ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53708— 2009

Нефтепродукты

ЖИДКОСТИ ПРОЗРАЧНЫЕ И НЕПРОЗРАЧНЫЕ

Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

Издание официальное

БЗ 1—2010/1047

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН 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 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1148-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 445—06 «Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и расчет динамической вязкости)» (ASTM D 445—06 «Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity)»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2010

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 . . . 2
3 Термины и определения . . . 3
4 Сущность метода . . . 3
5 Значение и использование . . . 3
6 Аппаратура . . . 4
7 Реактивы и материалы . . . 5
8 Сертифицированные эталонные стандарты вязкости . . . 5
9 Калибровка и поверка (верификация) . . . 6
10 Общая процедура определения кинематической вязкости . . . 6
11 Определение вязкости прозрачных жидкостей . . . 7
12 Определение вязкости непрозрачных жидкостей . . . 7
13 Очистка вискозиметра . . . 9
14 Расчеты . . . 9
15 Запись результатов . . . 10
16 Протокол испытаний . . . 10
17 Прецизионность . . . 10
Приложения (обязательные) . . . 12
А1 Типы вискозиметров и сертифицированные эталонные стандарты вязкости . . . 12
А2 Термометры для определения кинематической вязкости . . . 14
А3 Точность таймера . . . 17
А4 Расчет интервалов допускаемых отклонений для определения соответствия сертифицированному эталонному веществу . . . 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нефтепродукты

ЖИДКОСТИ ПРОЗРАЧНЫЕ И НЕПРОЗРАЧНЫЕ

Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

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

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

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

Примечания

1 При определении кинематической вязкости прозрачных жидкостей и кинематической вязкости битумов следует также использовать методы испытаний АСТМ Д 2170 и АСТМ Д 2171.

2 ИСО 3104 соответствует методу испытания АСТМ Д 445.

1.2 Результаты, полученные настоящим методом испытания, зависят от поведения испытуемого образца. Настоящий метод предназначен для применения к жидкостям, у которых напряжение сдвига и скорость сдвига пропорциональны друг другу (поведение ньютоновских жидкостей).

Если вязкость значительно меняется в зависимости от скорости сдвига, то на вискозиметрах с разными диаметрами капилляров могут быть получены разные результаты. Настоящий метод включает определение кинематической вязкости и значений прецизионности для остаточных жидких топлив, которые в тех же самых условиях обнаруживают свойства неньютоновских жидкостей.

1.3 Настоящий метод охватывает диапазон кинематической вязкости от 0,2 до 300000 мм^2/с (таблица А1.1, приложение А1) при всех значениях температуры (6.3 и 6.4). Прецизионность была определена только для тех продуктов, кинематическая вязкость и температура которых находится в диапазонах, указанных в разделе 17.

1.4 Величины, указанные в единицах СИ, должны рассматриваться как стандартные.

1.5 Настоящий стандарт не ставит своей целью решение всех проблем техники безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за разработку необходимых мер техники безопасности и охраны здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки[1)]

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты[2)]:

АСТМ Д 446 Спецификации и рабочие инструкции на стеклянные капиллярные вискозиметры для определения кинематической вязкости (ASTM D 446, Specifications and operating instructions for glass capillary kinematic viscometers)

АСТМ Д 1193 Спецификация на воду-реактив (ASTM D 1193, Specification for reagent water)

АСТМ Д 1217 Метод определения плотности и относительной плотности (удельного веса) жидкостей пикнометром Бингама (ASTM D 1217, Test method for density and relative density (specific gravity) of liquids by Bingham pycnometer)

АСТМ Д 1480 Определение плотности и относительной плотности (удельного веса) вязких материалов пикнометром Бингама (ASTM D 1480, Test method for density and relative density (specific gravity) of viscous materials by Bingham pycnometer)

АСТМ Д 1481 Определение плотности и относительной плотности (удельного веса) вязких материалов бикапиллярным пикнометром Липкина (ASTM D 1481, Test method for density and relative density (specific gravity) of viscous materials by Lipkin bicapillary pycnometer)

АСТМ Д 2162 Руководство по основной калибровке эталонных вискозиметров и стандартов (стандартных веществ) для определения вязкости нефтепродуктов (ASTM D 2162, Practice for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards)

АСТМ Д 2170 Метод определения кинематической вязкости асфальтов (битумов) [ASTM D 2170, Test method for kinematic viscosity of asphalts (bitumens)]

АСТМ Д 2171 Метод определения вязкости асфальтов вакуумным капиллярным вискозиметром (ASTM D 2171, Test method for viscosity of asphalts by vacuum capillary viscometer)

АСТМ Д 6071 Определение низкой концентрации натрия в воде высокой чистоты методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием графитовой печи (ASTM D 6071, Test method for low level sodium in high purity water by graphite furnace atomic absorption spectroscopy)

АСТМ Д 6074 Руководство по определению характеристик углеводородных базовых смазочных масел (ASTM D 6074, Guide for characterizing hydrocarbon lubricant base oils)

АСТМ Д 6617 Руководство по определению лабораторного отклонения с использованием результата единичного испытания стандартного материала (ASTM D 6617, Practice for laboratory bias detection using single test result from standard material)

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

АСТМ Е 77 Метод поверки (верификации) и калибровки стеклянных жидкостных термометров (ASTM E 77, Test method for inspection and verification of thermometers)

ИСО 3104 Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости (ISO 3104, Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity)

ИСО 3105 Стеклянные капиллярные вискозиметры для определения кинематической вязкости. Спецификация и инструкции по эксплуатации (ISO 3105, Glass capillary kinematic viscometers — Specification and operating instructions)

ИСО 3696 Вода для использования в аналитических лабораториях. Спецификация и методы испытаний (ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

ИСО 5725 Точность (правильность и прецизионность) методов измерений и результатов (ISO 5725, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results)

[1)] По ссылкам на стандарты АСТМ следует обращаться на сайт gost.e-ecolog.ru службу АСТМ по электронной почте gost.e-ecolog.ru информацией, содержащейся в сборниках стандартов АСТМ, необходимо обращаться на сводную страницу документации стандартов, находящуюся на сайте АСТМ.

Американский национальный институт стандартов (ANSI), 25W 43-я улица, 4 этаж, Нью-Йорк NY 10036. Национальный институт стандартов и технологий (NIST), 100 Bureau Dr., Stop 3460, Gaithersburg, MD 20899-3460.

[2)] Соответствующие национальные стандарты отсутствуют. До их утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данных стандартов. Перевод данных стандартов находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

ИСО 9000 Стандарты управления качеством и гарантии качества. Руководство по выбору и использованию (ISO 9000, Quality management and quality assurance standards — Guidelines for selection and use)

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

NIST Техническое указание 1297 Руководство по оценке и представлению неопределенности результатов измерений NIST (NIST Technical note 1297, Guideline for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurement results)

NIST GMP 11

NIST Special Publication 819

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **автоматический вискозиметр** (automated viscometer): Аппарат, в котором частично или полностью механизирована одна или несколько процедур, указанных в разделах 11 и 12, без изменения принципа или метода основного аппарата ручного типа. Размеры, конструкция и рабочие характеристики основных элементов те же, что и в ручном аппарате. Результаты измерения этим аппаратом не требуют поправки для установления корреляции с основным прибором ручного типа. Прецизионность автоматического прибора должна быть такой же или выше, чем у аппарата ручного типа.

3.1.1 Автоматические вискозиметры способны имитировать некоторые операции метода испытания, сокращая или исключая необходимость ручного вмешательства или интерпретации. Аппараты, на которых определяют кинематическую вязкость физическими способами, отличными от используемых в настоящем методе испытания, не рассматриваются как автоматические вискозиметры.

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

3.3 **динамическая вязкость** (dynamic viscosity): Соотношение между приложенным напряжением сдвига и скоростью сдвига жидкости.

3.3.1 Это соотношение иногда называют коэффициентом динамической вязкости или просто вязкостью. Таким образом, динамическая вязкость является мерой сопротивления истечению или деформации жидкости.

3.3.2 Термин «динамическая вязкость» в другом контексте может быть использован для обозначения количественной характеристики частотной зависимости, в которой скорость сдвига и напряжение сдвига имеют синусоидальную зависимость от времени.

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

3.4.1 Для течения жидкости под действием силы тяжести в условиях данного гидростатического давления гидравлический напор жидкости должен быть пропорциональным ее плотности ρ.

Для любого вискозиметра время истечения определенного объема жидкости прямо пропорционально ее кинематической вязкости $\nu = \eta / \rho$, где η — коэффициент динамической вязкости.

4 Сущность метода

4.1 Определяют время истечения определенного объема жидкости под воздействием силы тяжести через капилляр калиброванного вискозиметра при воспроизводимом напоре и строго контролируемой и известной температуре. Кинематическую вязкость находят как произведение измеренного времени истечения и постоянной калибровки вискозиметра.

Необходимы два таких определения для получения среднего значения кинематической вязкости как результата ее определения.

5 Значение и использование

5.1 Многие нефтепродукты и некоторые ненефтяные материалы используют как смазочные материалы, и правильная эксплуатация оборудования зависит от значения вязкости применяемых жидкостей.

Кроме того, вязкость многих нефтяных топлив важна для их правильного хранения, транспортирования и условий эксплуатации. Таким образом, точное определение вязкости является важным для многих спецификаций на продукты.

6 Аппаратура

6.1 Вискозиметры. Используют только калиброванные стеклянные капиллярные вискозиметры, способные измерять кинематическую вязкость в пределах прецизионности, указанной в разделе 17.

6.1.1 В таблице А1.1 приведены типы вискозиметров, отвечающих требованиям АСТМ Д 446 или ИСО 3105. При этом для испытания можно использовать не только вискозиметры, указанные в таблице А1.1 (см. приложение А1).

6.1.2 Автоматические вискозиметры. Автоматические аппараты можно использовать тогда, когда они имитируют физические условия, операции или процессы аппаратов ручного типа, которые они заменяют. Любой вискозиметр, устройство для измерения и контроля температуры, баня с контролируемой температурой или устройство для измерения времени, встроенные в автоматический аппарат, должны отвечать спецификации на эти компоненты, как установлено в настоящем разделе.

Допускается время истечения менее 200 с, однако при этом необходимо применять поправку на кинетическую энергию в соответствии с АСТМ Д 446 (раздел 7). Поправка на кинетическую энергию не должна превышать 3 % измеренной вязкости.

Автоматические вискозиметры должны обладать способностью определять кинематическую вязкость аттестованного стандартного образца в пределах, установленных в 9.2.1 и разделе 17.

Примечание — Прецизионность и отклонение измерений кинематической вязкости для времени истечения менее 200 с не определялись. Неизвестно, можно ли прецизионность, установленную в разделе 17, считать обоснованной для измерений кинематической вязкости с временем истечения менее 200 с.

6.2 Держатели вискозиметров. Держатели вискозиметров используют для обеспечения строго вертикального положения вискозиметров с отклонением от вертикали в пределах 1° во всех направлениях, чтобы верхний мениск был расположен непосредственно над нижним мениском.

Вискозиметры, верхний мениск которых отклоняется по вертикали от нижнего мениска, должны быть подвешены вертикально с отклонением не более 0,3° во всех направлениях (АСТМ Д 446 и ИСО 3105).

6.2.1 Вискозиметры следует помещать в бане с постоянной температурой таким же способом, как при калибровке и как установлено в сертификате калибровки (АСТМ Д 446, Рабочие инструкции в приложениях А1, А2 и А3). Для вискозиметров с L-трубкой (АСТМ Д 446), удерживаемых в вертикальном положении, вертикальность должна быть подтверждена путем использования:

1) держателя, гарантирующего вертикальное положение трубки L, или

2) отвеса с пузырьком уровня, установленного на стержне на входе в трубку L, или

3) отвеса, подвешенного в центре трубки L, или

4) других внутренних поддерживающих устройств, предусмотренных в бане с постоянной температурой.

6.3 Баня с контролируемой температурой. Используют баню достаточной глубины с прозрачной жидкостью, чтобы в любой момент измерения времени истечения любая часть образца в вискозиметре находилась не менее чем на 20 мм ниже уровня жидкости в бане и не менее чем на 20 мм над дном бани.

6.3.1 Контроль температуры. Следует обеспечить такой контроль за температурой жидкости в бане для каждой серии измерений времени истечения, чтобы в диапазоне от 15 °С до100 °С температура среды в бане отклонялась не более чем на ± 0,02 °С от выбранной температуры по всей длине вискозиметра, между положениями каждого вискозиметра и в месте расположения термометра. Для температуры вне этого предела отклонение от заданной температуры не должно превышать ± 0,05 °С.

6.4 Устройство для измерения температуры в пределах от 0 °С до 100 °С. Используют калиброванные стеклянные жидкостные термометры (приложение А2) с точностью после корректировки ± 0,02 °С (или выше) или другие термометрические устройства такой же или более высокой точности.

6.4.1 При использовании калиброванных стеклянных жидкостных термометров рекомендуется использовать два термометра. Показания двух термометров должны совпадать с точностью 0,04 °С.

6.4.2 Вне пределов диапазона от 0 °С до 100 °С используют калиброванные стеклянные жидкостные термометры с точностью после корректировки ± 0,05 °С или выше либо любое другое устройство для измерения температуры такой же или более высокой точности. При использовании двух термометров в одной и той же бане расхождение их показаний не должно превышать 0,1 °С.

6.4.3 При использовании стеклянных жидкостных термометров, приведенных в таблице А2.1(приложение А2), применяют увеличительное устройство для считывания показаний термометра с точностью 1/5 деления (например 0,01 °С или 0,02 °F), чтобы обеспечить соответствие требованиям к температуре испытания и возможности контроля температуры (10.1). Рекомендуется периодически вести запись показаний термометра (и любых поправок, внесенных в сертификаты калибровок для термометров), которая наглядно показывает соответствие требованиям метода испытания. Эта информация может быть полезной, особенно при выяснении возникших проблем или причин, связанных с проверкой прецизионности испытания.

6.5 Таймер. Используют любое приспособление для отсчета времени с разрешающей способностью 0,1 с или выше и точностью в пределах ± 0,07 % (приложение А3) при условии считывания показаний в интервале между минимальными и максимальными ожидаемыми значениями времени истечения.

6.5.1 Можно использовать электрические таймеры, если частоту тока контролируют с точностью 0,05 % или выше. Переменный электрический ток, поступающий с некоторых электростанций, контролируют периодически, а не непрерывно. Если для пуска электрического таймера использовать такой переменный ток, то проведение испытаний может привести к значительным ошибкам при измерении времени истечения при определении кинематической вязкости.

7 Реактивы и материалы

7.1 Хромовая смесь для очистки стеклянной посуды или не содержащая хрома кислота, являющаяся сильным окислителем.

Предупреждение — Хромовая смесь (кислота) является опасным для здоровья веществом. Она токсична, обладает канцерогенными свойствами, высокой коррозионной активностью и опасна при контакте с органическими веществами. При ее использовании следует носить защитную маску, полностью закрывающую лицо, и длинную защитную одежду, включая специальные перчатки. Следует избегать вдыхания паров. Использованную хромовую смесь (кислоту) осторожно утилизируют, т. к. она остается опасной. Очищающие растворы сильно окисляющей кислоты, не содержащие хрома, также высококоррозионны и потенциально опасны при контакте с органическими материалами, но не содержат хрома, который создает специфические проблемы его утилизации.

7.2 Растворитель для образца, полностью смешивающийся с образцом. Перед использованием его следует профильтровать.

7.2.1 Для большинства образцов подходит нафта или петролейный эфир. При анализе остаточных топлив может быть необходима предварительная промывка ароматическим растворителем типа толуола или ксилола для удаления асфальтового вещества.

7.3 Осушающий растворитель. Летучий растворитель, смешивающийся с растворителем образца (7.2) и водой (7.4); перед использованием его следует профильтровать.

7.3.1 Подходящим осушающим растворителем является ацетон.

Предупреждение — Ацетон чрезвычайно легко воспламеняем.

7.4 Вода, деионизированная или дистиллированная, отвечающая требованиям спецификации АСТМ Д 1193 или классу 3 по ИСО 3696; перед использованием ее следует профильтровать.

8 Сертифицированные эталонные стандарты вязкости

8.1 Сертифицированные эталонные стандарты вязкости должны быть сертифицированы лабораторией, соответствующей требованиям ИСО 17025, что установлено независимой экспертизой. Стандарты для определения вязкости должны быть калиброваны по эталонным вискозиметрам согласно процедурам по методу испытания АСТМ Д 2162.

8.2 Неопределенность сертифицированных эталонных стандартов вязкости должна быть указана для каждого сертифицированного значения (доверительный коэффициент k = 2,95 %). См. ИСО 5725 или NIST 1297.

9 Калибровка и поверка (верификация)

9.1 Вискозиметры. Используют только калиброванные вискозиметры, термометры и таймеры в соответствии с разделом 6.

9.2 Сертифицированные эталонные образцы вязкости (таблица А1.2).

Указанные образцы используют для контроля выполнения процедуры измерений (испытаний) в лаборатории.

9.2.1 Если измеренная кинематическая вязкость выходит за пределы интервала допускаемых отклонений, вычисленного в соответствии с приложением А4 для сертифицированного значения, следует перепроверить каждый этап процедуры, включая калибровку термометров и вискозиметров, для выявления причины расхождения. В приложении А1 приведено подробное описание имеющихся стандартов.

Примечание — В предыдущих изданиях стандарта АСТМ Д 445 применялся предел ± 0,35 % от сертифицированного значения. Данные, на основе которых установлен предел ± 0,35 %, не могут быть проверены. Приложение А4 представляет собой инструкцию по определению интервала допускаемых отклонений. Интервал допускаемых отклонений совмещает неопределенность сертифицированного эталонного стандарта вязкости и неопределенность лаборатории, использующей сертифицированный эталонный стандарт вязкости.

9.2.1.1 В качестве альтернативы вычислению по приложению А4 могут быть использованы приблизительные значения интервалов допускаемых отклонений, приведенные в таблице 1.

9.2.2 Основными источниками ошибок являются оседание частиц пыли в отверстии капилляра вискозиметра и неточности при измерении температуры. Желательно, чтобы правильный результат, полученный на стандартном образце масла, не исключал вероятности взаимоисключающего сочетания возможных источников ошибки.

9.3 Калибровочная константа C зависит от гравитационного ускорения на месте проведения калибровки, поэтому она должна быть указана лабораторией, проводящей калибровку, вместе с инструментальной константой. Там, где гравитационное ускорение g отличается более чем на 0,1 %, необходимо внести поправку в калибровочную константу по следующей формуле

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

где индексы 1 и 2 относятся соответственно к лаборатории, проводящей калибровку, и лаборатории, проводящей испытания.

Таблица 1 — Приблизительные значения интервалов допускаемых отклонений

Примечание — Интервалы допускаемых отклонений были определены по АСТМ Д 6617. Расчет документирован в исследовательском отчете RR:D02—1490[1)].

Вязкость эталонного вещества, мм^2/с	Интервал допускаемых отклонений, %
< 10	± 0,30
10—100	± 0,32
100—1000	± 0,36
1000—10000	± 0,42
10000—100000	± 0,54
> 100000	± 0,73

10 Общая процедура определения кинематической вязкости

10.1 Устанавливают и поддерживают температуру бани для определения вязкости в соответствии с температурой испытания в пределах, указанных в 6.3.1, с учетом условий, описанных в приложении А2, и поправок, указанных в сертификатах калибровки термометров (свидетельствах о поверке).

10.1.1 Термометры следует закрепить вертикально при таком же погружении, как и в условиях калибровки.

[1)] Данные находятся в файле штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены при запросе исследовательского отчета RR:D02—1490.

10.1.2 Для получения наиболее точной температуры рекомендуется использовать два термометра, имеющих сертификаты калибровки (свидетельства о поверке) (6.4).

10.1.3 Наблюдения за показаниями термометра следует проводить с использованием системы линз, обеспечивающих пятикратное увеличение, и относительное расположение линз должно исключать ошибки параллакса.

10.2 Выбирают чистый сухой калиброванный вискозиметр, диапазон которого охватывает расчетную кинематическую вязкость (т.е. капилляры больших диаметров для очень вязких жидкостей и малых диаметров — для более подвижных жидкостей). Время истечения должно быть не менее 200 с или более длительное, указанное в АСТМ Д 446. Время истечения менее 200 с допускается для автоматических вискозиметров при условии, что они соответствуют требованиям 6.1.2.

10.2.1 Специфические особенности определения изменяются в зависимости от выбранных различных типов вискозиметров, перечисленных в таблице А1.1. Рабочие инструкции для различных типов вискозиметров приведены в АСТМ Д 446.

10.2.2 При температуре испытания ниже точки росы заполняют вискозиметр обычным способом, как указано в 11.1. Во избежание конденсации или замерзания влаги на стенках капилляра заполняют рабочий капилляр и измерительный резервуар испытуемым образцом, закрывают трубки резиновыми пробками, чтобы удержать на месте испытуемый образец, и устанавливают вискозиметр в бане. После этого дают вискозиметру достичь температуры бани и вынимают пробки. При определении вязкости ручным способом не следует использовать вискозиметры, которые нельзя вынуть из бани с постоянной температурой для загрузки порции образца.

10.2.2.1 Разрешено (но не обязательно требуется) использование неплотно заполненных адсорбентом осушительных трубок, присоединенных к открытым концам вискозиметра. Используемые осушительные трубки не должны препятствовать истечению образца под действием давления, возникшего в вискозиметре.

10.2.3 Вискозиметры, применяемые для силиконовых жидкостей, фторуглеродов и других жидкостей, трудно удаляемых с помощью моющих средств, следует использовать для работы только с этими жидкостями, исключая стадию их калибровки. Калибровку таких вискозиметров следует проводить часто. Растворители после промывки этих вискозиметров нельзя использовать для промывки других вискозиметров.

11 Определение вязкости прозрачных жидкостей

11.1 Заполняют вискозиметр способом, соответствующим его конструкции, причем эта операция должна соответствовать той, которую используют при его калибровке. Если предполагают или известно, что образец содержит волокна или твердые частицы, то его фильтруют перед или во время заполнения через фильтр пористостью 75 мкм (АСТМ Д 446).

Примечание — Для минимизации возможности скопления частиц, проходящих через фильтр, рекомендуется сохранять минимальный промежуток времени между фильтрацией и загрузкой.

11.1.1 Типы вискозиметров, используемых для прозрачных жидкостей, приведены в таблице А1.1, типы А и В.

11.1.2 Для продуктов, поведение которых напоминает гель, определение вязкости проводят при достаточно высоких температурах, обеспечивающих свободное истечение жидкости, что позволяет получить одинаковые результаты на вискозиметрах с капиллярами разных диаметров.

11.1.3 Вискозиметры с образцом выдерживают в бане до достижения температуры испытания. Если одна и та же баня используется для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать один вискозиметр из бани в период, когда другой используют для определения времени истечения.

11.1.4 Так как период выдерживания в бане различен для разных вискозиметров, значений кинематической вязкости и температур, то следует определить требуемое время достижения температурного равновесия опытным путем.

11.1.4.1 Как правило, достаточным является период времени 30 мин, за исключением случаев определения высоких значений кинематической вязкости.

11.1.5 В случае, где этого требует конструкция вискозиметра, доводят объем образца до метки после достижения образцом температурного равновесия.

11.2 Используют всасывание (если проба не содержит летучих компонентов) или давление, чтобы отрегулировать уровень образца в капилляре вискозиметра примерно на 7 мм выше первой временной

метки или другой величины, указанной в рабочей инструкции вискозиметра. Для свободно вытекающей через капилляр жидкости определяют время, необходимое для перемещения мениска от первой до второй отметки с точностью 0,1 с. Если это время истечения меньше указанного минимума (10.2), следует выбрать вискозиметр с капилляром меньшего диаметра и повторить данную процедуру.

11.2.1 Повторяют процедуру по 11.2, проводя второе измерение. Записывают результат.

11.2.2 По двум измерениям времени истечения вычисляют два значения определяемой кинематической вязкости.

11.2.3 Если два значения кинематической вязкости, рассчитанные по измеренным значениям времени истечения, входят в пределы установленного для продукта значения определяемости (17.1.1), то в расчете и записи кинематической вязкости используют среднеарифметическое значение. Записывают результат определения кинематической вязкости. Если результаты определения кинематической вязкости не входят в установленные пределы определяемости, то, предварительно очистив и высушив вискозиметр и профильтровав образец (при необходимости — см. 11.1), повторяют испытание до тех пор, пока вычисляемые значения определяемой кинематической вязкости не будут соответствовать установленным значениям определяемости.

11.2.4 Если природа образца, температура или и то, и другое не приведены в 17.1.1, то для температур от 15 °С до 100 °С используют в качестве оценочного значение определяемости 0,20 % и 0,35 % — для температур, выходящих за эти пределы.

12 Определение вязкости непрозрачных жидкостей

12.1 Для очищенных паром цилиндровых масел, темных смазочных масел измерения проводят по 12.3 с использованием определенного количества представительного образца. На кинематическую вязкость остаточных нефтяных масел и подобных парафинистых продуктов могут оказывать влияние предшествующие термические процессы; необходимо выполнить процедуры по 12.1.1 — 12.2.2, которые минимизируют этот фактор.

12.1.1 Обычно для непрозрачных жидкостей используют вискозиметры с обратным потоком, перечисленные в таблице А1.1, тип С.

12.1.2 Нагревают первоначальный контейнер с образцом в сушильном шкафу при температуре (60 ± 2) °С в течение 1 ч.

12.1.3 Тщательно перемешивают образец подходящим стержнем достаточной длины, который достает до дна контейнера. Продолжают перемешивание до тех пор, пока осадок или парафин не перестанут прилипать к стержню.

12.1.4 Повторно плотно закрывают контейнер и энергично встряхивают в течение 1 мин до полного перемешивания.

12.1.4.1 Для обеспечения тщательного перемешивания образцов с высоким содержанием парафинов или высоковязких масел может потребоваться нагревание до температуры выше 60 °С. Образец должен быть достаточно текучим для облегчения перемешивания и встряхивания.

12.2 Немедленно после завершения процедур по 12.1.4 наливают образец в стеклянную колбу вместимостью 100 см^3 в количестве, достаточном для заполнения двух вискозиметров, и закрывают неплотно пробкой.

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

Предупреждение — Осторожно! Может произойти сильный выброс, когда непрозрачные жидкости, содержащие большое количество воды, нагревают до высоких температур.

12.2.2 Вынимают колбу из бани, плотно закрывают пробкой и встряхивают в течение 60 с.

12.3 Требуется выполнить два определения кинематической вязкости испытуемого образца. Для тех вискозиметров, которые требуют выполнения полной очистки после каждого измерения времени истечения, необходимо использовать два вискозиметра. Вискозиметр, в котором без очистки можно выполнить повторное определение времени истечения, может быть использован для двух измерений времени истечения и расчета кинематической вязкости.

Заполняют два вискозиметра в соответствии с конструкцией. Например, для вискозиметров с поперечиной или вискозиметров BS с U-образной трубкой для непрозрачных жидкостей фильтруют образец через фильтр с диаметром пор 75 мкм, заполняя два вискозиметра, заранее помещенных в баню. Для предварительно нагретых образцов применяют предварительно нагретые фильтры для предотвращения коагуляции образца во время фильтрования.

12.3.1 Вискозиметры, заполняемые испытуемой жидкостью, перед помещением их в баню, следует предварительно нагреть в сушильном шкафу до заполнения их образцом. Это необходимо, чтобы образец не охлаждался ниже температуры испытания.

12.3.2 Через 10 мин регулируют объем образца (там, где это требуется в соответствии с конструкцией вискозиметра), как указано в спецификации на вискозиметры (АСТМ Д 446).

12.3.3 Заполненным вискозиметрам дают достичь температуры испытания (12.3.1). Когда одну баню используют для нескольких вискозиметров, то в период определения времени истечения в одном из вискозиметров не допускается вынимать или погружать в баню другой вискозиметр.

12.4 В период свободного истечения образца измеряют время, необходимое для перемещения уровня жидкости от первой метки до второй, с точностью 0,1 с. Записывают результат измерения.

12.4.1 В том случае, если образцы требуют предварительного нагревания (12.1—12.2.1), необходимо закончить определение в течение одного часа после окончания процедуры по 12.2.2. Записывают измеренное время истечения.

12.5 По каждому измеренному времени истечения рассчитывают кинематическую вязкость ν ($мм^2/с$).

12.5.1 Для остаточных жидких топлив, если два определения кинематической вязкости, вычисленные по измеренным значениям времени истечения, согласуются с установленными показателями определяемости (17.1.1), рассчитывают среднеарифметическое значение результатов определения кинематической вязкости. Записывают результат.

Если рассчитанные значения кинематических вязкостей не согласуются, повторяют измерения времени истечения после тщательной очистки и сушки вискозиметров и фильтрации образца. Если природа образца или температура, или и то, и другое не перечислены в 17.1.1, то для значений температуры от 15 °С до 100 °С используют в качестве оценки определяемости 1,0 %, для температур вне этого предела —1,5 %. Необходимо учитывать, что подобные продукты могут быть неньютоновскими жидкостями и могут содержать твердые вещества, которые могут выпадать из испытуемого образца при измерении времени истечения.

13 Очистка вискозиметра

13.1 Между последовательными определениями кинематической вязкости следует тщательно очистить вискозиметр путем многократного промывания соответствующим растворителем, полностью смешивающимся с образцом, затем осушающим растворителем (7.3). Высушивают трубку, пропуская слабый поток профильтрованного сухого воздуха в течение двух минут или пока не будут удалены последние следы растворителя.

Периодически очищают вискозиметр очищающим раствором (**Предупреждение** — См. 7.1) в течение нескольких часов для удаления остаточных следов органических отложений, тщательно промывают водой (7.4) и осушающим растворителем (7.3) и сушат профильтрованным сухим воздухом или вакуумом. Неорганические отложения удаляют, обрабатывая соляной кислотой перед промывкой очищающей кислотой, особенно если предполагается присутствие солей бария.

Предупреждение — Не рекомендуется использовать для очистки щелочные растворы, т. к. это может привести к изменению калибровочных характеристик вискозиметра.

14 Расчеты

14.1 Результат каждого определения значения кинематической вязкости ν_1 и ν_2 рассчитывают по измеренному времени истечения t_1 и t_2 и константе вискозиметра C по формуле

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

где $\nu_{1,2}$ — определяемая кинематическая вязкость ν_1 или ν_2 соответственно, $мм^2/с$;

C — константа калибровки вискозиметра, $мм^2/с^2$;

$t_{1,2}$ — среднее время истечения образца t_1 или t_2 соответственно, с.

Рассчитывают результат определения значения кинематической вязкости ν как среднее от ν_1 и ν_2 (11.2.3 и 12.5.1).

14.2 Динамическую вязкость η рассчитывают на основании рассчитанной кинематической вязкости ν и плотности ρ по формуле

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

где η — динамическая вязкость, мПа · с;

ν — кинематическая вязкость, мм^2/с;

ρ — плотность, кг/м^3, определяют при той же температуре, что и при определении кинематической вязкости.

14.2.1 Плотность образца может быть определена при температуре измерения кинематической вязкости одним из подходящих методов, например, АСТМ Д 1217, АСТМ Д 1480 или АСТМ Д 1481.

15 Запись результатов

15.1 Записывают результаты испытания кинематической или динамической вязкости или оба значения до четвертой значащей цифры с одновременным указанием температуры испытания.

16 Протокол испытаний

16.1 В протокол испытаний включают следующую информацию:

16.1.1 Тип и идентификацию испытуемого образца.

16.1.2 Ссылку на настоящий метод испытания или соответствующий международный стандарт.

16.1.3 Результаты испытания (раздел 15).

16.1.4 Любое отклонение от процедуры, описанной в настоящем стандарте.

16.1.5 Дату испытания.

16.1.6 Наименование и адрес испытательной лаборатории.

17 Прецизионность

17.1 Сравнение определенных значений

17.1.1 Определяемость *d*

Расхождение между результатами (значениями) последовательных определений, полученными одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории на одном и том же оборудовании для серии измерений, приводящих к получению единичного результата при нормальном и правильном применении метода испытаний в течение длительного времени испытаний, может превышать указанные значения только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С	0,0020y	(0,20 %)
Товарные масла при 40 °С и 100 °С	0,0013y	(0,13 %)
Товарные масла при 150 °С	0,015y	(1,5 %)
Нефтяные парафины при 100 °С	0,0080y	(0,80 %)
Остаточные жидкие топлива при 80 °С и 100 °С	0,011 (y + 8)	
Остаточные жидкие топлива при 50 °С	0,017y	
Присадки при 100 °С	0,00106$y^{1,1}$	
Газойли при 40 °С	0,0013(y + 1)	
Реактивные топлива при минус 20 °С	0,0018y	(0,18 %),

где y — среднее значение сравниваемых результатов.

17.2 Сравнение результатов

17.2.1 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним оператором в одной лаборатории на одном аппарате при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать указанные ниже значения только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С	0,0011x	(0,11 %)
Товарные масла при 40 °С и 100 °С	0,0026x	(0,26 %)
Товарные масла при 150 °С	0,0056x	(0,56 %)
Нефтяные парафины при 100 °С	0,0141$x^{1,2}$	
Остаточные жидкие топлива при 80 °С и 100 °С	0,013 (x + 8)	
Остаточные масла при 50 °С	0,015x	(1,5 %)

Присадки при 100 °С	$0{,}00192x^{1{,}1}$	
Газойли при 40 °С	$0{,}0043\ (x + 1)$	
Реактивные топлива при минус 20 °С	$0{,}007x$	(0,7 %),

где x — среднее значение сравниваемых результатов.

17.2.2 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на номинально одинаковом испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытания в течение длительного времени, может превышать указанные ниже значения только в одном случае из двадцати:

Базовые масла при 40 °С и 100 °С	$0{,}0065x$	(0,65 %)
Товарные масла при 40 °С и 100 °С	$0{,}0076x$	(0,76 %)
Товарные масла при 150 °С	$0{,}018x$	(1,8 %)
Нефтяные парафины при 100 °С	$0{,}0366x^{1{,}2}$	
Остаточные жидкие топлива при 80 °С и 100 °С	$0{,}04\ (x + 8)$	
Остаточные масла при 50 °С	$0{,}074x$	(7,4 %)
Присадки при 100 °С	$0{,}00862x^{1{,}1}$	
Газойли при 40 °С	$0{,}0082\ (x + 1)$	
Реактивные топлива при минус 20 °С	$0{,}019x$	(1,9 %),

где x — среднее значение сравниваемых результатов.

17.3 Прецизионность метода для отработанных масел не определялась, но можно предположить, что она будет хуже, чем прецизионность метода, установленная при испытании товарных масел. Из-за большого разнообразия отработанных масел не существует возможности установить прецизионность метода для отработанных масел.

17.4 Для особых автоматических вискозиметров прецизионность не определена. Однако был проведен анализ широкого набора данных, полученных на вискозиметрах как автоматических, так и ручного типа, в температурных пределах от 40 °С до 100 °С. Воспроизводимость для данных автоматических вискозиметров не имеет статистически значимого отличия от воспроизводимости для данных вискозиметров ручного типа. Также показано отсутствие отклонения (смещения) определенных данных при сравнении с данными вискозиметров ручного типа.

Приложения
(обязательные)

А1 Типы вискозиметров и сертифицированные эталонные стандарты вязкости

А1.1 Типы вискозиметров

А1.1.1 В таблице А1.1 приведены основные типы капиллярных вискозиметров, применяемых для определения вязкости нефтепродуктов. Соответствующие характеристики и инструкции по эксплуатации приведены в АСТМ Д 446.

Таблица А1.1 — Типы вискозиметров

Наименование вискозиметра	Предел измерения кинематической вязкости[1], $мм^2/с$
А Вискозиметры типа Оствальда (Ostwald) для прозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске обычный (Cannon-Fenske rutine[2])	0,5 — 20000
Цайтфукс (Zeitfuchs)	0,6 — 3000
BS/U-трубка[2]	0,9 — 10000
BS/U/M-миниатюрный	0,2 — 100
SIL[2]	0,6 — 10000
Каннон-Маннинг полумикро (Cannon-Manning semi-micro)	0,4 — 20000
Пинкевич (Pinkevitch)[2]	0,6 — 17000
В Вискозиметры с висячим уровнем для прозрачных жидкостей	
BS/IP/SL[2]	3,5 — 100000
BS/IP/SL (S)[2]	1,05 — 10000
BS/IP/MSL	0,6 — 3000
Уббелоде (Ubbelohde)[2]	0,3 — 100000
ФитцСимонс (FitzSimons)	0,6 — 1200
Атлантик (Atlantic)[2]	0,75 — 5000
Каннон-Уббелоде (А)(Cannon-Ubbelohde) (А), Канон Уббелоде с разбавлением[2] (В) (Cannon (Ubbelohde dilution[2]) (В)	0,5 — 100000
Канон-Уббелоде полумикро (Cannon-Ubbelohde semi-micro)	0,4 — 20000
С Вискозиметры с обратным потоком для прозрачных и непрозрачных жидкостей	
Каннон-Фенске для непрозрачных жидкостей (Cannon-Fenske opaque)	0,4 — 20000
Цайтфукс с перекрещивающимися трубками (Zeitfuchs cross-arm)	0,6 — 100000
BS/IP/RE с U-образной трубкой с обратным истечением (BS/IP/RE U-tube reverse-flow)	0,6 — 300000
Ланц-Цайтфукс с обратным истечением (Lantz-Zeitfuchs type reverse-flow)	60 — 100000

[1] Для каждого диапазона кинематической вязкости требуется применение ряда вискозиметров. Во избежание необходимости введения поправки на кинетическую энергию эти вискозиметры рассчитаны на время истечения более 200 с, за исключением случаев, указанных в АСТМ Д 446.

[2] В каждой из этих серий (вискозиметров) минимальное время истечения для вискозиметров с самыми низкими константами превышает 200 с.

А1.1.2 В таблице А1.2 приводится перечень сертифицированных эталонных стандартов вязкости.

Т а б л и ц а А1.2 — Сертифицированные эталонные стандарты вязкости

Обозначение стандартного образца	Приблизительное значение кинематической вязкости, мм^2/с, при температуре					
	20 °С	25 °С	40 °С	50 °С	80 °С	100 °С
S3	4,6	4,0	2,9	—	—	1,2
S6	11	8,9	5,7	—	—	1,8
S20	44	34	18	—	—	3,9
S60	170	120	54	—	—	7,2
S200	640	450	180	—	—	17
S600	2400	1600	520	280	67	32
S2000	8700	5600	1700	—	—	75
S8000	37000	23000	6700	—	—	—
S30000	—	81000	23000	11000	—	—

А2 Термометры для определения кинематической вязкости

А2.1 Специальный термометр с узким диапазоном шкалы

А2.1.1 Используют специальный термометр с узким диапазоном шкалы, отвечающий основным требованиям, приведенным в таблицах А2.1 и А2.2, и соответствующий одной из конструкций на рисунке А2.1.

А2.1.2 Различие в конструкции касается в основном расположения точки замерзания воды. В конструкции термометра *а* эта точка расположена в диапазоне шкалы, в конструкции *b* точка замерзания находится ниже диапазона шкалы и в конструкции *с* эта точка расположена выше диапазона шкалы.

Таблица А2.1 — Основные характеристики термометров

Примечание — В таблице А2.2 представлен ряд термометров ASTM, IP и ASTM/IP, отвечающих полностью требованиям таблицы А2.1, и указаны температуры испытаний, для которых они предназначены. См. также АСТМ Е1 и метод испытания АСТМ Е 77.

Глубина погружения	Полная
Деления шкалы:	
малые деления, °С	0,05
большие деления через каждые, °С	0,1 или 0,5
Цифровые обозначения через каждые, °С	1
Максимальная толщина линии, мм	0,10
Погрешность шкалы при температуре испытания, °С, макс.	0,1
Расширительная камера:	
предел допускаемого нагрева до, °С	105 для шкалы до 90 120 для шкалы между 90 и 95 130 для шкалы между 95 и 105 170 для шкалы выше 105
Общая длина, мм	От 300 до 310
Наружный диаметр стержня, мм	От 6,0 до 8,0
Длина ртутного резервуара, мм	От 45 до 55
Наружный диаметр ртутного резервуара, мм	Не более диаметра стержня
Длина шкалы, мм	От 40 до 90

Таблица А2.2 — Термометры, разрешенные к применению

Обозначение термометра	Температура испытания	
	°С	°F
ASTM 132C, IP 102C	150	—
ASTM 110C, F/IP 93C	135	275
ASTM 121C/IP 32C	98,9 100	210 212
ASTM 129C, F/IP 36C	93,3	200
ASTM 48C, F/IP 90C	82,2	180
IP 100C	80	—
ASTM 47C, F/IP 35C	60	140
ASTM 29C, F/IP 34C	54,4	130
ASTM 46C, F/IP 66C	50	122
ASTM 120C/F/IP 92C	40	—
ASTM 28C, F/IP 31C	37,8	100
ASTM 118C, F/IP	30	86
ASTM 45C, F/IP 30C	25	77

Окончание таблицы А2.2

Обозначение термометра	Температура испытания	
	°C	°F
ASTM 44C, F/IP 29C	20	68
ASTM 128C, F/IP 33C	0	32
ASTM 72C, F/IP 67C	–17,8	0
ASTM 127C, F/IP 99C	–20	–4
ASTM 126C, F/IP 71C	–26,1	–20
ASTM 73C, F/IP 68	–40	–40
ASTM 74C, F/IP 69C	–53,9	–65

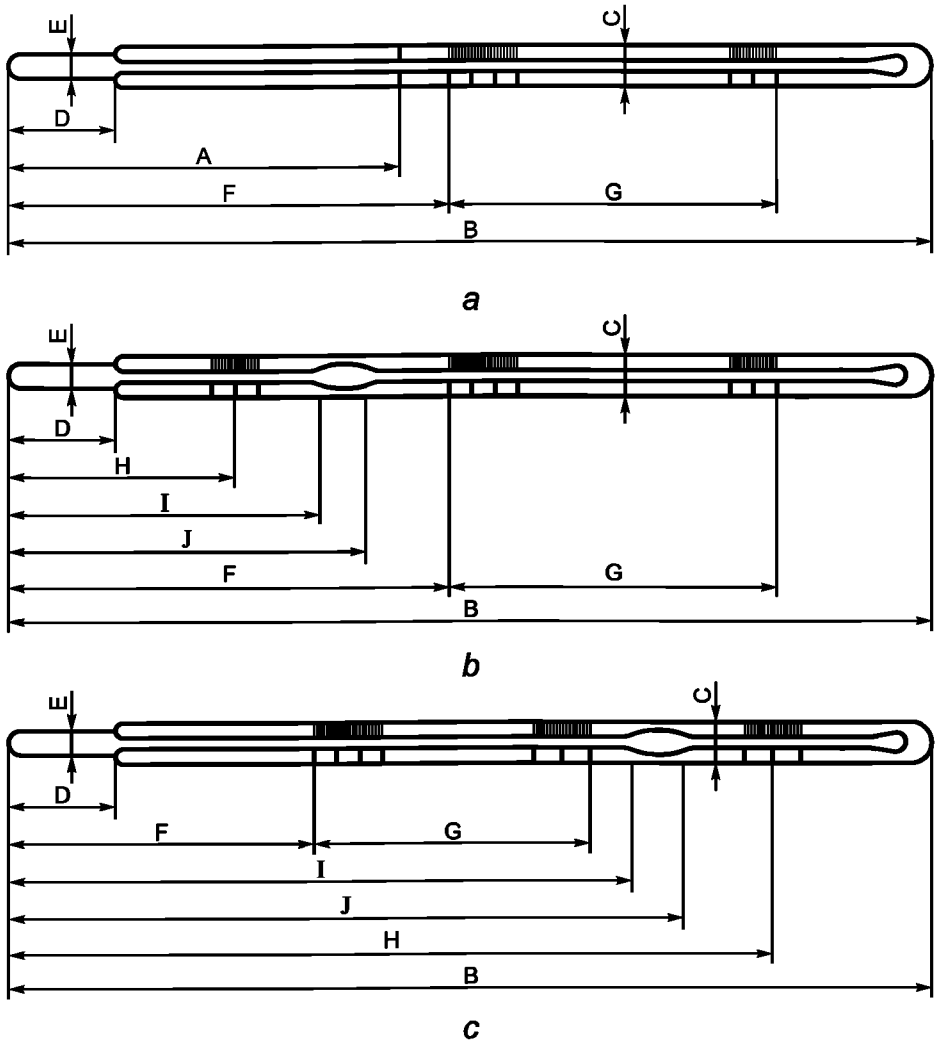

Рисунок А2.1— Конструкция термометров

А2.2 Калибровка

А2.2.1 Используют жидкостные стеклянные термометры с точностью измерения после внесения поправки 0,02 °С или более, откалиброванные в лаборатории, соответствующей требованиям ИСО 9000 или ИСО 17025, и снабженные сертификатами, подтверждающими проведение калибровки на уровне национального стандарта. В

качестве альтернативы могут быть использованы термометрические устройства, например, платиновые термометры сопротивления равной или более высокой точности, имеющие такие же сертификаты.

А2.2.2 Поправка к шкале жидкостных стеклянных термометров может изменяться в процессе хранения и использования, поэтому необходимо проводить регулярные повторные калибровки. Удобнее всего выполнять эту работу в испытательной лаборатории путем перекалибровки точки таяния льда. Все основные поправки по показаниям шкалы приводят в соответствие с изменениями, определенными для точки замерзания воды.

А2.2.2.1 Рекомендуется проверять точку таяния льда не реже, чем через 6 мес (NIST GMP 11). Для новых термометров проверку проводят ежемесячно в течение первых 6 мес. Изменение положения точки таяния льда на одно или более делений шкалы означает, что термометр был перегрет или поврежден и поэтому может оказаться некалиброванным. Такие термометры должны быть выведены из работы, обследованы или перекалиброваны. Полная перекалибровка термометра вследствие его конструктивных особенностей не является необходимой (NIST 819). Любое изменение в корректировке следует учитывать при других корректировках, указанных в отчете по калибровкам.

А2.2.2.2 При использовании других устройств для измерения температуры необходимо также проведение периодической перекалибровки. Необходимо хранить все записи, касающиеся перекалибровки.

А2.2.3 Процедура перекалибровки жидкостных стеклянных термометров по точке таяния льда

А2.2.3.1 При перекалибровке калиброванных термометров, применяемых для определения кинематической вязкости, снятие показаний точки таяния льда должно быть проведено в течение 60 мин после пребывания термометра при температуре испытания не менее 3 мин, если в сертификате калибровки не указано иное.

А2.2.3.2 Отбирают чистые кусочки льда, полученного предпочтительно из дистиллированной или чистой воды. Отбрасывают любые мутные или неглубоко промерзшие кусочки. Ополаскивают лед дистиллированной водой и крошат на мелкие кусочки, избегая при этом контакта с руками или любыми химически нечистыми предметами. Заполняют сосуд Дьюара измельченным льдом и добавляют дистиллированную воду, желательно предварительно охлажденную, в достаточном количестве, чтобы получить шугу, причем лед не должен всплывать. По мере таяния льда сливают из сосуда Дьюара немного воды и добавляют измельченный лед. Погружают термометр и аккуратно уплотняют вокруг стержня лед до уровня, приблизительно на одно определение ниже отметки 0 °С.

А2.2.3.3 По истечении не менее чем 3 мин слегка постукивают по термометру перпендикулярно к его оси, проводя при этом измерения. Последовательные показания, снятые с интервалом не менее 1 мин, должны совпадать с точностью до 0,005 °С.

А2.2.3.4 Записывают показания температуры точки таяния льда и определяют коррекцию термометра для этой температуры от среднего значения. Если найденная коррекция окажется больше или меньше той, которая соответствовала предыдущей калибровке, изменяют коррекцию для всех других температур на это же значение.

А 2.2.3.5 Во время выполнения процедуры соблюдают следующие условия:

1) термометр должен быть установлен вертикально;

2) наблюдения за показаниями термометра следует проводить оптическими средствами, обеспечивающими примерно пятикратное увеличение, и выполненными таким образом, чтобы устранить параллакс;

3) записывают показание температуры таяния льда с точностью до 0,005 °С.

А2.2.4 При проведении испытаний глубина погружения термометрического устройства должна быть такой же, как при проведении калибровки. Например, если стеклянный жидкостный термометр был откалиброван в условиях обычного полного погружения, то он должен быть погружен до верхнего края ртутного столбика, при этом остальная часть его стержня и расширительная камера в верхнем конце термометра находятся при комнатной температуре и атмосферном давлении. Практически это означает, что верхний край ртутного столбика должен находиться от поверхности среды, температуру которой измеряют, в пределах расстояния, эквивалентного четырем делениям шкалы.

А2.2.4.1 Если это условие не соблюдено, может потребоваться дополнительная поправка.

А3 Точность таймера

А3.1 Регулярно проводят проверку таймеров на точность и сохраняют записи этих проверок.

А3.1.1 Сигналы времени, передаваемые по радио Национальным институтом стандартов и технологий, являются приемлемым и первичным эталоном для калибровки устройств измерений времени.

Могут быть использованы с точностью до 0,1 с сигналы следующих радиостанций:

WWV	Fort Collins, CO	2,5; 5; 10; 15; 20 МГц
WWVH	Kaual, HI	2,5; 5; 10; 15 МГц
CHU	Ottawa, Canada	3,33; 7,335; 14,67 МГц

А3.1.2 Радиосигналы и аудиосигналы передаются по телефонной линии 303-499-7111. Дополнительные сведения по устройствам измерения времени можно получить в Национальном институте стандартов и технологий.

А4 Расчет интервалов допускаемых отклонений для определения соответствия сертифицированному эталонному веществу

А4.1 Определяют стандартное отклонение для местной неопределенности σ_{site} по лабораторной программе контроля качества.

А4.1.1 Если стандартное отклонение для местной неопределенности σ_{site} является неизвестным, используют значение 0,19 %.

А4.2 Определяют общую совместную неопределенность (CEU) для принятого эталонного значения (ARV) сертифицированного эталонного вещества (CRM) по этикетке поставщика или сопроводительной документации.

А4.3 Рассчитывают стандартную ошибку принятого эталонного значения (SE_{ARV}) делением CEU на фактор охвата *k*, приведенный на этикетке поставщика или в сопроводительной документации.

А4.3.1 Если фактор охвата *k* не известен, используют значение 2.

А4.4 Вычисляют интервал допускаемых отклонений по формуле

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

УДК 665.6.532.13:006.354 ОКС 75.080 Б19 ОКСТУ 0209

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 30.11.2010. Подписано в печать 15.12.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 1,90. Тираж 116 экз. Зак. 1053.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru