ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52257— 2004

МАСЛА МОТОРНЫЕ

Метод определения предела текучести и кажущейся вязкости при низкой температуре

Издание официальное

БЗ 7—2002/102

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Задачи, основные принципы и правила проведения работ по государственной стандартизации в Российской Федерации установлены ГОСТ Р 1.0—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Основные положения» и ГОСТ Р 1.2—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Порядок разработки государственных стандартов»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (ОАО «ВНИИНП»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 сентября 2004 г. № 21-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст национального стандарта АСТМ D 4684—99 «Метод определения предела текучести и кажущейся вязкости моторных масел при низкой температуре»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст этих изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

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 Терминология 1
3 Сущность метода 2
4 Значение и применение метода 2
5 Аппаратура 3
6 Реактивы и материалы 4
7 Отбор проб 4
8 Калибровка и стандартизация 4
9 Проведение испытания 5
10 Расчет кажущейся вязкости 7
11 Обработка результатов 7
12 Точность и отклонение 7
Приложение А (справочное) Температурные профили 9
Библиография 11

75 ДОБЫЧА И ПЕРЕРАБОТКА НЕФТИ, ГАЗА И СМЕЖНЫЕ ПРОИЗВОДСТВА

ОКС 75.160.20

Поправка к ГОСТ Р 52257—2004 Масла моторные. Метод определения предела текучести и кажущейся вязкости при низкой температуре

В каком месте	Напечатано		Должно быть	
Подпункт 12.1.2.2	Температура испытания, °С	Воспроизводимость, % среднего значения	Температура испытания, °С	Воспроизводимость, % среднего значения
	–15	8,4	–15	8,4
	–25	17,5	–20	12,1
	–30	18,4	–25	17,5
	–35	35,8	–30	18,4
	–40	34,1	–35	35,8
			–40	34,1

(ИУС № 3 2017 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 — 2005—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод измерения предела текучести и вязкости моторных масел, охлаждаемых в течение 45 ч с установленной скоростью 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 $с^{-1}$.

1.2 Возможность применения метода к другим нефтепродуктам (немоторным маслам) не рассматривалась.

1.3 За единицу измерения вязкости принимают миллипаскаль в секунду (мПа·с). В скобках для сведения приведена эквивалентная единица — сантипуаз (сП).

1.4 Метод испытания, изложенный в данном стандарте, может содержать опасные материалы, операции и оборудование. Стандарт не предусматривает мер по обеспечению техники безопасности. Соответствующие меры по технике безопасности и охране здоровья устанавливает сам пользователь.

2 Терминология

2.1 Определения

2.1.1 **кажущаяся вязкость:** Вязкость масла, определенная данным методом.

2.1.2 **ньютоновское масло или жидкость:** Масло или жидкость, которые при данной температуре сдвига имеют постоянную вязкость при всех скоростях сдвига или напряжениях сдвига.

2.1.3 **неньютоновское масло или жидкость:** Масло или жидкость, вязкость которых при данной температуре изменяется с изменением градиента скорости сдвига или напряжения сдвига.

2.1.4 **скорость сдвига:** Градиент скорости течения жидкости.

Для ньютоновской жидкости, находящейся в концентрическом цилиндре ротационного вискозиметра, в котором напряжение сдвига измеряется на поверхности внутреннего цилиндра (5.1), когда конечными эффектами можно пренебречь, скорость сдвига $G_т$, $с^{-1}$, вычисляют следующим образом:

$$G_т = \frac{2\,(\Omega)\,R_s^2}{R_s^2 - R_r^2} \qquad (1)$$

или

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

где Ω — угловая скорость, рад/с;

R_s — радиус статора, мм;

R_r — радиус ротора, мм;

t — время одного оборота ротора, с.

Издание официальное
★

Для прибора, описанного в 5.1.1,

$$G_г = 63/t. \quad (3)$$

2.1.5 **напряжение сдвига:** Отношение движущей силы к единице площади потока жидкости. Для ротационного вискозиметра поверхность ротора является площадью сдвига.

Крутящий момент, приложенный к ротору, $T_г$, Н·м, вычисляют по формуле

$$T_г = 9{,}81\ m\ (R_0 + R_t) \cdot 10^{-6}, \quad (4)$$

где m — приложенная масса, г;

R_0 — радиус вала, мм;

R_t — радиус струны (нити), мм.

Напряжение сдвига на поверхности ротора $S_г$, Па, вычисляют по формуле

$$S_г = \frac{T_г}{2\ (\pi)\ R_г^2 \cdot h} \cdot 10^9, \quad (5)$$

где h — высота ротора, мм;

$R_г$ — радиус ротора, мм.

Для размерностей, приведенных в 5.1.1:

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

$$S_г = 3{,}5\ m. \quad (7)$$

2.1.6 **вязкость:** Отношение приложенного к жидкости напряжения сдвига к скорости сдвига (иногда его называют коэффициентом динамической вязкости). Данная величина, таким образом, является показателем сопротивления течению жидкости. Единицей динамической вязкости является паскаль в секунду (Па·с). 1 сП равен 1 мПа·с.

2.2 Описание терминов

2.2.1 **калибровочные масла:** Масла, по которым настраивают прибор по зависимости кажущейся вязкости от скорости сдвига для определения кажущейся вязкости испытуемых масел.

Товарные калибровочные масла, которые являются ньютоновскими жидкостями, имеют вязкость около 30 Па·с (30000 сП) при температуре минус 20 °С.

2.2.2 **испытуемое масло:** Любое масло, для которого должны быть определены кажущаяся вязкость и предел текучести.

2.2.3 **предел текучести:** Напряжение сдвига, требуемое для инициирования течения. Для всех ньютоновских и некоторых неньютоновских жидкостей предел текучести равен нулю.

Моторное масло может иметь предел текучести, который является функцией скорости охлаждения и времени выдержки при низкой температуре.

Данным методом можно определить предел текучести испытуемого масла не менее 35 Па; предел текучести менее 35 Па принимают за его отсутствие.

3 Сущность метода

3.1 Образец моторного масла выдерживают при температуре 80 °С и затем охлаждают с запрограммированной скоростью до конечной температуры испытания.

Для измерения предела текучести на валу ротора создают небольшой крутящий момент. Крутящий момент большего значения используют для определения кажущейся вязкости образца.

4 Значение и применение метода

4.1 При охлаждении моторного масла скорость и продолжительность охлаждения могут влиять на предел текучести и кажущуюся вязкость.

В данном методе моторное масло медленно охлаждают в диапазоне температур, где происходит кристаллизация парафиновых углеводородов, затем относительно быстро охлаждают до конечной температуры испытания.

Результаты испытания использовали для определения браковочных показателей моторных масел с известными характеристиками, которые не прошли эксплуатационные испытания вследствие недостаточной прокачиваемости.

Все масла испытывали, как правило, при температуре минус 25 °С.

Считается, что ухудшение эксплуатационных характеристик происходит вследствие того, что масло приобретает гелеобразную структуру. Это приводит к чрезмерному увеличению предельного напряжения сдвига или вязкости, или того и другого.

4.2 Изменение температуры в процессе охлаждения (температурный профиль охлаждения)

4.2.1 Для масел, которые испытывают при минус 20 °С или ниже, температурный интервал приведен в таблице А.1.1 (приложение А).

Профиль охлаждения, представленный в таблице А.1.1, основан на вязкостных свойствах стандартных образцов масел для определения прокачиваемости (PRO).

К ним относят масла с нормальными низкотемпературными свойствами текучести и масла с проблемами при прокачиваемости при низких температурах [1]—[5].

Для температурного профиля при минус 35 °С и минус 40 °С вследствие отсутствия соответствующих стандартных образцов масел отсутствует значимая величина.

4.2.2 Для масел, которые испытывают при температуре минус 15 °С или минус 10 °С, используют таблицу А.1.2 (приложение А).

Вследствие отсутствия соответствующих эталонных масел не определены точные характеристики указанного температурного профиля. Аналогично неизвестна точность метода испытания при использовании этого профиля охлаждения при температуре испытания минус 10 °С.

Температурный профиль таблицы А.1.2 выведен из температурного профиля таблицы А.1.1 и изменяется по температуре в соответствии с таблицей А.1.1, принимая во внимание предполагаемые более высокие температуры помутнения вязких масел, испытываемых при минус 15 °С и минус 10 °С.

5 Аппаратура

5.1 Мини-ротационный вискозиметр состоит из одной или нескольких вискозиметрических ячеек, располагающихся в алюминиевом блоке с регулируемой температурой. Каждая ячейка содержит калиброванную пару ротор — статор. Вращение ротора достигается приложенной нагрузкой, воздействующей на него через струну (нить), намотанную на вал ротора.

5.1.1 Вискозиметрическая ячейка мини-ротора имеет следующие размеры, мм:

диаметр ротора	17,0
длина ротора	20,0
внутренний диаметр ячейки	19,0
радиус вала	3,18
радиус струны (нити)	0,05

5.2 Система поддержания температуры установлена в блоке мини-ротационного вискозиметра и регулирует поступление хладагента.

Этот регулятор должен поддерживать температуру в пределах, указанных в таблицах А.1.1 и А.1.2.

5.2.1 Регулятор температуры является наиболее важной частью процедуры. Используют релейный программируемый регулятор, поддерживающий температуру в блоке прибора. Для этой цели пригоден так называемый PID-регулятор, имеющий пропорциональную шкалу с интегральной перезагрузкой и дифференциальным регулированием скорости изменения температуры. Регулятор имеет один цикл регулирования и один температурный датчик, передающий на него информацию, необходимую для поддержания температуры в рамках заданного режима, а также встроенный таймер (часы), контролирующий выполнение программы.

Регулятор должен быть установлен так, чтобы в течение первых 2 ч 20 мин блок только нагревался в соответствии с температурным профилем, представленным в таблицах А.1.1 или А.1.2.

В течение оставшейся части температурного профиля температуру регулируют с помощью потока хладагента.

Система регулировки температуры должна быть минимальной чувствительностью 0,1 °С и изменять температуру с заданной скоростью.

Когда достигнуты оптимальные параметры регулирования, отклонения от температурного профиля при рабочей температуре ниже минус 5 °С не должны превышать 0,2 °С. Датчиком температуры может быть платиновый термометр сопротивления, термистор или термопара. Платиновый термометр сопротивления или термистор предпочтительнее.

Температурный датчик диаметром $^1/_8$ дюйма (3,2 мм) может быть установлен непосредственно в

отверстие диаметром $^1/_8$ дюйма, расположенное на задней стенке блока между ячейками № 4 и 6. Альтернативно температурный датчик может быть помещен в одно из отверстий для термометра.

Примечания

1 Датчик помещают в то место, в котором осуществляют контроль температуры. Если регулируют подачу хладагента, то температурный датчик помещают в блок мини-ротационного вискозиметра. Если должна регулироваться температура в бане, датчик помещают в баню.

Не следует пытаться регулировать температуру блока, измеряя ее и регулируя подачу хладагента.

2 Необходимой особенностью является запаздывание пуска регулятора, так как это позволяет осуществить пуск автоматического изменения температуры охлаждения по ходу процесса (температурного профиля).

5.2.2 Температурный профиль

5.2.3 Температурный профиль полностью приведен в таблицах А.1.1 и А.1.2 (см. приложение А).

5.3 Термометры для измерения температуры блока

Требуются два термометра: с градуировкой от 70 °С до 90 °С, ценой деления 1 °С и шкалой от минус 36 °С до плюс 5 °С или от минус 45 °С до плюс 5 °С и ценой деления 0,2 °С.

Для калибровки температурного датчика могут быть использованы другие термометрические устройства с равной точностью и разрешающей способностью.

5.4 Охлаждающее устройство обеспечивает поддержание температуры хладагента не менее чем на 10 °С ниже самой низкой температуры испытания.

5.5 Циркуляционная система обеспечивает циркуляцию хладагента через мини-ротационный вискозиметр. При использовании метанола необходимо соблюдать меры предосторожности в связи с его токсичностью и огнеопасностью.

В течение испытания циркуляционная система должна обеспечивать температуру испытания. Если наблюдается утечка хладагента из системы (отсутствует герметичность циркуляционной системы), испытание прекращают и устраняют течь.

5.6 Самописец (диаграммный) — для проверки правильности выполнения профиля охлаждения и отслеживания температуры в блоке.

6 Реактивы и материалы

6.1 Ньютоновское масло с низкой температурой помутнения и вязкостью приблизительно 30 Па·с (30 000 сП) при минус 20 °С для калибровки вискозиметрических ячеек.

6.2 Хладагент — безводный метанол, этанол, изопропанол товарный или технический.

6.3 Растворитель масла — товарные марки гептана или аналогичный растворитель, не оставляющий остатков после испарения.

6.4 Ацетон, не оставляющий остатков после испарения; пригоден технический ацетон.

7 Отбор проб

7.1 Для получения достоверных результатов необходимо иметь представительный образец испытуемого масла, свободный от суспензированных твердых частиц и воды.

Если образец, находящийся в контейнере, имеет температуру ниже точки росы, его вскрывают, когда его температура будет равна комнатной.

8 Калибровка и стандартизация

8.1 Датчик температуры калибруют, когда он соединен с регулятором температуры. Температуру на датчике проверяют термометром с диапазоном измерения от минус 36 °С до плюс 5 °С или от минус 45 °С до плюс 5 °С, указанным в 5.3, не менее чем при трех температурах.

Для датчика температуры и регулятора точки на калибровочной кривой должны располагаться не ближе 5 °С.

Температурный датчик проверяют периодически, используя в качестве контрольной температуры температуру таяния льда. Если скорректированная температура датчика отклоняется от температуры таяния льда более чем на 0,1 °С, то калибровку повторяют.

Примечание — Все температуры в этом методе испытания соответствуют фактической температуре и нет необходимости ее конкретизировать.

8.2 Каждую вискозиметрическую ячейку калибруют (определяют постоянную ячейки вискозиметра) по стандартному образцу при минус 20 °С, как указано в 8.2.1—8.2.8.

8.2.1 Испытания проводят по стадиям 9.2—9.2.5.

8.2.2 Программируют регулятор температуры на снижение температуры блока мини-ротационного вискозиметра до минус 20 °С в течение 1 ч или менее и запускают программу.

8.2.3 Масло выдерживают в ячейках при температуре минус 20 °С ± 0,2 °С не менее 1 ч, проводя необходимые корректировки температуры, чтобы поддержать температуру испытания.

8.2.4 По окончании периода выдержки записывают температуру испытания и снимают крышку ячейки вискозиметра.

8.2.5 Выполняют 9.3.1—9.3.3.

8.2.6 Выполняют 9.4.

8.2.7 Повторяют 8.2.5 и 8.2.6 для каждой из оставшихся ячеек слева направо.

8.2.8 Рассчитывают постоянную ячейки вискозиметра C для каждой ячейки (комбинация ротор — статор) по уравнению

$$C = \eta_0 / t, \qquad (8)$$

где η_0 — вязкость стандартного образца масла при минус 20 °С, сП (мПа·с);

C — постоянная ячейки вискозиметра при массе 150 г, Па;

t — время трех полных оборотов, с.

8.3 Первичное определение температуры таяния льда должно быть сделано калибровочным термометром и датчиком температуры, затем это измерение проводят периодически.

При любом изменении в калибровке по температуре таяния льда в системе регулятор температуры/датчик температуры проводят повторную калибровку в соответствии с 8.1.

8.4 Периодически проверяют скорость охлаждения, чтобы гарантировать соответствие реализуемого охлаждения профилю температур (таблицы А.1.1 или А.1.2). Это следует делать, по крайней мере, один раз в месяц, регистрируя температуру блока по показателям регулятора температуры и термометра, помещаемым в блок, по меньшей мере, трижды во время работы.

Необходимо постоянно контролировать профиль температур во время выполнения программы охлаждения ниже 0 °С, так как отклонение от заранее заданного профиля температур (таблицы А.1.1 или А.1.2) может привести к ошибочным результатам испытания.

Контроль проводят при помощи ленточного самописца или системы накопления данных, которые периодически (каждые 1—2 мин) регистрируют время и температуру блока.

Допустимые отклонения температуры приведены в таблицах А.1.1 или А.1.2, а также в 5.2.

9 Проведение испытания

9.1 Программируют регулятор температуры на поддержание температуры блока мини-ротационного вискозиметра, равной сумме температуры, взятой из таблицы А.1.1 или А.1.2, и соответствующего поправочного коэффициента, определенного в 8.1.

В таблице А.1.3 приведены интервалы времени, необходимые для достижения температуры испытания.

9.2 Подготовка образца и вискозиметрической ячейки

9.2.1 Вынимают девять роторов из вискозиметрических ячеек и убеждаются в чистоте роторов и ячеек. Методика очистки приведена в 9.6.

9.2.2 В каждую ячейку заливают (10 ± 1,0) см^3 образца масла.

9.2.3 Устанавливают роторы в соответствующие статоры и вставляют верхние направляющие оси подшипников.

9.2.4 Надевают петлю струны (нити) длиной 700 мм на перекладину в верхней части ротора и наматывают ее на вал, оставив свободным конец 200 мм. Не допускается перехлестывание струн (нитей). Свободный конец струны (нити) укладывают на крышке подшипников. Ориентируют ротор таким образом, чтобы маркированный красным или черным цветом конец перекладины на верхней части вала ротора был направлен точно вперед.

9.2.4.1 Струна (нить) может быть заранее намотана на вал перед установкой ротора на стадии 9.2.3.

9.2.5 Закрывают вискозиметрические ячейки крышкой, чтобы свести к минимуму образование инея на холодных металлических частях, соприкасающихся с воздухом. Иногда возникает необходимость продуть крышку сухим воздухом.

9.2.6 Начинают запрограммированный температурный профиль. Нагревают образцы масла до 80 °С ± 1 °С и выдерживают при этой температуре в течение 2 ч, чтобы образовался истинный раствор, которого может не быть при комнатной температуре.

9.2.7 По окончании выдержки начинают цикл охлаждения образцов в соответствии с заданной последовательностью, приведенной в 9.1.

9.2.8 По завершении температурного профиля охлаждения температура блока не должна отличаться от заданной температуры испытания более чем на 0,2 °С при измерении не регулятором температуры, а термометром, установленным в то же отверстие (для термометра), которое использовалось во время калибровки.

Если температура блока находится в этом интервале, измеряют предел текучести и вязкость в течение 30 мин после завершения температурного профиля (9.3).

9.2.8.1 Если конечная температура блока выше заданной на 0,2 °С—0,3 °С, устанавливают регулятор температуры так, чтобы довести температуру блока до заданной температуры испытания, и перед проведением испытания выдерживают при этой температуре в течение 30 мин. Коррекция температуры не должна превышать 1 ч.

Данные, полученные таким образом, являются достоверными, в противном случае испытание недействительно.

9.2.8.2 Если конечная температура блока более чем на 0,2 °С ниже или более чем на 0,5 °С выше заданной, то испытание считают недействительным.

Предел текучести и вязкость могут быть измерены без дальнейшей корректировки температуры. Эти результаты соответствуют фактической температуре, а не заранее выбранной.

9.2.9 Если конечная температура, как указано в 9.2.8, отклоняется более чем на 0,2 °С, то перед началом повторного испытания выполняют следующее:

1) проверяют калибровку термометра;

2) проверяют точность датчика регулятора температуры в соответствии с 8.1;

3) проверяют циркуляцию хладагента;

4) заменяют хладагент, если он обводнен, на что указывают кристаллы льда в верхней части резервуара. Хладагент при низкой температуре абсорбирует воду и по мере ее абсорбирования его охлаждающая способность снижается;

5) проверяют, работает ли надлежащим образом охлаждающая баня;

6) проверяют погрешность программы температурного профиля и вносят соответствующие коррективы.

9.2.10 Исследуют кривую охлаждения на наличие температурных отклонений, превышающих допустимые пределы, указанные в таблице А.1.1 или А.1.2.

Проверяют, чтобы скорости охлаждения при испытании соответствовали скоростям, указанным в таблице А.1.1 для температур ниже минус 4 °С или А.1.2 — для температур ниже плюс 6 °С.

Проверяют, чтобы предварительный нагрев при 80 °С продолжался не менее 2 ч.

9.3 Определение предела текучести

9.3.1 Для каждой ячейки, начиная с самой дальней ячейки в левой стороне прибора, выполняют процедуры, указанные в 9.3.2—9.3.5.

9.3.2 Совмещают опору шкива с риской на линейке, соответствующей испытательной ячейке, таким образом, чтобы струна (нить) свешивалась с блока напротив вала ротора. Следует убедиться, что грузы не будут задевать края стола во время испытания.

9.3.3 Снимают струну (нить) с верхней опоры подшипников и осторожно укладывают ее на шкив так, чтобы не потревожить измерительную ячейку (не позволяют валу ротора вращаться).

9.3.4 Осторожно, чтобы не нарушить гелевую структуру, прикрепляют груз массой 10 г к струне (нити) и аккуратно его подвешивают. Визуально наблюдают за движением перекладины ротора (нельзя измерять предел текучести с помощью электронной оптики). Когда конец перекладины не сдвигается хотя бы на 3 мм в течение 15 с (это соответствует приблизительно двум диаметрам перекладины или повороту на 13°), записывают, что образец имеет предел текучести.

Примечание — При первом приложении нагрузки 10 г при испытании некоторых масел может произойти моментальное кратковременное движение перекладины. Если в течение 15 с не наблюдается дополнительное движение перекладины, то первоначальное движение можно не принимать во внимание.

9.3.5 Если наблюдается предел текучести, переходят к 9.5.

9.4 Измерение кажущейся вязкости

9.4.1 Прикрепляют гирю массой 150 г к струне (нити) и осторожно подвешивают. Включают таймер

(секундомер) в момент, когда перекладина вала ротора указывает прямо вперед, и продолжают измерять время в соответствии с 9.4.1.1—9.4.1.4.

9.4.1.1 Если первый полуоборот вала произойдет за время менее 10 с, измеряют и фиксируют время, необходимое для первых трех оборотов.

9.4.1.2 Если время, требуемое для полуоборота вала, 10 с или более, записывают время полного оборота и фиксируют его как время одного оборота.

9.4.1.3 Если время одного оборота превышает 60 с, заканчивают эксперимент и регистрируют его как время одного оборота «более 60». Записывают, что вязкость больше значения, рассчитанного в 10.1.

9.4.1.4 Время первых трех оборотов менее 4 с регистрируют как «менее 4 с». Записывают, что вязкость меньше значения, рассчитанного в 10.1.

9.5 Повторяют 9.3—9.4.1 для каждой из остальных ячеек слева направо.

9.6 Очистка

9.6.1 После завершения испытаний на всех ячейках выключают охлаждение и включают нагреватель, чтобы нагреть вискозиметрические ячейки до комнатной температуры или несколько больше, но не выше 50 °С.

9.6.2 Вынимают верхние оси роторов и сами роторы.

9.6.3 Удаляют из ячеек образцы масла с помощью вакуума и промывают их растворителем несколько раз, а затем два раза ацетоном. С помощью вакуума удаляют растворитель из ячеек после каждой промывки и после последней промывки дают ацетону полностью испариться.

9.6.4 Роторы промывают аналогичным способом.

10 Расчет кажущейся вязкости

10.1 Кажущуюся вязкость η_a, сП (мПа·с), рассчитывают, используя постоянную ячейки вискозиметра, полученную по уравнению 8, по формуле

$$\eta_a = C \cdot t \cdot 3/r, \qquad (9)$$

где C — постоянная ячейки вискозиметра (по уравнению 8);

t — время для числа полных оборотов ротора;

r — число полных оборотов ротора.

11 Обработка результатов

11.1 Кажущаяся вязкость и предел текучести

Записывают конечную температуру испытания, а также кажущуюся вязкость или наличие предела текучести.

11.1.1 Кажущуюся вязкость менее 5000 мПа·с (сП) записывают как «менее 5000 мПа·с (сП)».

11.1.2 Кажущуюся вязкость между 5000 и 100000 мПа·с (сП) записывают с точностью до 100 мПа·с (сП).

11.1.3 Кажущуюся вязкость между 100000 и 400000 мПа·с (сП) записывают с точностью до 1000 мПа·с (сП).

11.1.4 Кажущуюся вязкость больше 400000 мПа·с (сП) записывают как «более 400000 мПа·с (сП)».

11.1.5 При испытании пластичного материала, который дает три значения вязкости, первое значение записывают как кажущуюся вязкость по ASTM D 4684. Если необходимо, то записывают все три значения, соблюдая их последовательность.

12 Точность и отклонение

12.1 Точность

Точность метода, определенная статистическим исследованием результатов межлабораторных испытаний, приведена в 12.1.1—12.2.

12.1.1 Предел текучести

В случае оценки результатов определения типа «выдерживает/не выдерживает» в настоящее время нет общепринятого метода определения точности.

12.1.2 Кажущаяся вязкость

12.1.2.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя последовательными результатами, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянно действующих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при обычном и правильном выполнении метода испытания, не должно превышать следующие значения более чем в одном случае из двадцати.

Повторяемость (сходимость), выраженная в процентах от среднего значения кажущейся вязкости, приведена ниже:

Температура испытания, °С	Повторяемость (сходимость), % среднего значения
—15	4,2
—20	7,3
—25	11,7
—30	9,3
—35	13
—40	19,8

12.1.2.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени, не должно превышать следующие значения более чем в одном случае из двадцати. Воспроизводимость, выраженная в процентах от среднего значения кажущейся вязкости, приведена ниже:

Температура испытания, °С	Воспроизводимость, % среднего значения
—15	8,4
—25	17,5
—30	18,4
—35	35,8
—40	34,1

12.1.3 Программа межлабораторных испытаний включала следующие значения:

9 масел — при температуре минус 15 °С с участием 11 лабораторий;

9 масел — при температуре минус 20 °С в 11 лабораториях;

18 масел — при температуре минус 25 °С в 14 лабораториях;

9 масел — при температуре минус 30 °С в 13 лабораториях;

6 масел — при температуре минус 35 °С и минус 40 °С в 12 лабораториях.

12.2 Отклонение

В связи с отсутствием подходящего стандартного материала, пригодного для определения отклонения, по данному методу испытания отклонение не определено.

Приложение А
(справочное)

Температурные профили

А.1 Температурные профили для температур испытания

А.1.1 Смотри таблицы А.1—А.1.3.

Таблица А.1.1 — Температурный профиль для температур испытания от минус 20 °С до минус 40 °С

Продолжительность цикла, ч:мин	Температурный интервал[1], °С	Скорость изменения, °С/ч	Допустимое отклонение температуры[2], °С
0:20	Св. 20 до 80	—	—
2:00	От 80 » 80	—	± 1,0
0:20	» 80 » 0	—	—
0:03	» 0 » —3,0	—	—
0:07	» —3,0 » —4,0	8,5	± 0,5
0:10	» —4,0 » —5,0	6,0	± 0,2
6:00	» —5,0 » —8,0	0,5	± 0,2
36:00	» —8,0 » —20,0	0,33	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 20 °С[3]			
2:00	» —20,0 » —25,0	2,5	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 25 °С[3]			
2:00	» —25,0 » —30,0	2,5	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 30 °С[3]	Св. —30,0 до —35,0	2,5	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 35 °С[3]			
2:00	От —35,0 » —40,0	2,5	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 40 °С[3]			

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

[2] Изменение температуры не более ± 0,1 °С улучшает точность и воспроизводимость результатов определения вязкости.

[3] Предел текучести и кажущуюся вязкость измеряют в течение 30 мин после достижения температуры испытания.

Таблица А.1.2 — Температурный профиль для температур испытания минус 10 °С и минус 15 °С

Продолжительность цикла, ч:мин	Температурный интервал[1], °С	Скорость изменения, °С/ч	Допустимое отклонение температуры[2], °С
0:20	Св. 20 до 80	—	—
2:00	От 80 » 80	—	± 1,0
0:20	» 80 » 10	—	—
0:03	» 10 » 7,0	—	—

Окончание таблицы А.1.2

Продолжительность цикла, ч:мин	Температурный интервал[1], °С	Скорость изменения, °С/ч	Допустимое отклонение температуры[2], °С
0:07	Св. 7,0 до 6,0	8,5	± 0,5
0:10	» 6,0 » 5,0	6,0	± 0,2
6:00	» 5,0 » 2,0	0,5	± 0,2
36:00	» 2,0 » 10,0	0,33	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 10 °С[3]			
2:00	» —10,0 » —15,0	2,5	± 0,2
Поддерживать в этой точке температуру испытания минус 15 °С[3]			

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

[2] Изменение температуры не более ± 0,1 °С улучшает точность и воспроизводимость результатов определения вязкости.

[3] Изменение предела текучести и кажущейся вязкости следует проводить в пределах 30 мин после достижения температуры испытания.

Таблица А.1.3 — Номинальное время до достижения температуры испытания

Температура испытания, °С	Истекшее номинальное время, ч
—10	45
—15	47
—20	45
—25	47
—30	49
—35	51
—40	53

Библиография

[1] Stambaugh R.L., O'Mara J.H. «Низкотемпературные свойства моторных масел», документ SAE № 821247 или № 520509

[2] Shaub H., Smith M.F., Jr., Murphy C.K. «Прогнозирование прокачиваемости моторного масла при низких температурах с помощью мини-ротационного вискозиметра», документ SAE № 790732, опубликован в SAE SP-460 и ASTM TP-621-S4

[3] Stewart R.M., Shaub H., Smith M.F., Jr., Selby T.W. «Краткий отчет о работе ASTM по прокачиваемости моторных масел при низких температурах», документ SAE № 821206

[4] Smith M.F., Jr. «Лучший прогноз прокачиваемости моторного масла посредством более эффективного охлаждающего цикла MPY», документ SAE № 831714

[5] Henderson K.O., Manning R.E., May C.J., Rhodes R.B. «Новые температурные профили мини-ротационного вискозиметра для прогнозирования прокачиваемости моторного масла», документ SAE № 850443

УДК 662.69:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: текучесть при низких температурах; низкотемпературная вязкость; мини-ротационный вискозиметр; кажущаяся вязкость; предел текучести

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.10.2004. Подписано в печать 19.10.2004. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 464 экз. С 4209. Зак. 922.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru