



Обозначение D 446 – 07



Обозначение 71/2/95

СТАНДАРТНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ И ИНСТРУКЦИИ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ СТЕКЛЯННЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ КИНЕМАТИЧЕСКИХ ВИСКОЗИМЕТРОВ

STANDARD SPECIFICATIONS AND OPERATING INSTRUCTIONS FOR GLASS CAPILLARY KINEMATIC VISCOMETERS

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии (Росстандарт)**

ФГУ «КВФ «ИНТЕРСТАНДАРТ»

Номер регистрации: **1424-11/ASTM**
Дата регистрации: **19.05.2011**

Москва

2011 год

Данный перевод выполнен ФГУ «КВФ «Интерстандарт» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии согласно лицензии Американского общества по материалам и их испытаниям (ASTM International) 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. ASTM International не утверждает и не подтверждает эти переводы, и при любых обстоятельствах в качестве оригинальной версии может рассматриваться только английская версия со знаком копирайта ASTM International. Копирование указанных переводов какой-либо Стороной, кроме ASTM International или ФГУ «КВФ «Интерстандарт», строго запрещено в соответствии с законодательством США и международным авторским правом.

This translation is executed by FGU "CIC "Interstandard" of Federal Agency on Technical Regulating and Metrology under the license of American Society for Testing and Materials (ASTM International) 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. ASTM International does not approve and does not confirm these translations and in any cases only the English version published with a sign of ASTM International copyright can be considered as the original version. Reproduction of the specified translations by any Party, except for ASTM International or FGU "CIC "Interstandard", is strictly forbidden according to the USA legislation and international copyright.

**Федеральное государственное учреждение
Консультационно-внедренческая фирма в области
международной стандартизации и сертификации
ФГУ «КВФ «ИНТЕРСТАНДАРТ»
Ленинский проспект, д. 9,
Москва, В - 49, ГСП-1, 119991
Тел.: (499) 236-54-49, 236-43-83
Факс: (499) 230-13-72
E-mail: interst@gost.ru
Web: www.interstandart.ru**



Обозначение D 446 – 07



Обозначение 71/2/95

Стандартные технические условия и инструкции по эксплуатации стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров¹

Данный стандарт выпущен под постоянным обозначением D 446; число, непосредственно идущее после этого обозначения, указывает на год первоначального принятия стандарта или, в случае его пересмотра, год последнего пересмотра. Число в круглых скобках указывает год последнего переутверждения. Надстрочный индекс ϵ (эпсилон) указывает редакционные изменения после последнего пересмотра или переутверждения.

Данный стандарт утвержден для применения агентствами Министерства обороны США.

1. Область применения*

1.1 Данные технические условия распространяются на инструкции по эксплуатации стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров всех типов, детально описанных в Приложениях A1, A2 и A3 в следующем порядке:

Модифицированные вискозиметры Оствальда, Приложение A1

Вискозиметры с подвешенным уровнем, Приложение A2

¹ Данные технические условия находятся в ведении Комитета ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам и в непосредственной ответственности Подкомитета D02.07 по реологическим свойствам.

Настоящее издание утверждено 1 января 2007 г. Опубликовано в январе 2007 г. Первоначально был утвержден в 1966 г. как D 2515-66. Переименован в D 446 в 1977 г. Последнее предыдущее издание утверждено в 2006 г. как D 446-06.

*** Краткое описание изменений приведено в конце текста данного стандарта**

Противоточные вискозиметры, Приложение A3

1.2 Калибровка вискозиметров описана в разделе 6.

1.3 Данный стандарт распространяется на наиболее широко используемые типы вискозиметров, пригодных к применению в соответствии с Методом испытаний D 445. Могут использоваться и другие стеклянные вискозиметры капиллярного типа, способные измерять кинематическую вязкость в пределах сходимости, установленных в Методе испытаний D 445.

1.4 Значения, указанные в единицах СИ, должны рассматриваться как стандартные. Никакие другие единицы измерения не включены в данный стандарт.

2. Ссылочные документы

2.1 Стандарты ASTM:²

D 445 Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и расчет динамической вязкости)

D 2162 Методика стандартной калибровки контрольных вискозиметров и стандартных масел, предназначенных для контроля вязкости

2.2 Документы ISO:³

ISO 3104 Нефтепродукты – Прозрачные и непрозрачные жидкости – Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

ISO 3105 Стеклянные капиллярные кинематические вискозиметры – Технические условия и инструкции по эксплуатации

ISO 5725 Основные методы определения повторяемости и воспроизводимости результатов стандартных методов измерений

ISO 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

² Для поиска стандартов ASTM, на которые даны ссылки, посетите вебсайт ASTM www.astm.org или свяжитесь со Службой заказов ASTM по адресу service@astm.org. В отношении информации о томе *Ежегодника стандартов ASTM* см. страницу Document Summary на сайте ASTM

³ Можно получить в Американском национальном институте стандартов (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

ISO 25 Общие требования к калибровочным и испытательным лабораториям

2.3 Стандарты NIST:⁴

NIST 1297 Руководство по оценке и представлению неопределенности результатов измерений NIST

3. Материалы и изготовление

3.1 Для изготовления всех вискозиметров должно использоваться полностью прокаленное боросиликатное стекло с малым коэффициентом расширения. На каждом вискозиметре должны указываться калибр, серийный номер и маркировка изготовителя. Все отметки на вискозиметре должны быть вытравлены и заполнены непрозрачной краской, в противном случае отметки должны выполняться на неподвижной части вискозиметра. См. подробное описание каждого типа вискозиметра в Приложениях A1, A2 и A3.

3.2 За исключением вискозиметра ФитцСимонса и вискозиметра марки Atlantic, все остальные вискозиметры сконструированы для подсоединения к отверстию диаметром 51 мм в крышке термостатической ванны, заполненной жидкостью до глубины по крайней мере 280 мм. При этом предполагается, что поверхность жидкости будет находиться на расстоянии не более 45 мм от верхней крышки этой ванны. Для некоторых термостатических ванн, в особенности, работающих при низких или высоких температурах, может понадобиться вискозиметр с верхними трубками, более длинными, чем это показано, для обеспечения требуемого погружения в термостатическую ванну. Модифицированные таким образом вискозиметры могут использоваться для измерения кинематической вязкости в пределах сходимости измерений данным методом. Длина трубок и сосудов, показанных на рисунках, должны выбираться с точностью $\pm 10\%$ или ± 10 мм (в зависимости от того, что меньше)

⁴ Можно приобрести в Национальном институте стандартов и технологий (NIST), 100 Bureau Dr., Stop 1070, Gaithersburg, MD 20899-1070, <http://www.nist.gov>.

с тем, чтобы калибровочная постоянная вискозиметра не отличалась более чем на $\pm 15\%$ от номинального значения.

4. Перечень рисунков

4.1 Рисунки, приведенные в Приложении, содержат буквы для обозначения определенных частей каждого вискозиметра. Эти буквы также используются в тексте данного стандарта для ссылки на данный вискозиметр.

Наиболее часто используемые буквы на рисунках в Приложении таковы:

A	Нижний резервуар
B	Подвешенный уровень
Сосуды:	
C и J	Распределительные сосуды
D	Верхний резервуар
E, F и I	Сосуды с отметками
G и H	Сосуды с отметками уровня наполнения
Трубки:	
K	Переливная трубка
L	Опорная трубка
M	Нижняя вентиляционная трубка
N	Верхняя вентиляционная трубка
P	Соединительная трубка
R	Рабочая капиллярная трубка

5. Держатель вискозиметра и его регулировка

5.1 Все вискозиметры, имеющие верхний мениск непосредственно над нижним мениском (см. вискозиметр Кеннон-Фенске в Приложении A1 и все вискозиметры в Приложении A2), должны монтироваться в термостатической ванне вместе с трубкой L, установленной под углом 1° относительно вертикали, выставленной с помощью грузика-отвеса или любого другого измерительного устройства с идентичной точностью. Ряд серийно выпускаемых держателей сконструирован таким образом, что трубка L устанавливается перпендикулярно крышке термостатической ванны; несмотря на это, для гарантии вертикального положения трубки L вискозиметр должен проверяться с помощью шнура

отвеса.

5.1.1 Те вискозиметры, у которых верхний мениск смещен относительно нижнего мениска (все прочие типы вискозиметров в Приложении A1 и все вискозиметры в Приложении A3), должны монтироваться в термостатической ванне вместе с трубкой L, отклоненной на угол $0,3^\circ$ от вертикали.

5.2 Круглые металлические верхние части, спроектированные для сочленения сверху с отверстием диаметром 51 мм в крышке ванны, часто крепятся цементным компаундом к горизонтальным трубкам вискозиметров Цайтфуша и Ланца-Цайтфуша, которые затем жестко монтируются на крышке ванны. При этом прямоугольные металлические верхние части (25×59 мм) часто крепятся цементным компаундом к горизонтальной трубке вискозиметра Цайтфуша. Вискозиметры, соединяемые металлическими верхними частями, также должны устанавливаться в вертикальное положение в термостатической ванне с помощью линии отвеса.

5.3 На каждом рисунке числа, указываемые после обозначения трубки, относятся к внешнему диаметру трубки (в мм). Важно придерживаться этих диаметров и обозначенных расстояний для обеспечения взаимозаменяемости держателей.

6. Калибровка вискозиметров

6.1 Процедуры:

6.1.1 Калибруют стеклянные капиллярные кинематические вискозиметры, подпадающие под данный стандарт, с помощью процедур, описанных в Приложениях A1, A2 и A3.

6.2 Эталонные вискозиметры:

6.2.1 Выбирают прозрачное нефтяное масло, не содержащее твердых частиц и обладающее свойствами ньютоновской жидкости, с кинематической вязкостью в диапазонах, в которых работает как эталонный, так и калибруемый вискозиметр. Минимальное время протекания должно быть больше указанного

в соответствующей таблице Приложения как для эталонного, так и калибруемого вискозиметра, для того, чтобы поправки на кинетическую энергию (см. 7.1 и 7.2) могли быть менее 0,2%.

6.2.2 Выбирают калибуемый вискозиметр с известной константой C_1 , которым может быть и эталонный вискозиметр (с высотой столба жидкости по крайней мере 400 мм), который калибруется поэтапно с использованием вискозиметра с существенно большим диаметром капилляра, начиная с дистиллированной воды, используемой в качестве базового стандарта кинематической вязкости, или стандартного вискозиметра того же типа, который будет калиброваться путем сравнения с эталонным вискозиметром. См. Метод испытаний D 2162.

6.2.3 Монтируют откалиброванный вискозиметр вместе с калибруемым вискозиметром в одной и той же ванне и определяют времена протекания масла в соответствии с Методом испытаний D 445.

6.2.3.1 Калибровка эталонного вискозиметра должна производиться только в авторитетной лаборатории, удовлетворяющей требованиям, например, Руководства ISO 25.

6.2.4 Рассчитывают константу вискозиметра C_1 по следующей формуле:

$$C_1 = (t_2 \times C_2)/t_1 \quad (1)$$

где:

- C_1 - постоянная вискозиметра, подлежащего калибровке,
- t_1 - время протекания жидкости с округлением в 0,1 с в вискозиметре, который подлежит калибровке,
- C_2 - постоянная откалиброванного вискозиметра, и
- t_2 - время протекания с округлением в 0,1 с в откалиброванном вискозиметре.

6.2.5 Повторяют операции 6.2.1-6.2.3 с использованием второго масла, чье время протекания по крайней мере на 50 % больше, чем у первого масла.

Если два значения C_1 будут отличаться друг от друга менее чем на 0,2 % для вискозиметров, перечисленных в Приложениях A1 и A2, и менее 0,3 % для вискозиметров, перечисленных в Приложении A3, то используют их для усреднения. Если эти константы будут отличаться друг от друга более указанных выше величин, то повторяют процедуру измерений, принимая во внимание все возможные источники погрешностей.

6.2.5.1 Калибровочная постоянная C зависит от ускорения силы тяжести в месте калибровки и поэтому она должна предоставляться лабораторией по стандартизации вместе с постоянной прибора. В тех случаях, когда ускорение силы тяжести g будет отличаться более чем на 0,1%, производят корректировку калибровочной постоянной с помощью следующей формулы:

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

где индексы 1 и 2 указывают на принадлежность значений к лаборатории по стандартизации и испытательной лаборатории, соответственно.

6.3 Сертифицированные эталоны вязкости:

6.3.1 Сертифицированные эталоны вязкости должны быть сертифицированы лабораторией, которая по независимой оценке признана соответствующей требованиям ISO 17025. Должна быть возможность сопоставления сертифицированных эталонов вязкости с процедурами на образцовом вискозиметре, описанным в Методике D 2162.

6.3.1.1 Неопределенность сертифицированного эталона вязкости должна быть указана для каждого сертифицированного значения ($k=2$, при 95%-ной достоверности). См. ISO 5725 или NIST 1297.

6.3.2 Выбирают из табл. 1 сертифицированный эталон вязкости с требуемой кинематической вязкостью при температуре калибровки и в пределах диапазона калибровки вискозиметра и минимальном времени протекания, превышающем указанное в соответствующей таблице приложения. Определяют время протекания с округлением 0,1 с в соответствии с Методом испытаний D 445, и рассчитывают постоянную C по следующей формуле:

$$C = v/t \quad (3)$$

где:

v - кинематическая вязкость, мм²/сек, для сертифицированного эталона вязкости, и

t - время протекания, с.

6.3.3 Повторяют вышеперечисленные операции с вторым сертифицированным эталоном вязкости, чье время протекания по крайней мере на 50% больше, чем у первого сертифицированного эталона вязкости. Если два значения C будут отличаться друг от друга менее чем на 0,2 % для вискозиметров, перечисленных в Приложениях A1 и A2, и менее 0,3 % для вискозиметров, пречисленных в Приложении A3, то используют усредненное значение как постоянную вискозиметра, подлежащего калибровке. Если эти константы будут отличаться друг от друга на более чем указанные выше величины, то повторяют процедуру, принимая во внимание все возможные источники погрешностей.

Таблица 1. Сертифицированные эталоны вязкости

Обозначение	Приближенные значения кинематической вязкости, мм ² /сек					
	20°C	25°C	40°C	50°C	80°C	100°C
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	...	...

6.4 Форма указания постоянной вискозиметра:

6.4.1 Указывают в протоколе испытаний постоянную вискозиметра с округлением 0,1%, что в общем случае означает наличие четырех значащих цифр от 1×10^N до $6,999 \times 10^N$ и трех значащих цифр - от 7×10^N до $9,99 \times 10^N$.

7. Расчет кинематической вязкости

7.1 Основная формула:

7.1.1 Кинематическая вязкость в мм²/сек может выражаться через размеры вискозиметра по следующей формуле:

$$\nu = (10^6 \pi g D^4 H t / 128 V L) - E/t^2 \quad (4)$$

где:

ν - кинематическая вязкость, мм²/с,

g - ускорение силы тяжести, м/с²,

D - диаметр капилляра, м,

L - длина капилляра, м,

H - среднее расстояние между верхним и нижним менисками, м,

V - рассчитанный по времени объем жидкости, проходящей через капилляр, м³ (приблизительно равный объему распределительного сосуда),

E - индекс кинетической энергии, мм²·с, и

T - время протекания, с.

7.1.2 Если выбран такой вискозиметр, у которого превышено минимальное время протекания, указанное в таблицах Приложений A1, A2 и A3, то член E/t^2 , ответственный за кинетическую энергию, становится незначительным, и поэтому Выражение 4 может быть упрощено путем группирования неизменных членов в постоянную C следующим образом:

$$\nu = C \cdot t \quad (5)$$

7.2 Коррекция на кинетическую энергию:

7.2.1 Вискозиметры, описанные в Приложениях A1, A2 и A3 спроектированы таким образом, чтобы поправочный член на кинетическую энергию E/t^2 был малым при времени протекания более 200 с. В случае применения вискозиметров с несколькими размерами (для измерений жидкостей с низкими кинематическими вязкостями) минимальное время протекания должно быть более 200 с, чтобы поправочный член на

кинетическую энергию E/t^2 мог считаться незначительным. Требуемые минимальные времена протекания указаны в сносках к соответствующим таблицам размеров вискозиметров, приведенных в Приложениях A1, A2 и A3.

7.2.2 Для вискозиметров, чьи константы составляют не более $0,05 \text{ мм}^2/\text{с}^2$, коррекция на кинетическую энергию будет существенна, если не наблюдается время протекания менее 200 с. Где это невозможно, Выражение (5) принимает следующий вид:

$$\text{Кинематическая вязкость, мм}^2/\text{с} = Ct - E/t^2 \quad (6)$$

где:

E - индекс кинетической энергии, $\text{мм}^2 \times \text{с}$,

C - постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$,

T - время протекания, с.

7.2.3 Хотя индекс кинетической энергии E не является постоянным, его можно аппроксимировать с помощью следующего соотношения:

$$E = 52,5 V^{3/2} / L (Cd)^{1/2} \quad (7)$$

где:

(с использованием единиц, приведенных на рис. A1.1-A3.4)

V - объем распределительного сосуда, мл,

L - рабочая длина капилляра, мм,

D - рабочий диаметр капилляра, мм,

C - постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Индекс кинетической энергии для некоторых конструкций вискозиметров и используемых времен протекания может приводить к существенным погрешностям измерения кинематической вязкости. Определяют влияние индекса кинематической энергии для вискозиметров, не описанных в данных технических условиях.

7.3 Максимальное время протекания:

7.3.1 В качестве рекомендуемого максимального времени протекания для вискозиметра в рамках данного стандарта устанавливается произвольный

предел в 1000 с, однако могут использоваться и большие времена протекания.

7.4 *Коррекция на поверхностное натяжение:*

7.4.1 Если два мениска во время протекания жидкости обладают различными средними диаметрами и если поверхностное натяжение пробы существенно отличается от существующего у калибровочной жидкости, то требуется коррекция результатов на поверхностное натяжение. Скорректированное значение постоянной C (C_2) приближенно задается с помощью следующей формулы:

$$C_2 = C_1[1 + (2/g h)(1/r_u - 1/r_l) \cdot (\gamma_1/\rho_1 - \gamma_2/\rho_2)] \quad (8)$$

где:

- g - ускорение силы тяжести, м/с^2 ,
- h - средняя высота столба жидкости, м ,
- r_u - средний радиус верхнего мениска, м ,
- r_l - средний радиус нижнего мениска, м ,
- γ - коэффициент поверхностного натяжения, Н/м , и
- ρ - плотность, кг/м^3 .

Индексы 1 и 2 относятся к значениям, относящимся к калибровочной жидкости и испытуемой порции, соответственно.

7.4.2 Для проведения коррекции в ряде вискозиметров предусмотрены средства для минимизации коррекции на поверхностное натяжение. Наиболее часто встречающаяся коррекция вискозиметра – это его калибровка по воде, которая используется для масла. В общем случае вискозиметры используются и калибруются по тем углеводородам, чье поверхностное натяжение достаточно близко для подобных коррекций.

7.5 *Влияние температуры:*

7.5.1 Постоянная вискозиметра C не зависит от температуры для всех тех вискозиметров, которые имеют объем пробы, отрегулированный при температуре ванны, а также в случае использования всех вискозиметров с

подвешенным уровнем.

7.5.2 Следующие вискозиметры с фиксированным объемом и заполняемые при температуре окружающей среды, имеют постоянную вискозиметра C , которая изменяется с изменением температуры: стандартные вискозиметры Кеннона-Фенске, вискозиметр Пинкевича, полумикровискозиметр Кеннона-Маннинга и вискозиметр Кеннона-Фенске для измерения непрозрачных жидкостей.

7.5.3 Для расчета постоянной вискозиметра при температурах, отличающихся от используемой при калибровке стандартного вискозиметра Кеннона-Фенске, вискозиметра Пинкевича, полумикровискозиметра Кеннона-Маннинга, можно использовать следующую формулу:

$$C_2 = C_1[1 + (4000V(\rho_2 - \rho_1))/\pi D^2 h \rho_2] \quad (9)$$

где:

C_1 - постоянная вискозиметра при его заполнении и калибровке при той же температуре,

V - объем дозы пробы, мл,

D - средний диаметр мениска в нижнем резервуаре в вискозиметрах Кеннона-Фенске и Пинкевича, и в полумикровискозиметре Кеннона-Маннинга, а также в верхнем резервуаре вискозиметра Кеннона-Фенске для непрозрачных жидкостей, мм,

h - средняя высота столба жидкости, мм,

ρ_1 - плотность испытуемой жидкости при температуре заполнения, $\text{кг/м}^3 \times 10^{-3}$, и

ρ_2 - плотность испытуемой жидкости при температуре испытаний, $\text{кг/м}^3 \times 10^{-3}$.

7.5.4 Зависимость постоянной C от температуры в вискозиметре Кеннона-Фенске для измерения непрозрачных жидкостей (противоточного типа) выражается следующей формулой:

$$C_2 = C_1[1 - (4000V(\rho_2 - \rho_1))/\pi D^2 h \rho_2)] \quad (9)$$

8. Ключевые слова

8.1 кинематическая вязкость; вискозиметр; вязкость

ПРИЛОЖЕНИЯ (Обязательная информация)

A1. МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ВИСКОЗИМЕТРЫ ОСТВАЛЬДА

A1.1 Общие сведения

A1.1.1 Следующие вискозиметры модифицированного оствальского типа для непрозрачных жидкостей соответствуют основной конструкции вискозиметра Оствальда, однако были модифицированы для обеспечения постоянства свойств испытуемой порции в вискозиметре, как это указано в A1.1.2 и A1.1.3.

A1.1.2 Указанные вискозиметры используются для измерения кинематической вязкости прозрачных ньютоновских жидкостей до вязкостей 20 000 мм²/с.

A1.1.3 Для модифицированных вискозиметров Оствальда подробные чертежи, размеры, номинальные константы, диапазон кинематических вязкостей, диаметр капилляра и объемы сосудов для каждого типа вискозиметра указаны на рис. A1.1-A1.7.

A1.1.3.1 Постоянный объем при температуре заполнения:

- (1) Стандартный вискозиметр Кеннона-Фенске
- (2) Полумикровискозиметр Кеннона-Маннинга
- (3) Вискозиметр Пинкевича

A1.1.3.2 Постоянный объем при температуре испытаний:

- (1) Вискозиметр Цайтфуша⁵
- (2) SIL - вискозиметр
- (3) Вискозиметр типа BS с U-образной трубкой
- (4) Миниатюрный вискозиметр типа BS с U-образной трубкой

A1.2 Инструкции по эксплуатации

A1.2.1 Стандартная рабочая процедура, применимая для всех стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров, описана в Методе испытаний D 445. Инструкции по эксплуатации модифицированных вискозиметров Оствальда приведены в A1.2.2-A1.2.7, с особым вниманием к процедурам, специфичным для определенной группы вискозиметров.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.1 — Методы ISO 3104 и 3105 соответствуют Методам испытаний D 445 и D 446, соответственно.

A1.2.2 Выбирают чистый, сухой и откалиброванный вискозиметр, обладающий временем протекания более 200 с или с минимальным размером, указанным в таблице размеров (в зависимости от того, что больше).

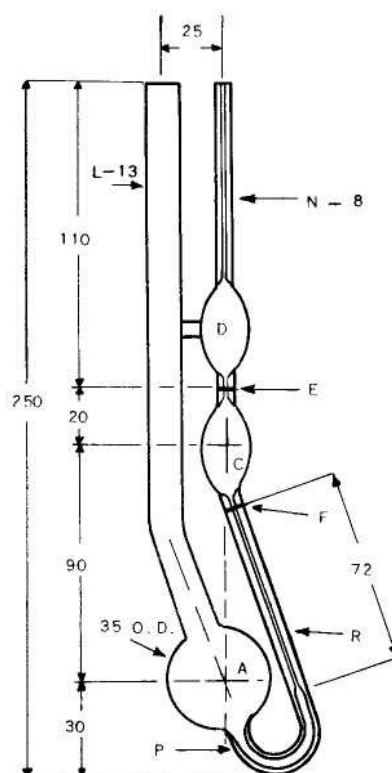
A1.2.3 Заливают вискозиметр способом, определяемым конструкцией прибора и его работой при условиях, которые использовались при его калибровке. Если ожидается или известно о том, что проба содержит волокна или твердые частицы, то необходимо использовать перед заливкой (или в ее процессе) фильтр с ячеистостью 75 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ A1.2 — Для минимизации возможности прохождения частиц через фильтр рекомендуется поддерживать минимальный период между фильтрацией и заливкой пробы.

A1.2.3.1 Для заливки стандартного вискозиметра Кеннона-Фенске, полумикровискозиметра Кеннона-Маннинга и вискозиметра Пинкевича следует перевернуть вискозиметр и создать разрежение в трубке L (вискозиметр Пинкевича имеет боковой отвод O, в котором создается разрежение, с

⁵ Zeitfuchs (Цайтфуш) – это торговая марка компании Cannon Instrument Co., P. O. Box 16, State College, PA 16804-0016.

отростком к трубке L, используемым для контроля протекания жидкости) с трубкой N, погруженной в жидкую пробу.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 — Только для калибра 25: прямой капилляр N распространяется между сосудами D и C на расстояние 10 мм ниже сосуда C; установочная метка F нанесена по окружности этого капилляра.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Внутренний диаметр трубок N, E и P, мм	Объем сосуда, мл (±5%)	
					D	C
25	0,002	от 0,5 ⁴ до 2	0,30	от 2,6 до 3,0	3,1	1,6
50	0,004	от 0,8 до 4	0,44	от 2,6 до 3,0	3,1	3,1
75	0,008	от 1,6 до 8	0,54	от 2,6 до 3,2	3,1	3,1
100	0,015	от 3 до 15	0,63	от 2,8 до 3,6	3,1	3,1
150	0,035	от 7 до 35	0,78	от 2,8 до 3,6	3,1	3,1
200	0,1	от 20 до 100	1,01	от 2,8 до 3,6	3,1	3,1
300	0,25	от 50 до 250	1,27	от 2,8 до 3,6	3,1	3,1
350	0,5	от 100 до 500	1,52	от 3,0 до 3,8	3,1	3,1
400	1,2	от 240 до 1200	1,92	от 3,0 до 3,8	3,1	3,1
450	2,5	от 500 до 2500	2,35	от 3,5 до 4,2	3,1	3,1
500	8	от 1600 до 8000	3,20	от 3,7 до 4,2	3,1	3,1
600	20	от 4000 до 20000	4,20	от 4,4 до 5,0	4,3	3,1

⁴ Минимальное время протекания 250 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

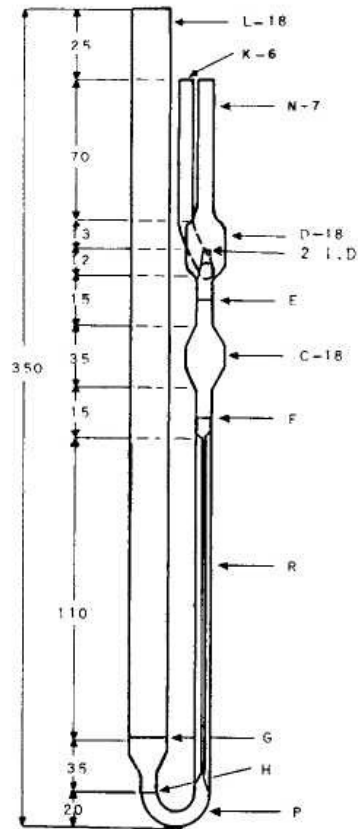
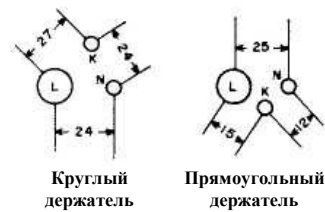
Рис. A1.1. Стандартный вискозиметр Кеннона-Фенске для измерения прозрачных жидкостей

Подводят уровень пробы к отметке F в стандартном вискозиметре Кеннона-Фенске и вискозиметре Пинкевича, а также до отметки заполнения G в полумикровискозиметре Кеннона-Маннинга. Монтируют вискозиметр в крайне правом положении в термостабильной ванне, поддерживая трубку L в вертикальном положении.

A1.2.3.2 Монтируют вискозиметр Цайтфуша в термостабильной ванне, поддерживая трубку L в вертикальном положении. Заливают пробу через трубку L до отметки заполнения G. В течение 15 мин дают возможность пробе достичь температуры ванны и освободиться от пузырьков воздуха. Подсоединяют магистраль откачки к трубке K с помощью запорного крана и ловушки. Медленно подводят уровень пробы в распределительном сосуде путем частичного открытия запорного крана в магистрали откачки и частичного закрытия пальцем трубки N. Дают возможность избыточной жидкости перетечь в сосуд D и через трубку K – в ловушку в магистрали откачки. Как только уровень жидкости в трубке L достигнет точки, превышающей на 2 – 5 мм отметку заполнения H, фиксируют ее в этой точке путем попеременного открывания/закрывания пальцем трубки N, соединяющей вискозиметр с атмосферой на время, указанное в табл. A 1.1 и показывающее время, необходимое для спуска образца через стенки трубки L.

Таблица A1.1. Время опорожнения для проб с различными диапазонами кинематической вязкости в вискозиметре Цайтфуша

Кинематическая вязкость пробы, мм ² /с	Время опорожнения, с
Менее 10	от 10 до 20
от 10 до 100	от 40 до 60
от 100 до 1000	от 100 до 120
Более 1000	от 180 до 200



ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Внутренний диаметр трубок P, E и F, мм	Объем сосуда C, мл (±5%)
1	0,003	от 0,6 до 3	0,42	от 3,8 до 4,2	3,0
2	0,01	от 2 до 10	0,59	от 3,8 до 4,2	4,0
3	0,03	от 6 до 30	0,78	от 3,8 до 4,2	4,0
4	0,1	от 20 до 100	1,16	от 3,8 до 4,2	5,0
5	0,3	от 60 до 300	1,54	от 3,8 до 4,2	5,0
6	1,0	от 200 до 1000	2,08	от 3,8 до 4,2	5,0
7	3,0	от 600 до 3000	2,76	от 3,8 до 4,2	5,0

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А1.2. Вискозиметр Цайтфуша для измерения прозрачных жидкостей

(1) Регулируют рабочий объем путем подведения мениска к нижней части столба жидкости, в точности к отметке заполнения Н, убедившись в полном

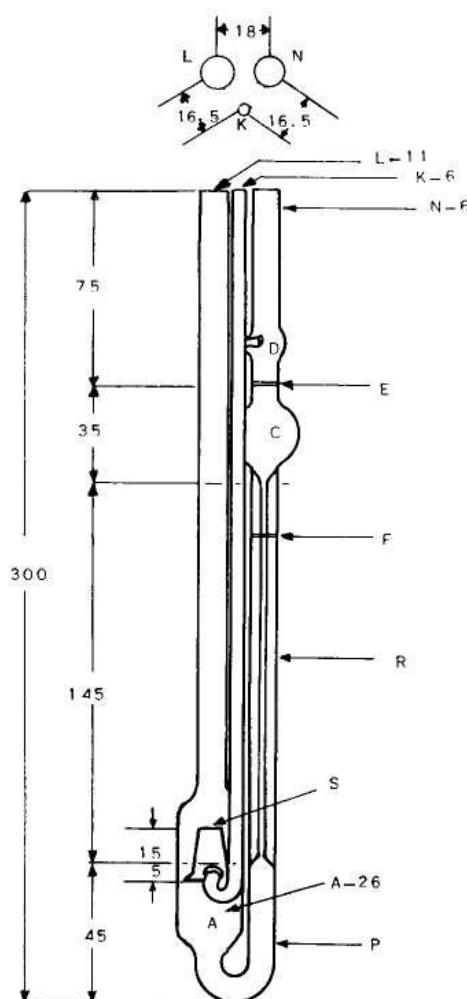
заполнении жидкостью вискозиметра между отметкой Н и кончиком переточной трубки в сосуде D; после окончательной регулировки рабочего объема отнимите палец или отсоедините вискозиметр от магистрали откачки. Окончательную регулировку можно производить путем отсоединения откачки и создания давления в восходящей трубке L с помощью резиновой груши.

A1.2.3.3 Заливают SIL - вискозиметр путем его наклона на угол порядка 30° относительно вертикали, при положении сосуда A ниже капилляра R. Вводят достаточное количество пробы через трубку L в сосуд A для полного заполнения и перелива части пробы в продольный канал. Возвращают вискозиметр в вертикальное положение и монтируют его в термостатической ванне так, чтобы трубка находилась в вертикальном положении. Количество заливаемой пробы должно быть таким, чтобы его уровень в нижнем резервуаре находился на 3 – 14 мм выше отверстия S. При этом проба будет подниматься в капилляре R несколько выше отверстия S. После достижения термодинамического равновесия удаляют избыточное количество пробы из продольного канала путем откачки через трубку K.

A1.2.3.4 Монтируют вискозиметр типа BS с U-образной трубкой или миниатюрный вискозиметр типа BS/U/M в термостатической ванне, поддерживая трубку L в вертикальном положении. С помощью длинной пипетки (при минимальном смачивании трубки L выше отметки заполнения G) заполняют сосуд A с небольшим запасом. После выдержки пробы с целью достижения термодинамического равновесия с температурой ванны регулируют объем пробы путем приведения уровня жидкости к отметке заполнения G (с точностью 0,2 мм), откачивая образец пипеткой.

A1.2.4 Дают возможность заполненному вискозиметру оставаться в ванне достаточно долго для достижения им температуры испытаний. Поскольку это время может быть различным для различных типов приборов, температур и кинематических вязкостей, то следует устанавливать время достижения равновесия опытным путем (достаточным должно быть время порядка 30 мин,

за исключением проб с наивысшими кинематическими вязкостями). Одна ванна часто используется для установки нескольких вискозиметров. Никогда дополнительно не устанавливайте и не удаляйте вискозиметр в процессе измерений времен протекания у других установленных вискозиметров.



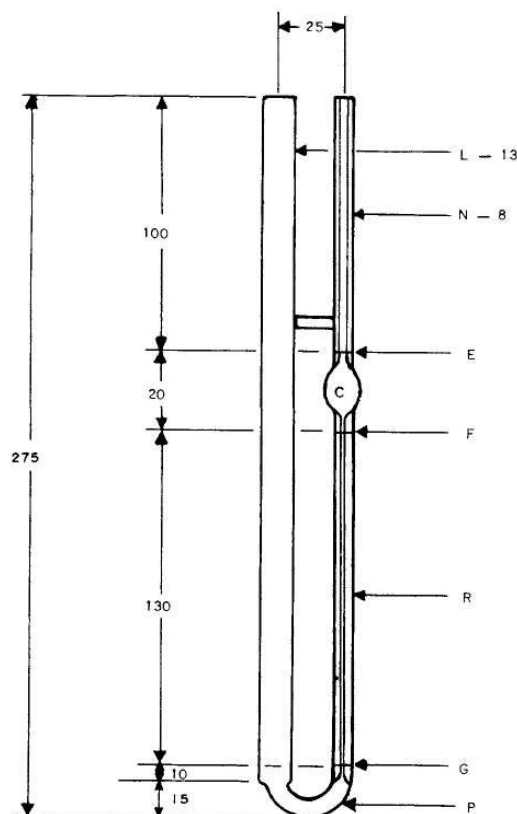
ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номиналь-ная постоянная вискозиметра (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диа-метр трубки R, мм (±2%)	Внутренний диа- метр трубок E и P, мм	Объем сосуда C, мл (±5%)
0C	0,003	от 0,6 до 3	0,41	от 4,5 до 5,5	3,0
1	0,01	от 2,0 до 10	0,61	от 4,5 до 5,5	4,0
1C	0,03	от 6 до 30	0,79	от 4,5 до 5,5	4,0
2	0,1	от 20 до 100	1,14	от 4,5 до 5,5	5,0
2C	0,3	от 60 до 300	1,50	от 4,5 до 5,5	5,0
3	1,0	от 200 до 1000	2,03	от 4,5 до 5,5	5,0
3C	3,0	от 600 до 3000	2,68	от 4,5 до 5,5	5,0
4	10,0	от 2000 до 10000	3,61	от 4,5 до 5,5	5,0

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. A1.3. SIL - вискозиметр для измерения прозрачных жидкостей

A1.2.5 Создают разрежение (или избыточное давление, если проба содержит летучие компоненты) для закачки пробы в сосуд С до уровня, находящегося примерно на 5 мм выше верхней установочной отметки Е. Снимают разрежение и позволяют пробе стечь самотеком.

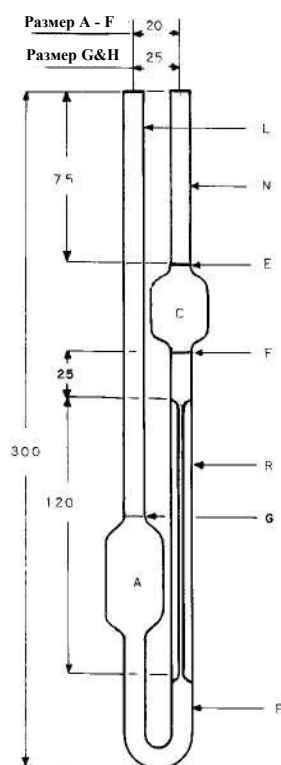


ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номиналь-ная посто-янная виско-зиметра (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Внутренний диаметр трубок		Объем сосуда C, мл (±5%)
				N и F, мм	P, мм	
25	0,002	от 0,4 до 2,0	0,22 ± 0,01	от 11,0 до 1,2	от 0,4 до 0,7	0,31
50	0,004	от 0,8 до 4	0,26 ± 0,01	от 11,0 до 1,2	от 0,5 до 0,8	0,31
75	0,008	от 1,6 до 8	0,31 ± 0,01	от 1,1 до 1,3	от 0,6 до 0,8	0,31
100	0,015	от 3 до 15	0,36 ± 0,02	от 1,2 до 1,4	от 0,7 до 0,9	0,31
150	0,035	от 7 до 35	0,47 ± 0,02	от 1,2 до 1,4	от 0,8 до 1,0	0,31
200	0,1	от 20 до 100	0,61 ± 0,02	от 1,4 до 1,7	от 0,9 до 1,2	0,31
300	0,25	от 50 до 250	0,76 ± 0,02	от 1,5 до 1,8	от 1,2 до 1,6	0,31
350	0,5	от 100 до 500	0,90 ± 0,03	от 1,8 до 2,2	от 1,5 до 1,8	0,31
400	1,2	от 240 до 1200	1,13 ± 0,03	от 2,0 до 2,4	от 1,6 до 2,0	0,31
450	2,5	от 500 до 2 500	1,40 ± 0,04	от 2,2 до 2,6	от 2,0 до 2,5	0,31
500	8	от 1600 до 8000	1,85 ± 0,05	от 2,5 до 2,8	от 2,5 до 2,8	0,31
600	20	от 4000 до 20000	2,35 ± 0,05	от 3,0 до 3,4	от 2,7 до 3,0	0,31

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. A1.4. Полумикровискозиметр Кеннона-Маннинга для измерения прозрачных жидкостей



ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Внешний диаметр трубок		Объем сосуда C, мл (±5%)	Расстояние по вертикали от т. F до т. G, мм	Внешний диаметр сосудов A и C, мм
				L, P и N, мм	N, мм			
A	0,003	от 0,9 ^B до 3	0,50	от 8 до 9	от 6 до 7	5,0	91 ± 4	от 21 до 23
B	0,01	от 2,0 до 10	0,71	от 8 до 9	от 6 до 7	5,0	87 ± 4	от 21 до 23
C	0,03	от 6 до 30	0,88	от 8 до 9	от 6 до 7	5,0	83 ± 4	от 21 до 23
D	0,1	от 20 до 100	1,40	от 9 до 10	от 7 до 8	10,0	78 ± 4	от 25 до 27
E	0,3	от 60 до 300	2,00	от 9 до 10	от 7 до 8	10,0	73 ± 4	от 25 до 27
F	1,0	от 200 до 1000	2,50	от 9 до 10	от 7 до 8	10,0	70 ± 4	от 25 до 27
G	3,0	от 600 до 3000	4,00	от 10 до 11	от 9 до 10	20,0	60 ± 3	от 32 до 35
H	10,0	от 2000 до 10000	6,10	от 10 до 11	от 9 до 10	20,0	50 ± 3	от 32 до 35

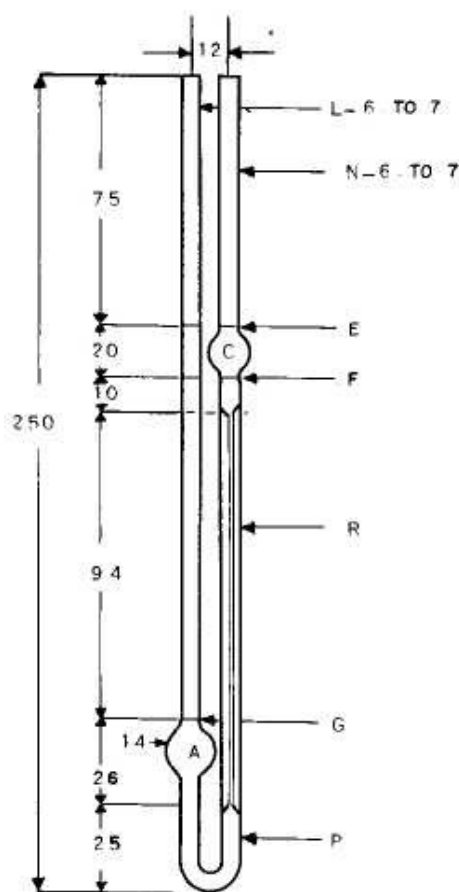
^A Для изготовления трубок N, P и L используют трубки с толщиной стенок от 1 до 1,25 мм.

^B Минимальное время протекания 300 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

Рис. A1.5. Вискозиметр типа BS с U-образной трубкой для измерения прозрачных жидкостей

A1.2.6 Измеряют с точностью 0,1 с время, необходимое для прохождения передним краем мениска расстояния между установочными отметками E и F. Если это время протекания оказывается меньше минимального времени протекания, определенного для данного вискозиметра, то выбирают

вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют операции по A1.2.3-A1.2.6.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Внешний диаметр трубок L, N и P ^B , мм	Объем сосуда C, мл (±5%)
M1	0,001	от 0,2 до 1	0,20	от 6 до 7	0,50
M2	0,005	от 1 до 5	0,30	от 6 до 7	0,50
M3	0,015	от 3 до 15	0,40	от 6 до 7	0,50
M4	0,04	от 8 до 40	0,50	от 6 до 7	0,50
M5	0,1	от 20 до 100	0,65	от 6 до 7	0,50

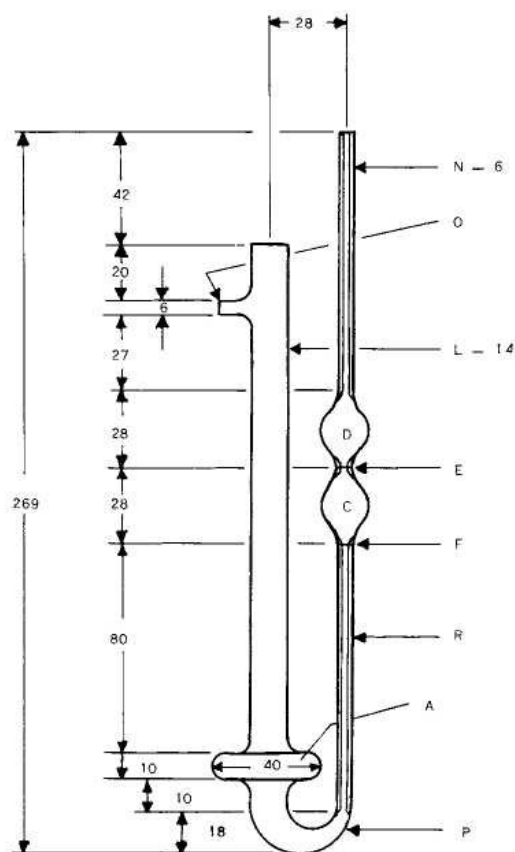
^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

^B Для изготовления трубок N, P и L используют трубки с толщиной стенок от 1 до 1,25 мм.

Рис. A1.6. Миниатюрный вискозиметр типа BS/U/M для измерения прозрачных жидкостей

A1.2.7 Повторяют операции по A1.2.5 - A1.2.6, выполняя дублирующие измерения времен протекания. Если результаты двух измерений согласуются в

пределах определяемости, задаваемых Методом испытаний D 445 для измеряемых продуктов, то для расчета кинематической вязкости используют усреднение.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2 %)	Объем сосуда, мл (±5 %)	
				D	C
0	0,0017	от 0,6 ^A до 1,7	0,40	3,7	3,7
1	0,0085	от 1,7 до 8,5	0,60	3,7	3,7
2	0,027	от 5,4 до 27	0,80	3,7	3,7
3	0,065	от 13 до 65	1,00	3,7	3,7
4	0,14	от 28 до 140	1,20	3,7	3,7
5	0,35	от 70 до 350	1,50	3,7	3,7
6	1,0	от 200 до 1000	2,00	3,7	3,7
7	2,6	от 520 до 2600	2,50	3,7	3,7
8	5,3	от 1060 до 5300	3,00	3,7	3,7
9	9,9	от 1980 до 9900	3,50	3,7	3,7
10	17	от 3400 до 17000	4,00	3,7	3,7

^A Минимальное время протекания 350 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

Рис. A1.7. Вискозиметр Пинкевича для измерения прозрачных жидкостей

A1.2.8 Тщательно очищают вискозиметр путем нескольких промывок соответствующим растворителем, полностью совместимым с пробой, с последующим ополаскиванием его полностью улетучивающимся растворителем. Сушат вискозиметр путем пропускания через него медленного потока сухого профильтрованного воздуха в течение 2 мин (или до полного удаления последних следов растворителя). Не рекомендуется использовать очищающие щелочные растворы, поскольку они могут оказывать влияние на результаты калибровки вискозиметров.

A2. ВИСКОЗИМЕТРЫ С ПОДВЕШЕННЫМ УРОВНЕМ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПРОЗРАЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

A2.1 Общие сведения

A2.1.1 Вискозиметры с подвешенным уровнем включают в себя вискозиметры типов BS/IP/SL, BS/IP/SL(S), BS/IP/MSL, вискозиметр Юбберлоде, вискозиметр Кеннона-Юбберлоде, полумикровискозиметр Кеннона-Юбберлоде и вискозиметры ФитцСимонса и модели Atlantic. Отличительная особенность вискозиметров с подвешенным уровнем состоит в том, что жидкость находится в подвешенном состоянии в целиком заполненном капилляре, что обеспечивает постоянство высоты столба жидкости и ее независимость от количества пробы, заполняющей вискозиметр, и делает постоянную вискозиметра независимой от температуры. Путем выбора диаметра нижнего мениска равным диаметру верхнего мениска коррекция на поверхностное натяжение существенно снижается. Вискозиметры с подвешенным уровнем используются для измерений кинематической вязкости прозрачных ньютоновских жидкостей с вязкостями до $100\,000\text{ мм}^2/\text{с}$.

A2.1.2 Для вискозиметров с подвешенным уровнем подробные чертежи, размеры, номинальные постоянные вискозиметра, диапазон кинематических вязкостей, диаметр капилляра и объемы сосудов указаны на рис. A2.1-A2.7.

A2.2 Инструкции по эксплуатации

A2.2.1 Стандартная рабочая процедура, применимая для всех стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров, приведена в Методе испытаний D 445. Инструкции по эксплуатации противоточных вискозиметров приведены в A2.2.2-A2.2.7, с особым вниманием к процедурам, специфичным для определенной группы вискозиметров.

ПРИМЕЧАНИЕ A2.1 — Методы ISO 3104 и 3105 соответствуют методам испытаний D 445 и D 446, соответственно.

A2.2.2 Выбирают чистый, сухой и откалиброванный вискозиметр, обладающий временем протекания более 200 с или с минимальным размером, указанным в таблице размеров (в зависимости от того, что больше).

A2.2.3 Заливают вискозиметр способом, определяемым конструкцией прибора и его работой при условиях, которые использовались его при калибровке. Если ожидается или известно о том, что проба содержит волокна или твердые частицы, то необходимо использовать перед заливкой (или в ее процессе) фильтр с ячеистостью 75 мкм (см. прим. A1.1).

A2.2.3.1 Заливают вискозиметры Юбберлоде и Кеннона-Юбберлоде путем их наклона на угол порядка 30° относительно вертикали, вводя достаточное количество пробы через трубку L в сосуд A таким образом, чтобы при возврате вискозиметра в строго вертикальное положение мениск будет находиться между отметками заполнения G и H, а трубка P будет целиком заполнена без захвата воздуха и перелива в продольный канал. Монтируют вискозиметр в термостабильной ванне, поддерживая трубку L в вертикальном положении. Для облегчения заливки сверхвязких жидкостей вискозиметр можно переворачивать вместе с трубкой L, находящейся в пробе. Создают разрежение в трубке N, закрыв пальцем или резиновой пробкой трубку M, подают достаточное количество пробы в трубку L таким образом, чтобы после ее очистки и установки вискозиметра в термостатическую ванну сосуд A был заполнен описанным выше способом. В полумикровискозиметре Кеннона-

Юбберлоде отметки G и H отсутствуют, поскольку он рассчитан на работу с разведением и микродозами; заливают достаточное количество пробы через трубку L в сосуд A, обеспечивая заполнение капилляра R и сосуд C в соответствии с A2.2.6.

A2.2.3.2 Заливают вискозиметры типа BS/IP/SL, BS/IP/SL(S) и BS/IP/MSL и вискозиметр ФитцСимонса через трубку L достаточным для заполнения сосуда A (но не сосуда B) количеством пробы. Вискозиметр может устанавливаться вертикально в термостатической ванне либо перед, либо после заливки пробы в вискозиметр.

A2.2.3.3 Жестко монтируют вискозиметр модели Atlantic в термостатической ванне с расширением S, установленным на разрезной втулке и на нижнем конце капиллярной трубке R, на расстоянии 25 мм от нижней части ванны. Заливают пробу в чистую колбу емкостью 50 мл. Загружают вискозиметр путем установки этой колбы с пробой над трубкой L таким образом, чтобы она была полностью погружена в пробу. Медленно создают разрежение в трубке N с помощью трехходового стопорного крана O. Подают пробу в вискозиметр, заполняя капилляр R, распределительный сосуд C и (частично) – сосуд D. Закрывают кран O, удерживая пробу в вискозиметре. При наличии пробы небольшого объема можно соединить короткой, заткнутой пробкой стеклянной трубкой колбу с нижней частью капилляра R и затем подать пробу согласно описанной выше процедуре.

A2.2.4 Дают возможность заполненному вискозиметру оставаться в ванне достаточно долго для достижения им температуры испытаний. Поскольку это время может быть различным для различных типов приборов, температур и кинематических вязкостей, то следует устанавливать время достижения равновесия опытным путем (достаточным должно быть время порядка 30 мин, за исключением проб с наивысшими кинематическими вязкостями). Одна ванна часто используется для установки нескольких вискозиметров. Никогда дополнительно не устанавливают и не удаляют вискозиметр в процессе

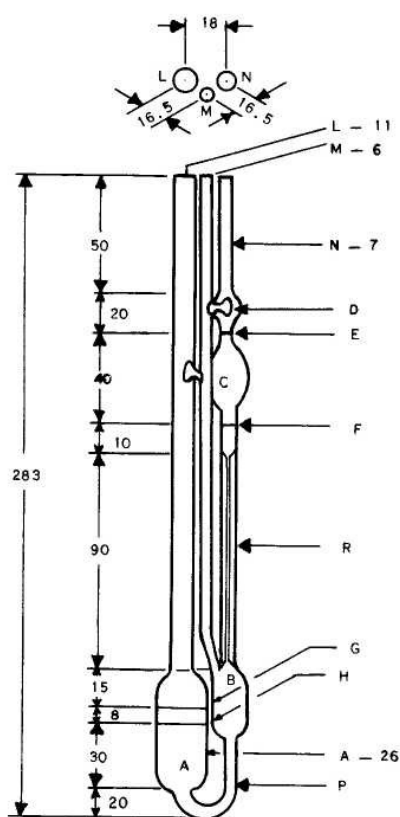
измерений времен протекания у других установленных вискозиметров.

A2.2.5 За исключением вискозиметра марки Atlantic, который уже заполнен пробой, в других вискозиметрах закрывают пальцем трубку М и создают разрежение (или избыточное давление, если проба содержит летучие компоненты) для закачки обпробы в сосуд С до уровня, находящегося примерно на 8 мм выше верхней установочной отметки Е. Снимают разрежение в трубке N и немедленно перемещают палец с трубки М на трубку N, сохраняя при этом мениск выше отметки Е до тех пор, пока нижний мениск не снизится до конца капилляра R в сосуде В. Снимают палец и дают возможность пробе стечь самотеком.

A2.2.6 Измеряют с точностью 0,1 с время, необходимое для прохождения передним краем мениска расстояния между установочными отметками Е и F. Если это время оказывается меньше 200 с, то выбирают вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют операции A2.2.3-A2.2.6.

A2.2.7 Повторяют операции A2.2.6 и A2.2.7, делая дублирующие измерения времен протекания. Если результаты двух измерений согласуются в пределах определмости, задаваемых Методом испытаний D 445 для измеряемых продуктов, то для расчета кинематической вязкости используют усреднение.

A2.2.8 Тщательно очищают вискозиметр путем нескольких промывок соответствующим растворителем, полностью совместимым с пробой, с последующим ополаскиванием его полностью улетучивающимся растворителем. Сушат вискозиметр путем пропускания через него медленного потока сухого профильтрованного воздуха в течение 2 мин (или до полного удаления последних следов растворителя). Не рекомендуется использовать очищающие щелочные растворы, поскольку они могут оказывать влияние на результаты калибровки вискозиметра.

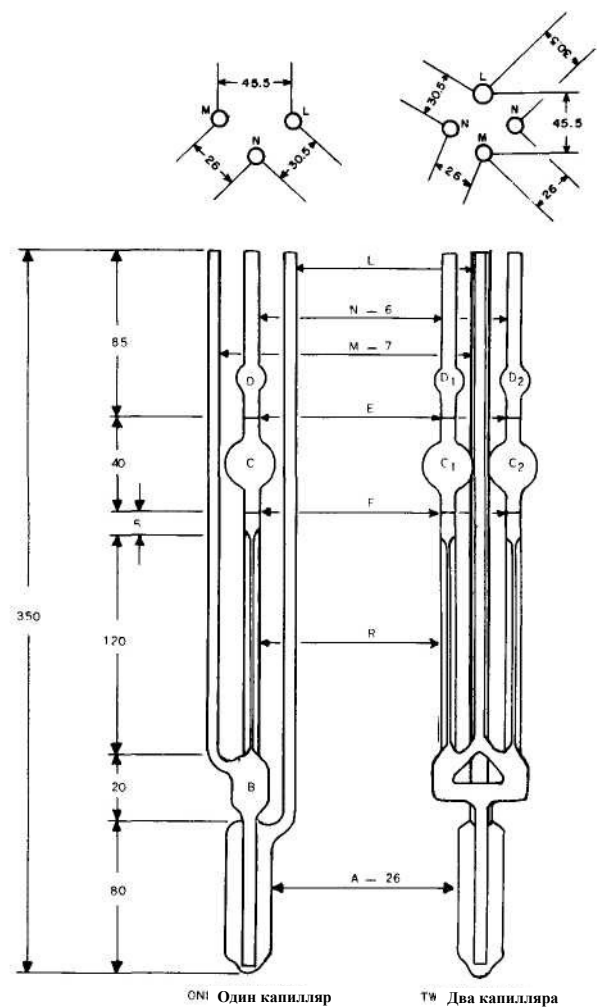


ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Объем сосуда C, мл (±5%)	Внутренний диаметр трубки P, мл (±5%)
0	0,001	от 0,3 ⁴ до 1	0,24	1,0	6,0
0C	0,003	от 0,6 до 3	0,36	2,0	6,0
0B	0,005	от 1 до 5	0,46	3,0	6,0
1	0,01	от 2 до 10	0,58	4,0	6,0
1C	0,03	от 6 до 30	0,78	4,0	6,0
1B	0,05	от 10 до 50	0,88	4,0	6,0
2	0,1	от 20 до 100	1,03	4,0	6,0
2C	0,3	от 60 до 300	1,36	4,0	6,0
2B	0,5	от 100 до 500	1,55	4,0	6,0
3	1,0	от 200 до 1000	1,83	4,0	6,0
3C	34,0	от 600 до 3000	2,43	4,0	6,0
3B	5,0	от 1000 до 5000	2,75	4,0	6,5
4	10	от 2000 до 10000	3,27	4,0	7,0
4C	30	от 6000 до 30000	4,32	4,0	8,0
4B	50	от 10000 до 50000	5,20	5,0	8,5
5	100	от 20000 до 100000	6,25	5,0	10,0

⁴ Минимальное время протекания 300 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

Рис. A2.1. Вискозиметр Юбберлоде для измерения прозрачных жидкостей

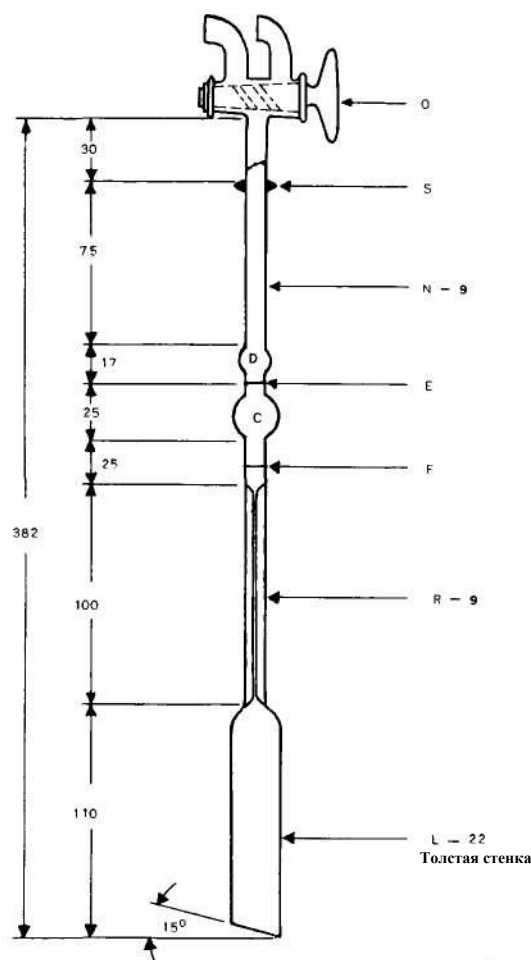


ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Объем сосуда C, мл (±5%)
1	0,003	от 0,6 до 3,0	0,43	3,0
2	0,01	от 2 до 10	0,60	3,7
3	0,035	от 7 до 35	0,81	3,7
4	0,10	от 20 до 100	1,05	3,7
5	0,25	от 50 до 250	1,32	3,7
6	1,20	от 240 до 1200	1,96	3,7

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А2.2. Вискозиметр ФитцСимона для измерений прозрачных жидкостей

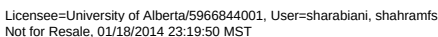


ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Объем сосуда C, мл (±5%)
0C	0,003	от 0,7 ^A до 3	0,42	3,2
0B	0,005	от 1 до 5	0,46	3,2
1	0,01	от 2 до 10	0,56	3,2
1C	0,03	от 6 до 30	0,74	3,2
1B	0,05	от 10 до 50	0,83	3,2
2	0,1	от 20 до 100	1,00	3,2
2C	0,3	от 60 до 300	1,31	3,2
2B	0,5	от 100 до 500	1,48	3,2
3	1,0	от 200 до 1000	1,77	3,2
3C	3,0	от 600 до 3000	2,33	3,2
3B	5,0	от 1000 до 5000	2,64	3,2

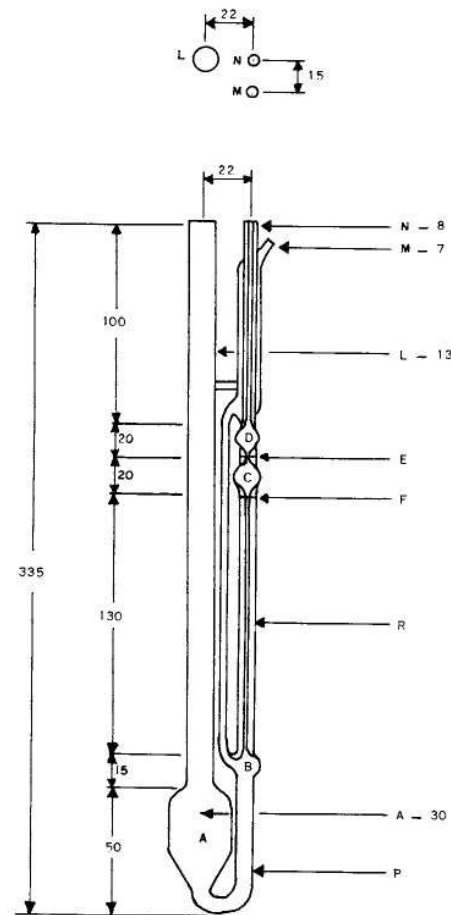
^A Минимальное время протекания 250 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

Рис. A2.3. Вискозиметр марки Atlantic для измерения прозрачных жидкостей



^A Минимальное время протекания 250 с; минимальное время протекания 200 с для всех остальных калибров.

30

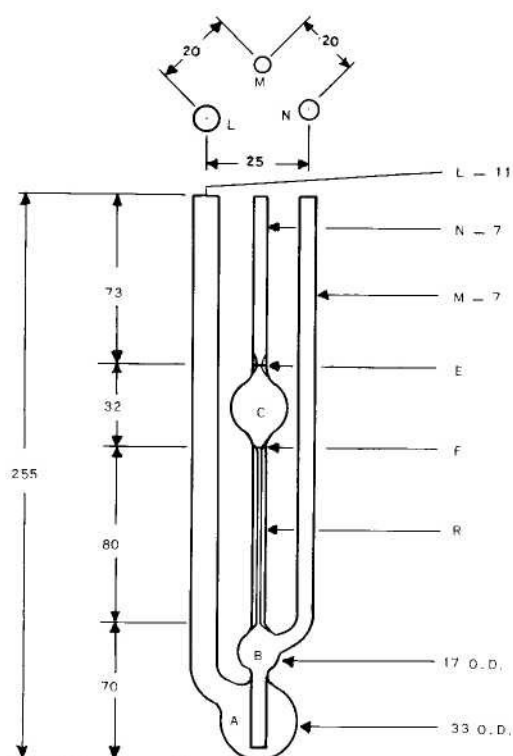


ПРИМЕЧАНИЕ 1 — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^А мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Объем сосуда С, мл (±5%)	Внутренний диаметр трубок N, E, F, и P, мм
25	0,002	от 0,4 до 2,0	0,22	0,30	от 1,2 до 1,4
50	0,004	от 0,8 до 4	0,25	0,30	от 1,2 до 1,4
75	0,008	от 1,6 до 8	0,30	0,30	от 1,2 до 1,4
100	0,015	от 3 до 15	0,36	0,30	от 1,2 до 1,4
150	0,035	от 7 до 35	0,47	0,30	от 1,2 до 1,4
200	0,1	от 20 до 100	0,61	0,30	от 1,4 до 1,7
300	0,25	от 50 до 250	0,76	0,30	от 1,5 до 1,8
350	0,5	от 100 до 500	0,90	0,30	от 1,8 до 2,2
400	1,2	от 240 до 1 200	1,13	0,30	от 2,1 до 2,5
450	2,5	от 500 до 2 500	1,40	0,30	от 2,4 до 2,8
500	8	от 1 600 до 8 000	1,85	0,30	от 2,7 до 3,1
600	20	от 4 000 до 20 000	2,35	0,30	от 3,7 до 4,0

⁴ Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А2.5. Полумикровискозиметр Кеннона-Юбберлоде для измерения прозрачных жидкостей



ПРИМЕЧАНИЕ — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2%)	Объем сосуда C, мл (±5%)	Внутренний диаметр трубки N, мм	Внутренний диаметр трубки в т. E, мм
1	0,0008	от 1,05 ^A мин	0,36	5,6	2,8 до 3,2	3
2	0,003	от 2,8 до 3	0,49	5,6	2,8 до 3,2	3
3	0,01	от 3,8 ^C до 10	0,66	5,6	2,8 до 3,2	3
4	0,03	от 6 до 30	0,87	5,6	2,8 до 3,2	3
5	0,1	от 20 до 100	1,18	5,6	2,8 до 3,2	3
6	0,3	от 60 до 300	1,55	5,6	2,8 до 3,2	3
7	1,0	от 200 до 1000	2,10	5,6	3,7 до 4,3	4
8	3,0	от 600 до 3000	2,76	5,6	4,6 до 5,4	5
9	10,0	от 2000 до 10 000	3,80	5,6	4,6 до 5,4	5

^A Минимальное время протекания 1320 с;

^B Минимальное время протекания 600 с;

^C Минимальное время протекания 380 с; минимальное время протекания 200 с для всех других калибров.

Рис.А2.6. Вискозиметр типа BS/IP/SL(S) для измерения прозрачных жидкостей

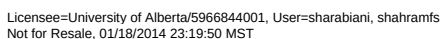


Рис. A2.7. Вискозиметр типа BS/IP/MSL для измерения прозрачных жидкостей

A3. ПРОТИВОТОЧНЫЕ ВИСКОЗИМЕТРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПРОЗРАЧНЫХ И НЕПРОЗРАЧНЫХ ЖИДКОСТЕЙ

A3.1 Общие сведения

A3.1.1 Противоточные вискозиметры для измерения прозрачных и непрозрачных жидкостей включают в себя вискозиметр Цайтфуша с поперечной трубкой, непрозрачный вискозиметр Кеннона-Фенске, вискозиметр Ланца-Цайтфуша и вискозиметр типа BS/IP/RF. В отличие от модифицированных вискозиметров Оствальда и вискозиметров с подвешенным уровнем, проба жидкости в этих вискозиметрах протекает в распределительный сосуд без предварительного его смачивания пробой, что дает возможность измерения жидкостей, чьи тонкие пленки непрозрачны. Противоточные вискозиметры используются для измерения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей с вязкостью до $300000 \text{ мм}^2/\text{с}$.

A3.1.2 Для противоточных вискозиметров подробные чертежи, размеры, номинальные постоянные вискозиметров, диапазон кинематических вязкостей, диаметр капилляра и объемы сосудов указаны на рис. A3.1-A3.4.

A3.2 Инструкции по эксплуатации

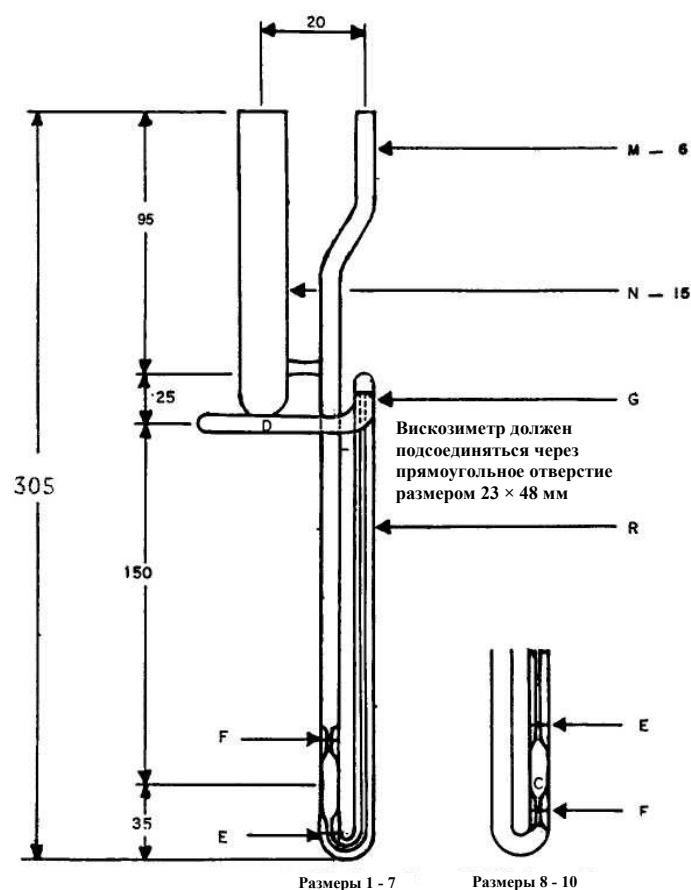
A3.2.1 Стандартная рабочая процедура, применимая для всех стеклянных капиллярных кинематических вискозиметров, приведена в Методе испытаний D 445. Инструкции по эксплуатации противоточных вискозиметров приведены в A3.2.2-A3.2.7, с особым вниманием к процедурам, специфичным для данной группы вискозиметров.

ПРИМЕЧАНИЕ A3.1 — Методы ISO 3104 и 3105 соответствуют Методам испытаний D 445 и D 446, соответственно.

A3.2.2 Выбирают чистый, сухой и откалиброванный вискозиметр, обладающий временем протекания более 200 с и коррекцией на кинетическую энергию менее 0,2 %.

A3.2.3 Заливают вискозиметр способом, определяемым конструкцией прибора и его работой при условиях, которые использовались при его

калибровке. Если ожидается или известно о том, что проба содержит волокна или твердые частицы, то необходимо использовать перед заливкой (или в ее процессе) фильтр с ячеистостью 75 мкм. См. прим. A1.1.

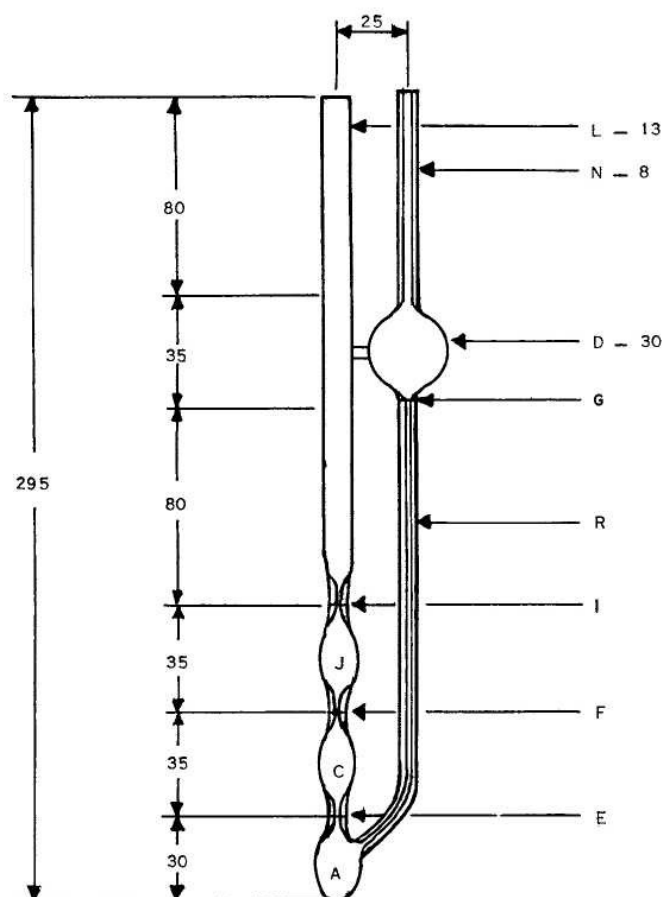


ПРИМЕЧАНИЕ — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная постоянная вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2 %)	Длина трубки R, мм	Объем нижнего сосуда, мл (±5 %)	Диаметр горизонтальной трубки, мм, (±5 %)
1	0,003	от 0,6 до 3	0,27	210	0,3	3,9
2	0,01	от 2 до 10	0,35	210	0,3	3,9
3	0,03	от 6 до 30	0,46	210	0,3	3,9
4	0,10	от 20 до 100	0,64	210	0,3	3,9
5	0,3	от 60 до 300	0,84	210	0,3	3,9
6	1,0	от 200 до 1000	1,15	210	0,3	4,3
7	3,0	от 600 до 3000	1,42	210	0,3	4,3
8	10,0	от 2000 до 10000	1,93	165	0,25	4,3
9	30,0	от 6000 до 30000	2,52	165	0,25	4,3
10	100,0	от 20000 до 100000	3,06	165	0,25	4,3

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А3.1. Вискозиметр Цайтфуша с поперечной трубкой для измерения прозрачных и непрозрачных жидкостей

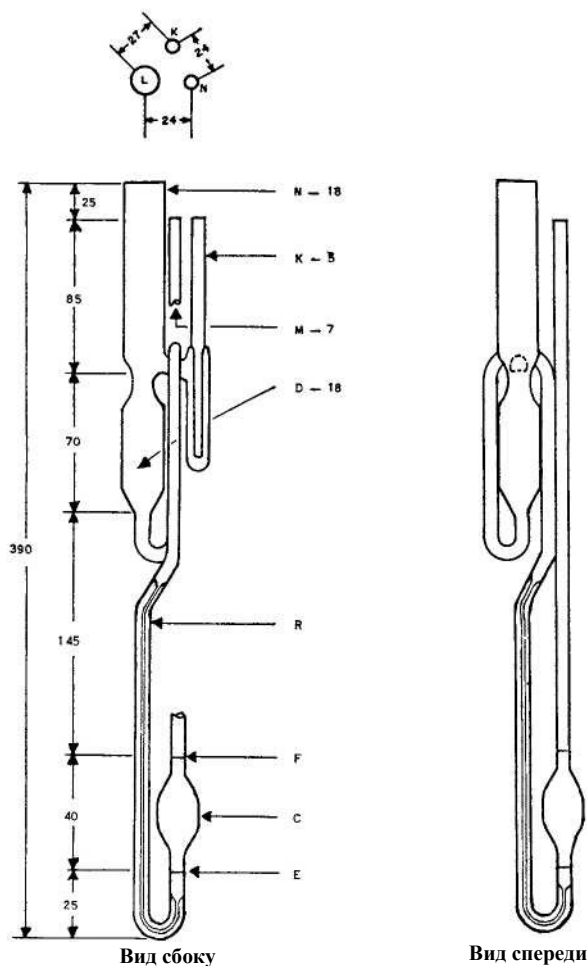


ПРИМЕЧАНИЕ — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная константа вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2 %)	Внутренний диаметр трубки N, трубок E, F, и I, мм (±5 %)	Объем сосудов A, C, и J, мл (±5 %)	Объем сосуда D, мл (±5 %)
25	0,002	от 0,4 до 2	0,31	3,0	1,6	11
50	0,004	от 0,8 до 4	0,42	3,0	2,1	11
75	0,008	от 1,6 до 8	0,54	3,0	2,1	11
100	0,015	от 3 до 15	0,63	3,2	2,1	11
150	0,035	от 7 до 35	0,78	3,2	2,1	11
200	0,1	от 20 до 100	1,02	3,2	2,1	11
300	0,25	от 50 до 200	1,26	3,4	2,1	11
350	0,5	от 100 до 500	1,48	3,4	2,1	11
400	1,2	от 240 до 1200	1,88	3,4	2,1	11
450	2,5	от 500 до 2500	2,20	3,7	2,1	11
500	8	от 1600 до 8000	3,10	4,0	2,1	11
600	20	от 4000 до 20000	4,00	4,7	2,1	13

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров

Рис. А3.2. Непрозрачный вискозиметр Кеннона-Фенске для измерения прозрачных и непрозрачных жидкостей



ПРИМЕЧАНИЕ — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная константа вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (±2 %)	Длина трубки R, мм	Объем сосуда C, мл (±5 %)
5	0,3	от 60 до 300	1,65	490	2,7
6	1,0	от 200 до 1 000	2,25	490	2,7
7	3,0	от 600 до 3 000	3,00	490	2,7
8	10,0	от 2000 до 10 000	4,10	490	2,7
9	30,0	от 6000 до 30 000	5,20	490	2,7
10	100,0	от 20000 до 100 000	5,20	490	0,85

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А3.3. Вискозиметр Ланца-Цайтфуша для измерения прозрачных и непрозрачных жидкостей

А3.2.3.1 Для заливки непрозрачного вискозиметра следует перевернуть его и создать разрежение в трубке L, погрузив трубку N в жидкую пробу. Продвигают жидкость через трубку N, заполняют сосуд D до отметки заливки

G. Вытирают излишнее количество пробы с трубки N и переворачивают вискозиметр в нормальное положение. Монтируют вискозиметр в термостатической ванне, поддерживая трубку L в вертикальном положении. Закрывают трубку N резиновой пробкой или коротким отрезком резиновой трубки с винтовой струбциной.

A3.2.3.2 Монтируют вискозиметр Цайтфуша с поперечной трубкой в термостатической ванне, поддерживая трубку N в вертикальном положении. Вводят испытуемый образец в трубку N, принимая меры против смачивания боковых поверхностей трубки N, в поперечную трубку D до тех пор, пока передний край пробы не остановится в пределах 0,5 мм относительно отметки заполнения G на сильфонной трубке. Объем испытуемого образца зависит от положения отметки заполнения G. Если время протекания для нижнего мениска измеряется между временными отметками E и F (см. A3.2.6), то верхний мениск должен находиться на поперечной трубке D, таким образом указывая критическое положение отметки заполнения G.

A3.2.3.3 Монтируют вискозиметр Ланца-Цайтфуша в термостатической ванне, поддерживая трубку N в вертикальном положении. Вводят достаточное количество пробы через трубку N до полного заполнения сосуда D, допуская его перетекание в переливную трубку K. Если проба заливается при температуре выше температуры испытаний, то следует подождать 15 мин для достижения вискозиметром температуры ванны и добавить немного пробы для небольшого переполнения в трубке K.

A3.2.3.4 Монтируют вискозиметр типа BS/IP/RF в термостатической ванне, поддерживая прямую часть капиллярной трубки R с помощью линии отвеса в вертикальном положении в двух плоскостях, или в соответствии с сертификатом на калибровку.

(1) Дают возможность вискозиметру достичь температуры ванны и затем заливают достаточное количество профильтрованного испытуемой пробы в заливную трубку N до точки, находящейся непосредственно под заливочной

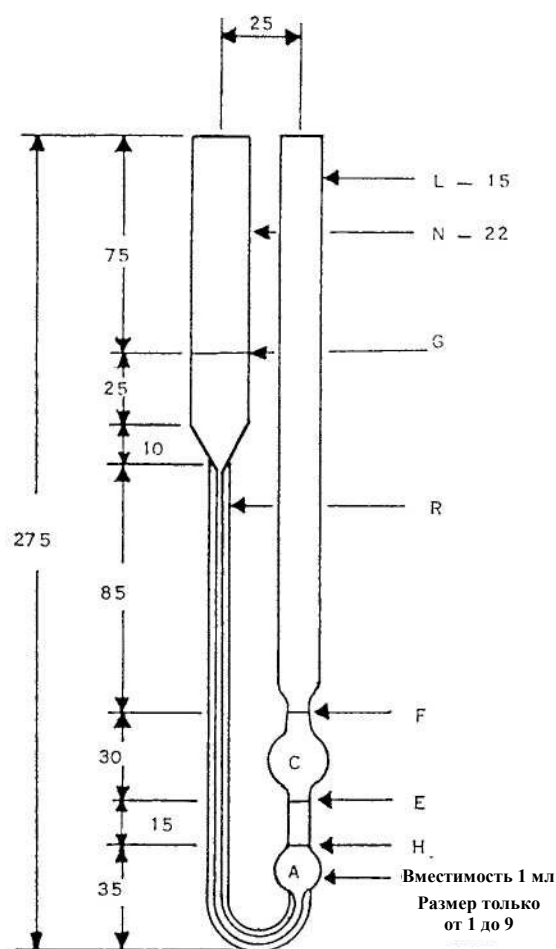
отметкой G, избегая смачивания стекла ниже отметки G.

(2) Дают возможность жидкости протечь в капиллярную трубку R, принимая меры по к тому, чтобы жидкий столбик оставался сплошным до тех пор, пока он не достигнет положения, примерно на 5 мм ниже отметки заполнения H и пока этот поток не будет остановлен перекрытием трубки L резиновой пробкой. Желательно, чтобы эта пробка подходила к стеклянной трубке и стопорному крану с тем, чтобы она могла создавать контролируемое, слегка повышенное давление в трубке L.

(3) Добавляют немного жидкости для заполнения трубки N с целью установления поверхности масла ниже отметки G. Дают возможность пробе достичь температуры ванны, а воздушным пузырькам – подняться до поверхности (на это требуется по крайней мере 30 мин).

(4) Осторожно манипулируйте стопорным краном или пробкой, закрывающим трубку L до тех пор, пока уровень жидкости не остановится на отметке H. Крайне верхнее кольцо контакта пробы со стеклом должны совпадать с нижней отметкой H. Добавляют пробу в трубку N до тех пор, пока крайнее верхнее кольцо этого контакта с трубкой N не совпадет с нижней отметкой G.

A3.2.4 Дают возможность заполненному вискозиметру оставаться в ванне достаточно долго для достижения им температуры испытаний. Поскольку это время может быть различным для различных типов приборов, температур и кинематических вязкостей, то следует устанавливать время достижения равновесия опытным путем (достаточным должно быть время порядка 30 мин, за исключением проб с наивысшими кинематическими вязкостями). Одна ванна часто используется для установки нескольких вискозиметров. Никогда дополнительно не устанавливайте и не удаляйте вискозиметр в процессе измерений времен протекания у других установленных вискозиметров.



ПРИМЕЧАНИЕ — Все размеры даны в миллиметрах.

Калибр	Номинальная константа вискозиметра, (мм ² /с)/с	Диапазон кинематических вязкостей, ^A мм ² /с	Внутренний диаметр трубки R, мм (2 %)	Длина трубки R, мм	Внутренний диаметр в т. E, F, и H, мм	Объем сосуда C, мл (±5 %)
1	0,003	от 3,0 до 3	0,51	185	от 3,0 до 3,3	4,0
2	0,01	от 2 до 10	0,71	185	от 3,0 до 3,3	4,0
3	0,03	от 6 до 30	0,93	185	от 3,0 до 3,3	4,0
4	0,1	от 20 до 100	1,26	185	от 3,0 до 3,3	4,0
5	0,3	от 60 до 300	1,64	185	от 3,0 до 3,3	4,0
6	1,0	от 200 до 1000	2,24	185	от 3,0 до 3,3	4,0
7	3,0	от 600 до 3000	2,93	185	от 3,3 до 3,6	4,0
8	10	от 2000 до 10000	4,00	185	от 4,4 до 4,8	4,0
9	30	от 6000 до 30000	5,5	185	от 6,0 до 6,7	4,0
10	100	от 20000 до 100000	7,70	210	7,70	4,0
11	300	от 60000 до 300000	10,00	210	10,00	4,0

^A Минимальное время протекания 200 с для всех калибров.

Рис. А3.4. Противоточные вискозиметры типа BS/IP/RF с U-образной трубкой для измерения прозрачных жидкостей

A3.2.5 В непрозрачном вискозиметре Кеннона-Фенске и вискозиметре типа BS/IP/RF удаляют пробки из трубок N и L, соответственно, и дают возможность пробе стечь самотеком. Для вискозиметра Цайтфуша с поперечной трубкой создают небольшое разрежение к трубке M (или давление к трубке N) для перемещения мениска по сифонной трубке и примерно на 30 мм ниже уровня трубки D в капилляре R; при этом инициируется безнапорный сток пробы. Для вискозиметра Ланца-Цайтфуша создают небольшое разрежение в трубке M (или создают давление в трубке N при закрытой трубке K) до тех пор, пока нижний мениск не установится напротив нижней отметки E, позволив пробе стекать самотеком.

A3.2.6 Измеряют (с точностью до 0, 1 г) время, необходимое для перемещения крайне верхнего кольца контакта пробы со стеклом от нижней установочной отметки E до нижней отметки F. Нижнюю заливочную отметку H, показанную на рис. A3.4 (для вискозиметра типа BS/IP/RF с U-образной трубкой) не нужно путать с нижней установочной отметкой E. Не используйте установочные отметки F и I, а также сосуд J (см. рис. A3.2) для определения вязкости пробы. Если время протекания составляет значение, меньше минимально определенного для вискозиметра, то выбирают чистый, сухой вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют операции A3.2.2-A3.2.6.

A3.2.7 С помощью данного вискозиметра после его тщательной очистки и сушки, или второго сухого и чистого вискозиметра, повторяют операции A3.2.3-A3.2.6, выполняя дублирующие измерения кинематической вязкости. Если результаты двух измерений согласуются в пределах определмости, задаваемых Методом испытаний D 445 для измеряемых продуктов, то используют усреднение при расчете кинематической вязкости. Отметим, что сходимость вискозиметра в Приложении A3 немного хуже, чем сходимость, указанная в Приложениях A1 и A2 (см. 6.3.3).

A3.2.8 Тщательно очищают вискозиметр путем нескольких промывок

соответствующим растворителем, полностью совместимым с пробой, с последующим ополаскиванием его полностью улетучивающимся растворителем. Сушат вискозиметр путем пропускания через него медленного потока сухого профильтрованного воздуха в течение 2 мин (или до полного удаления последних следов растворителя). Не рекомендуется использовать очищающие щелочные растворы, поскольку они могут оказывать влияние на результаты калибровки вискозиметра.

ЛИТЕРАТУРА

- (1) Кеннон М.Р. и Фенске М.Р., «Измерение вязкости», *Промышленная и химическая технология*, Аналитическое издание, ANCHA, вып. 10, 1938, стр. 297.
- (2) Цайтфуш Е.Х., «Прецизионный вискозиметр для лабораторий контроля нефтехимических производств», *Труды Американского нефтяного института*, PDRAA, Вып. 20 (III), 1939.
- (3) Рах Е.Л., Уолкер Р.Н. и Дин Е. У., «SIL–вискозиметр», *Промышленная и химическая технология*, ANCHA, вып. 13, 1941, стр. 346.
- (4) Юбберлоде Л., «Вискозиметр с подвешенным уровнем», *Журнал Института нефтяных технологий*, (Лондон), LPEA, вып. 22, 1936, стр. 37.
- (5) ФитцСимон О., «Быстродействующий прецизионный вискозиметр», *Промышленная и химическая технология*, Аналитическое издание, ANCHA, вып. 7, 1935.
- (6) Уатт Дж. Дж. и Хедингтон С.Е., «Новый вискозиметр, решающий старые проблемы», *Очистка нефти*, PEREA, октябрь 1954 г..
- (7) Кеннон М.Р. и Маннинг М.Р., «Измерение вязкости», *Аналитическая химия*, ANCHA, вып. 32, 1960, стр. 355.
- (8) Кеннон М.Р. и Фенске М.Р., «Измерение вязкости – прозрачные жидкости», *Промышленная и химическая технология*, Аналитическое издание, ANCHA, вып. 13, 1941, стр. 299.

- (9) Цайтфуш Е.Х., «Кинематический вискозиметр для измерения прозрачных и сверхвязких жидкостей», *Журнал нефти и газа*, OIGJA, вып. 44, №. 36, 1946, стр. 99.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ

Подкомитет D02.07 определил местоположение выбранных изменений к настоящему стандарту с момента последнего издания (D446-06), которые могут повлиять на применение данного стандарта. (Утверждено 1 января 2007 г.)

- (1) Исправлены 6.3 и табл. 1.
(2) Удалена сноска 4.

Подкомитет D02.07 определил местоположение выбранных изменений к настоящему стандарту с момента последнего издания (D446-04), которые могут повлиять на применение данного стандарта. (Утверждено 15 мая 2006 г.)

- (1) Внесены изменения в A3.2.6.

ASTM International не занимает никакой позиции относительно действительности каких-либо патентных прав, заявленных в связи с любым пунктом данного стандарта. Хотим решительно уведомить пользователей данного стандарта, что ответственность за проверку правильности любых таких патентных прав и риск нарушения таких прав лежит полностью на них.

Этот стандарт подлежит пересмотру в любое время ответственным техническим комитетом и должен пересматриваться каждые пять лет, а если не пересматривается, то должен быть повторно одобрен или отменен. Ваши предложения по пересмотру данного стандарта или по разработке дополнительных стандартов присылайте в штаб-квартиру ASTM International. Ваши предложения внимательно изучат на заседании соответствующего технического комитета, которое Вы можете посетить. Если Вы чувствуете, что Ваши комментарии не нашли должного понимания, сообщите об этом в Комитет по стандартам по адресу, указанному ниже.

Авторские права на данный стандарт принадлежат ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. Отдельные копии данного стандарта можно получить по вышеуказанному адресу или по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555 или по адресу E-mail: service@astm.org или на сайте ASTM: (www.astm.org).