения по настоящему методу.

Приложения Х
(справочные)

Х1 Вакуумный вискозиметр Каннон-Маннинга (CMVV)

Х1.1 Область применения

Х1.1.1 Вакуумный вискозиметр Каннон-Маннинга (CMVV) бывает одиннадцати размеров диапазоном от 0,0036 до 8000 Па·с (от 0,036 до 80000 пз) (таблица Х1.1). Вискозиметры размеров номеров от 10 до 14 наиболее пригодны для измерения вязкости битумного вяжущего при температуре 60 °С (140 °F).

Х1.2 Аппаратура

Х1.2.1 Пример конструкции вакуумных капиллярных вискозиметров Кэннон-Мэннинга приведен на рисунке 2 настоящего стандарта. Стандартные размеры, приблизительные калибровочные коэффициенты К для шариков и диапазоны измерения вязкости для вакуумных капиллярных вискозиметров Кэннон-Мэннинга приведены в таблице Х1.1.

Х1.2.2 Для вискозиметров всех размеров объем измерительного шарика С примерно в три раза больше объема шарика В.

Х1.2.3 Удобный держатель для вискозиметров можно сделать из резиновой пробки № 11, просверлив два отверстия диаметром 22 и 8 мм. Расстояние между центрами отверстий должно быть 25 мм. Разрезают резиновую пробку между отверстиями, а также между отверстием 8 мм и краем пробки. При помещении пробки с вискозиметром в отверстие крышки бани диаметром 50 мм (2 дюйма) пробка удерживает вискозиметр на месте. Такие держатели имеются в продаже.

Таблица Х1.1 - Стандартные размеры вискозиметров, приблизительные калибровочные коэффициенты К для шариков, диапазоны измерения вязкости вакуумных вискозиметров Кэннон-Мэннинга

Номер размера вискозиметра	Приблизительный калибровочный коэффициент $K^{A)}$ для шариков при вакууме 40 кПа (300 мм рт. ст.), Па·с/с (10·пз/с)		Диапазон измерения вязкости, Па·с[B)]	Диапазон измерения вязкости, пз·с[B)]
	Шарик *В*	Шарик *С*		
4	0,0002	0,00006	От 0,0036 до 0,08	От 0,036 до 0,8
5	0,0006	0,0002	От 0,012 до 0,24	От 0,12 до 2,4
6	0,002	0,0006	От 0,036 до 0,8	От 0,36 до 8
7	0,006	0,002	От 0,12 до 2,4	От 1,2 до 24
8	0,02	0,006	От 0,36 до 8	От 3,6 до 80
9	0,06	0,02	От 1,2 до 24	От 12 до 240
10	0,2	0,06	От 3,6 до 80	От 36 до 800
11	0,6	0,2	От 12 до 240	От 120 до 2400
12	2,0	0,6	От 36 до 800	От 360 до 8000
13	6,0	2,0	От 120 до 2400	От 1200 до 24000
14	20,0	6,0	От 360 до 8000	От 3600 до 80000

[A)] Точные калибровочные коэффициенты определяют по сертифицированным эталонным стандартам вязкости.

[B)] Диапазоны измерения вязкости соответствуют времени истечения от 60 до 400 с. Можно использовать большее время истечения (до 1000 с).

X2 Вакуумный вискозиметр института асфальта (AIVV)

X2.1 Область применения

X2.1.1 Доступны вакуумные вискозиметры института асфальта (AIVV) семи размеров диапазоном от 4,2 до 580000 Па·с (от 42 до 5800000 пз) (таблица X2.1). Вискозиметры размеров номеров от 50 до 200 лучше всего подходят для измерения вязкости битумного вяжущего вещества при температуре 60 °С (140 °F).

X2.2 Аппаратура

X2.2.1 Детали конструкции вакуумных капиллярных вискозиметров института асфальта (AIVV) приведены на рисунке 3 настоящего стандарта. Стандартные размеры, приблизительные радиусы капилляров, приблизительные калибровочные коэффициенты К для шариков и диапазоны измерения вязкости серии вакуумных капиллярных вискозиметров института асфальта (AIVV) приведены в таблице X2.1.

X2.2.2 Вискозиметр имеет измерительные шарики B, C, D, расположенные на вакуумной трубке M, которая является высокоточным стеклянным капилляром. Измерительные шарики – это капиллярные сегменты длиной 20 мм, разделенные метками времени F, G, H и I.

X2.2.3 Удобный держатель для вискозиметров можно сделать из резиновой пробки № 11, просверлив два отверстия диаметром 22 и 8 мм. Расстояние между центрами отверстий должно быть 25 мм. Разрезают резиновую пробку между отверстиями, а также между отверстием 8 мм и краем пробки. При помещении пробки с вискозиметром в отверстие крышки бани диаметром 50 мм (2 дюйма) пробка удерживает вискозиметр на месте. Такие держатели имеются в продаже.

Таблица X2.1 - Стандартные размеры вискозиметров, радиусы капилляров, приблизительные калибровочные коэффициенты K для шариков, диапазоны измерения вязкости вакуумных вискозиметров института асфальта (AIVV)

Номер размера вискозиметра	Приблизительный радиус капилляра	Приблизительный калибровочный коэффициент $K^{A)}$ для шариков при вакууме 40 кПа (300 мм рт. ст.), Па·с/с (10·пз/с)			Диапазон измерения вязкости, Па·с[B)]	Диапазон измерения вязкости, пз·с[B)]
		Шарик *B*	Шарик *C*	Шарик *D*		
25	0,125	0,2	0,1	0,07	От 4,2 до 80	От 42 до 800
50	0,25	0,8	0,4	0,3	От 18 до 320	От 180 до 3200
100	0,50	3,2	1,6	1,0	От 60 до 1280	От 600 до 12800
200	1,0	12,8	6,4	4,0	От 240 до 5200	От 2400 до 52000
400	2,0	50,0	25,0	16,0	От 960 до 20000	От 9600 до 200000
400R[C)]	2,0	50,0	25,0	16,0	От 960 до 140000	От 9600 до 1400000
800R[C)]	4,0	200,0	100,0	64,0	От 3800 до 580000	От 38000 до 5800000

A) Точные калибровочные коэффициенты определяют по сертифицированным эталонным стандартам вязкости.

B) Диапазоны измерения вязкости соответствуют времени истечения от 60 до 400 с. Можно использовать большее время истечения (до 1000 с).

C) Специальная конструкция для кровельных битумов имеет дополнительные метки на 5 и 10 мм выше метки *F* (см. рисунок 3 настоящего стандарта). При использовании этих меток максимальный диапазон измерения вязкости может быть увеличен по сравнению с использованием коэффициента калибровки шарика *B*.

X3 Модифицированный вакуумный вискозиметр Копперса (MKVV)

X3.1 Область применения

X3.1.1 Модифицированный вакуумный вискозиметр Копперса (MKVV) бывает пяти размеров диапазоном от 4,2 до 20000 Па·с (от 42 до 5800000 пз) (таблица X3.1). Размеры номеров от 50 до 200 наиболее пригодны для измерения вязкости битумного вяжущего при температуре 60 °С (140 °F).

X3.2 Аппаратура

X3.2.1 Детали конструкции модифицированных вакуумных вискозиметров Копперса (MKVV) приведены на рисунке 4 настоящего стандарта. Стандартные размеры, приблизительные радиусы капилляров, приблизительные калибровочные коэффициенты K для шариков и диапазоны измерения вязкости для модифицированных вакуумных вискозиметров Копперса (MKVV) приведены в таблице X3.1.

X3.2.2 Вискозиметр состоит из отдельной трубки заполнения и высокоточной стеклянной капиллярной вакуумной трубки M. Две трубки соединены стандартным притертым соединением N из боросиликатного стекла конусностью 24/40. Измерительные шарики B, C и D имеют капиллярные сегменты длиной 20 мм, разделенные метками времени F, G, H и I.

X3.2.3 Держатель вискозиметра можно сделать из резиновой пробки № 11, просверлив в ее центре отверстие диаметром 28 мм и разрезав пробку от отверстия до края. При помещении пробки с вискозиметром в отверстие крышки бани диаметром 50 мм (2 дюйма) пробка удерживает вискозиметр на месте.

Т а б л и ц а X3.1 – Стандартные размеры вискозиметров, радиусы капилляров, приблизительные калибровочные коэффициенты *K* для шариков, диапазоны измерения вязкости модифицированных вакуумных вискозиметров Копперса (MKVV)

Номер размера вискозиметра	Приблизительный радиус капилляра	Приблизительный калибровочный коэффициент $K^{A)}$ для шариков при вакууме 40 кПа (300 мм рт. ст.), Па·с/с (10·пз/с)			Диапазон измерения вязкости, Па·с$^{B)}$	Диапазон измерения вязкости, пз·с$^{B)}$
		Шарик B	Шарик C	Шарик D		
25	0,125	0,2	0,1	0,07	От 4,2 до 80	От 42 до 800
50	0,25	0,8	0,4	0,3	От 18 до 320	От 180 до 3200
100	0,50	3,2	1,6	1,0	От 60 до 1280	От 600 до 12800
200	1,0	12,8	6,4	4,0	От 240 до 5200	От 2400 до 52000
400	2,0	50,0	25,0	16,0	От 960 до 20000	От 9600 до 200000

A) Точные калибровочные факторы определяют по сертифицированным эталонным стандартам вязкости.

B) Диапазоны измерения вязкости соответствуют времени истечения от 60 до 400 с. Можно использовать большее время истечения (до 1000 с).

X4 Калибровка вискозиметров

X4.1 Область применения

X4.1.1 В настоящем приложении дана характеристика материалов и методов, используемых для калибровки и проверки калибровки вискозиметров по настоящему стандарту.

X4.2 Вспомогательные материалы

X4.2.1 Сертифицированные эталонные стандарты вязкости имеют приблизительную вязкость, указанную в таблице X4.1.

Таблица X4.1 – Стандарты вязкости

Стандарт вязкости	Приблизительная вязкость, Па·с, при температуре			Приблизительная вязкость, пз, при температуре		
	25 °C (77 °F)	40 °C (104 °F)	60 °C (140 °F)	25 °C (77 °F)	40 °C (104 °F)	60 °C (140 °F)
N30000	80	–	4,7	800	–	47
N190000	520	140	33	5200	1400	330
N2700000	5300	–	340	53000	–	3400
S30000	71	20	–	710	200	–

X4.3 Калибровка

X4.3.1 Калибровку вакуумного вискозиметра проводят с помощью стандарта вязкости следующим образом.

X4.3.1.1 Выбирают по таблице X4.1 стандарт вязкости, имеющий минимальное время истечения 60 с при температуре калибровки.

X4.3.1.2 Заполняют чистый сухой вискозиметр, заливая образец в пределах ± 2 мм от линии заполнения *E* (рисунки 2–4 настоящего стандарта).

X4.3.1.3 Помещают заполненный вискозиметр в баню, обеспечивающую поддержание заданной температуры калибровки с точностью ± 0,01 °C (± 0,02 °F).

X4.3.1.4 Устанавливают в вакуумной системе вакуум (40,0 ± 0,07) кПа [(300 ± 0,5) мм рт. ст.] и подключают вакуумную систему к вискозиметру с закрытым краном переключения или закрытым краном в линии, ведущей к вискозиметру.

X4.3.1.5 После выдерживания вискозиметра в бане в течение (30 ± 5) мин запускают течение стандарта вязкости в вискозиметре, открыв кран переключения линии вакуумной системы.

X4.3.1.6 Измеряют с точностью до 0,1 с время, необходимое фронту мениска, чтобы пройти между метками времени *F* и *G*. Измеряют секундомером с точностью до 0,1 с время, необходимое фронту мениска, чтобы пройти между метками времени *G* и *H*. Если прибор содержит дополнительные метки времени, таким же способом определяют время истечения для каждого следующего шарика.

X4.3.1.7 Вычисляют калибровочный коэффициент K для каждого шарика по формуле

$$K = \eta\, t, \qquad \text{(X4.1)}$$

где K – калибровочный коэффициент для шарика вискозиметра при 40 кПа (300 мм рт. ст), Па·с/с;

η – вязкость стандарта вязкости при калибровочной температуре, Па·с;

t – время истечения, с.

X4.3.1.8 Повторяют процедуру калибровки с использованием тех же или других стандартов вязкости. Записывают средний калибровочный коэффициент K для каждого шарика.

Примечания

1 Значения параллельных определений калибровочного коэффициента K для каждого шарика должны быть в пределах 2 % их среднеарифметического значения (примечание 2).

2 Калибровочные коэффициенты для шариков не зависят от температуры.

X4.3.2 Калибровку вакуумного вискозиметра проводят, используя стандартный вакуумный вискозиметр, следующим образом.

X4.3.2.1 Выбирают любой нефтяной битум с временем истечения не менее 60 с. Выбирают стандартный вискозиметр с известными значениями калибровочных коэффициентов для каждого шарика.

Х4.3.2.2 Устанавливают стандартный вискозиметр вместе с калибруемым вискозиметром в той же бане при температуре 60 °С (140 °F) и определяют значение времени истечения битума по методике, описанной в 8.1 настоящего стандарта.

Х4.3.2.3 Калибровочный коэффициент К для каждого шарика вычисляют по формуле

$$K_1 = (t_2 K_2)/t_1, \qquad (X4.2)$$

где К1 – калибровочный коэффициент для шарика калибруемого вискозиметра;
t2 – время истечения соответствующего шарика стандартного вискозиметра, с;
К2 – калибровочный коэффициент для шарика стандартного вискозиметра;
t1 – время истечения шарика калибруемого вискозиметра, с.

Х5 Определение нулевой точки и повторная калибровка стеклянных жидкостных термометров кинематической вязкости

Х5.1 Для обеспечения точности до ± 0,02 °С (± 0,04 °F) для калиброванных жидкостных стеклянных термометров кинематической вязкости проверяют нулевую точку и вводят поправки к наблюдаемой нулевой точке. Интервал проверки не должен превышать 6 мес; для новых термометров проверку проводят ежемесячно в течение первых 6 мес.

Х5.2 Подробная методика измерения нулевой точки и повторной калибровки термометров описана в ASTM E 77 (раздел 6.5). Методика калибровки ртутного стеклянного термометра для определения кинематической вязкости (таблица Х5.1) может не распространяться на другие типы термометров.

Х5.2.1 Снимают показания нулевой точки жидкостных стеклянных термометров кинематической вязкости не ранее чем через 3 мин после того, как термометр находился при температуре испытания приблизительно 60 мин. Показание нулевой точки записывают с точностью до 0,01 °С (0,02 °F).

Таблица Х5.1 – Термометры для определения кинематической вязкости A)

Погрешность шкалы при контрольной температуре B)		Номер термометра	
°С	°F	ASTM C)	IP D)
20 и 21,1	68 и 70	44 C, F	29C, F
25	77	45C, F	30C, F
30	86	118C, F	–
37,8	100	28F	31C, F
40	–	120C	–
50	122	46C, F	66C, F
54,4	130	29F	34C, F
60	140	47C, F	35C, F
82,2	180	48F	90C, F
93,3	200	–	36C, F
98,9 и 100	210 и 212	30F	32C, F
100	–	121F	–
135	275	110C, F	–

A) Минимальная цена деления термометров со шкалой Цельсия составляет 0,05 °С, термометров со шкалой Фаренгейта – 0,1 °F.

B) Погрешность термометров со шкалой Цельсия не должна превышать ± 0,1 °С, для термометров Фаренгейта - ± 0,2 °F (за исключением ASTM 110F, погрешность которого ± 0,3 °F). Эти значения погрешности термометров применяют только при данной температуре испытания.

C) Подробные детали конструкции приведены в ASTM E 1.

D) Подробные детали конструкции приведена в первой части стандартов IP для нефти и нефтепродуктов.

Х5.2.2 Выбирают чистые кусочки льда желательно из дистиллированной или чистой воды. Не используют любые мутные или дефектные куски. Промывают лед дистиллированной водой и измельчают, избегая прямого контакта с руками или химически загрязненными объектами. Заполняют сосуд Дьюара колотым льдом и добавляют в достаточном количестве дистиллированную и желательно охлажденную воду до образования талого снега так, чтобы не было плавающего льда. После того как лед растает, сливают часть воды и добавляют еще измельченного льда. Вставляют термометр в лед, аккуратно обкладывая корпус, на глубину ниже 0 °С (32 °F) примерно на одно деление шкалы. По мере таяния добавляют лед вокруг термометра.

Х5.2.3 Не ранее чем через 3 мин аккуратно вынимают термометр и снимают показания. Последовательные показания, снятые не менее чем через 1 мин, должны отличаться не более чем на одну десятую цены деления.

Х5.2.4 Записывают значение температуры нулевой точки и сравнивают ее со значением предыдущей калибровки. Если значение показания термометра выше или ниже значения показания предыдущей калибровки, значение показаний термометра для всех других температур соответственно увеличивают или уменьшают.

Х5.2.5 Методику определения нулевой точки, приведенную в Х5.1–Х5.2.4, используют для повторной калибровки жидкостных стеклянных термометров кинематической вязкости. Повторная полная калибровка термометра для обеспечения требуемой точности термометра такой конструкции не требуется.

Х5.3 Термометры кинематической вязкости хранят в вертикальном положении, чтобы избежать разрыва столба жидкости.

Х5.4 Считывают значение показания термометра с точностью до 1/5 деления шкалы, используя увеличительное стекло. Поскольку такие термометры, как правило, применяют в банях для определения кинематической вязкости (которые имеют обзорное окошко в передней стенке), для снятия показаний термометра его погружают в жидкость так, чтобы верхняя часть столба жидкости термометра находилась на 5 – 15 мм ниже уровня жидкости в бане. Расширительная камера в верхней части термометра должна находиться выше крышки термостатирующей бани. Если расширительная камера находится при температуре, отличающейся от температуры окружающей среды, результаты измерения могут содержать значительную ошибку. Эта ошибка может быть в пределах 1–2 делений шкалы. Для снятия показаний до 1/5 деления шкалы используют увеличительное стекло.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственным стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM E 1–07 Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM	–	*
ASTM E 11–09 Спецификация на контрольные сита и полотно для сита из плетеной проволочной сетки	–	*
ASTM E 77–07 Метод контроля и поверки термометров	–	*
*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.		

УДК 665.775:006.354 МКС 75.140 IDT

Ключевые слова: нефтяные битумы, вязкость, вакуумный капиллярный вискозиметр

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 739.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru