

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3369—2012

透明和不透明液体运动粘度的测定 自动粘度计法

**Determination of kinematic viscosity of transparent and opaque liquids—
Automated viscometer**

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准参考 ASTM D445-11a《透明和不透明液体运动粘度的标准试验方法(及动力粘度的计算)》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:郭武、郭兵、邓可、管嵩。

透明和不透明液体运动粘度的测定 自动粘度计法

1 范围

本标准规定了用自动粘度计测定透明和不透明液体石油产品运动粘度的方法。

本标准适用于剪切应力与剪切速率基本成正比的液体(牛顿流体),测定的结果取决于样品的性状。如果粘度随剪切速率有显著变化,那么用不同内径的毛细管粘度计便会获得不同的结果。残渣燃料油在有些条件下显示非牛顿性状,本方法的测定程序及精密度数据已考虑这种情况。

本标准测定运动粘度的温度范围是 20 ℃ ~ 100 ℃,运动粘度范围是 40 ℃ 下 $0.5 \text{ mm}^2/\text{s} \sim 5000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、100 ℃ 下 $1 \text{ mm}^2/\text{s} \sim 2000 \text{ mm}^2/\text{s}$,不同仪器允许小于此运动粘度范围。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

SH 0004 橡胶工业用溶剂油

SH/T 0173 玻璃毛细管粘度计技术条件

ASTM D446 玻璃毛细管运动粘度计使用说明和标准规范(Standard specifications and operating instructions for glass capillary kinematic viscometers)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

运动粘度 kinematic viscosity

液体在重力作用下流动时内摩擦力的量度。在国际单位制(SI)中,运动粘度的单位以 m^2/s 表示,通常使用的单位是 mm^2/s 。

3.2

自动粘度计 automated viscometer

在运动粘度测定过程中包括很多步骤,进样(包括样品预热)、控制恒温浴温度、液面检测、计时、计算粘度、清洗干燥粘度计、校准等,如果上述全部步骤是仪器按照程序自动进行的,并且其基本原理与手工法测定运动粘度相同,则该仪器称为自动粘度计。

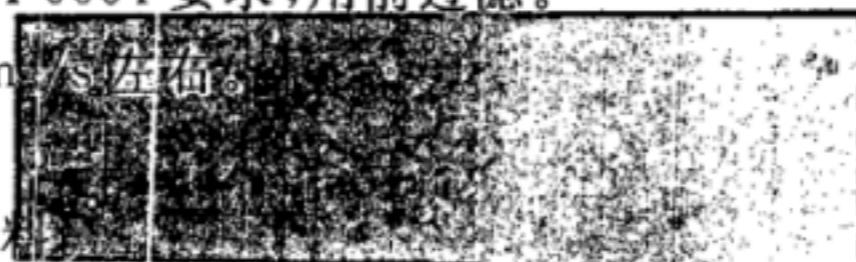
4 方法提要

在一定温度下,测定一定体积的液体在重力作用下流经校准过的玻璃毛细管粘度计的时间,运动粘度等于测定的流动时间和粘度计常数的乘积。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为化学纯。

- 5.1 粘度有证标准物质,参见附录 A。
 - 5.2 甲苯:用前过滤。
 - 5.3 二甲苯:用前过滤。
 - 5.4 丙酮,
 - 5.5 石油醚:60 °C ~ 90 °C。
 - 5.6 橡胶工业用溶剂油,符合 SH 0004 要求,用前过滤。
 - 5.7 硅油:40 °C 运动粘度 10 mm²/s 左右。
 - 5.8 压缩空气或氮气:干燥。
 - 5.9 滤网:孔径 75 μm 的过滤材料



6 仪器

6.1 自动粘度计

- 6.1.1 玻璃毛细管粘度计:满足 SH/T 0173、ASTM D446 要求的玻璃毛细管粘度计,以及仪器公司在不改变测定原理的前提下,将玻璃毛细管粘度计设计成容易实现自动化测定、宽量程型式的粘度计均可使用。允许流动时间小于 200 s,但应按照附录 B 进行动能校正,动能校正不能超过测定粘度的 3%。

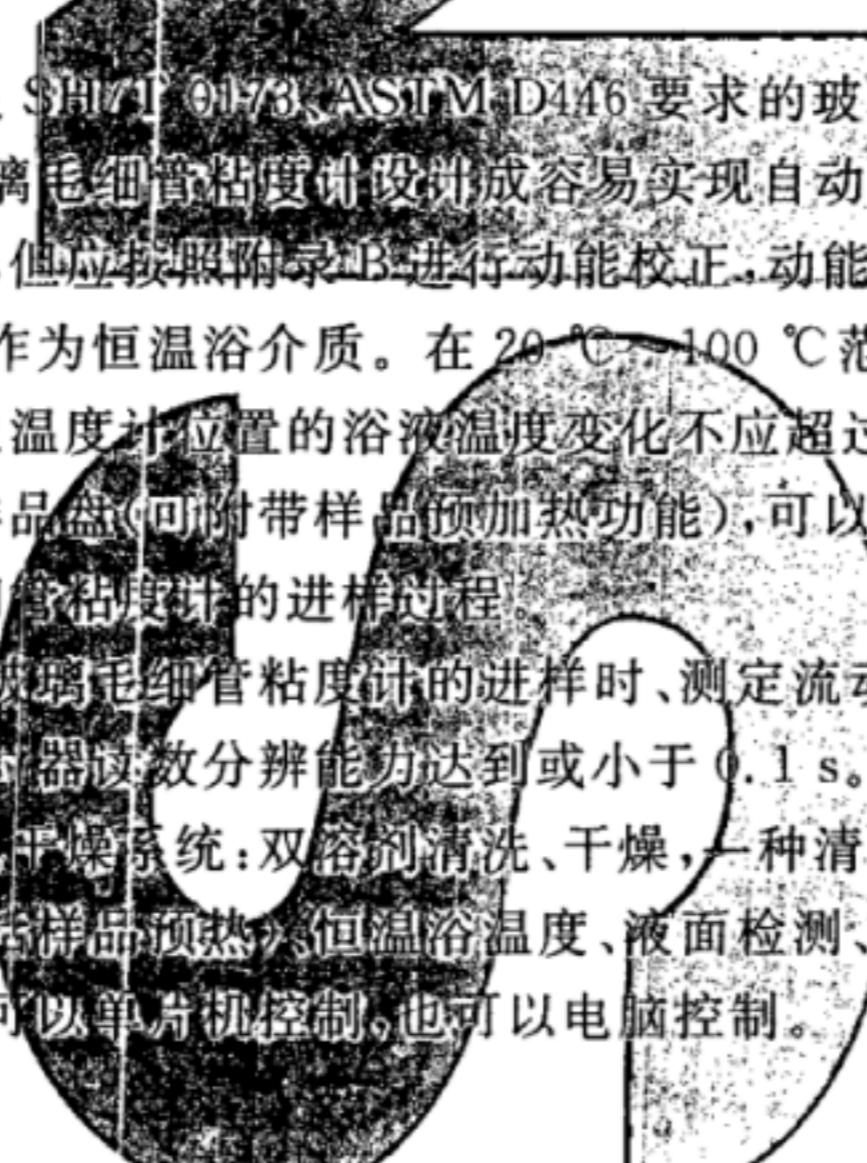
6.1.2 恒温浴:使用硅油(5.7)作为恒温浴介质。在 20 °C~100 °C 范围内,在样品测定过程中,整个粘度计高度之内,粘度计之间,以及温度计位置的浴液温度变化不应超过设定值±0.02 °C。

6.1.3 自动进样装置:含多位样品盘(同时带样品预加热功能),可以实现检毕、待检样品的自动切换,可实现样品从样品管到玻璃毛细管粘度计的进样过程。

6.1.4 液面检测、计时系统:在玻璃毛细管粘度计的进样时、测定流动时间时,该装置通过一定的方式自动对液面进行检测并计时,计时器读数分辨能力达到或小于 0.1 s。

6.1.5 玻璃毛细管粘度计清洗、干燥系统:双溶剂清洗、干燥,一种清洗溶剂、一种干燥溶剂。

6.1.6 软件系统:控制进样(包括样品预热)、恒温浴温度、液面检测、计时、粘度计算、粘度计清洗干燥等所有步骤,实现自动化测定。可以单片机控制,也可以电脑控制。



6.2 测温装置

20 °C ~ 100 °C 范围内的测温装置: 使用经过校准的液体玻璃温度计(参见附录 C), 其修正后温度准确度达到 ± 0.02 °C, 其他同等精度或更高精度的测温装置也可使用。

7 校准和核查

7.1 校准

- 7.1.1 只能使用经过校准的玻璃毛细管粘度计、温度计和计时系统。
7.1.2 如果校准实验室和检测实验室两地的重力加速度相差大于 0.1%，按式(1)修正粘度计校准常数：

式中：

C_2 ——检测实验室地点的粘度计常数,单位为平方毫米每平方秒(mm^2/s^2)。

C_1 ——校准实验室地点的粘度计常数,单位为平方毫米每平方秒(mm^2/s)。

g_2 ——检测实验室地点的重力加速度,单位为米每平方秒(m/s^2)。

g_1 ——校准实验室地点的重力加速度,单位为米每平方秒(m/s^2)。

7.2 核查

7.2.1 定期用温度计核查恒温浴的温度控制,并且根据核查结果修正恒温浴温度控制系统。

7.2.2 用粘度有证标准物质核查,如果测定的运动粘度不在证书值的可接受区间(见表 1)内,则重新检查操作步骤,包括温度计和粘度计的校准,找出产生误差的原因。

表 1 可接受区间

粘度有证标准物质 mm^2/s	可接受区间 %
<10	±0.30
10~100	±0.32
100~1 000	±0.36
1 000~5 000	±0.42

7.2.3 误差大多来源于毛细管壁附着的污物和温度测量误差。即使粘度有证标准物质得到正确结果,也不排除各种可能的误差相互抵消综合平衡的可能性。

8 准备工作

8.1 仪器准备

8.1.1 根据测定要求设定浴温、样品盘辅助加热温度。

8.1.2 检查软件中粘度计常数,确保准确。

8.1.3 在软件中设置测定次数为 2 次,设置样品恒温时间、样品清洗溶剂和干燥用溶剂的清洗次数、用量、粘度计干燥时间和样品标记等测试参数,使仪器处于待测定状态。

8.2 透明样品准备

8.2.1 如果已知或者认为样品中含有纤维或固体颗粒,在测定前要经 $75 \mu\text{m}$ 的滤网过滤。

8.2.2 按照仪器说明书的要求,装入玻璃样品管中足量的样品。

8.3 残渣燃料油和类似的含蜡石油产品样品准备

8.3.1 残渣燃料油和类似的含蜡石油产品的运动粘度会受以往受热情况的影响,应遵循 8.3.2~8.3.8 步骤对样品进行处理,以减小此类影响。

8.3.2 在原容器中将样品放在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中加热 1 h。对于含蜡较多或粘度特别大的样品,可能要加热到 60°C 以上才能充分流动和容易搅拌。

8.3.3 用一根长度能到容器底部的棒充分搅拌样品,直至棒上不再附着油泥或蜡。

8.3.4 再盖上容器盖子,剧烈振荡 1 min,完成混样。

8.3.5 混样完成后,立即倒入一个 100 mL 锥形瓶内,数量要足够两次测定用,用塞子轻轻塞住。

- 8.3.6 将锥形瓶放入沸水中 30 min。
- 8.3.7 从水中取出锥形瓶,塞子盖紧,摇晃 60 s。
- 8.3.8 如果已知或者认为样品中含有纤维或固体颗粒,在测定前要经 75 μm 的滤网过滤。
- 8.3.9 按照仪器说明书的要求,装入玻璃样品管中足量的样品。

8.4 蒸汽气缸油和黑色润滑油样品准备

按照仪器说明书的要求,装入玻璃样品管中足量的样品。

9 测定过程

- 9.1 预估样品的运动粘度,选择粘度计,将装有样品的玻璃样品管放到对应的样品盘上。
- 9.2 在仪器准备就绪后,启动测定程序。
- 9.3 在一个浴中同时放几支粘度计的情况下,当任何一支粘度计正在测定流动时间时,其他粘度计不应进行清洗或干燥。
- 9.4 由于粘度计内样品达到温度平衡的时间随仪器不同和测定温度不同而改变,应通过试验来确定一个可靠的温度平衡时间。需要时,按照 8.1.3 修改恒温时间。
- 9.5 如果两次测定时间计算得到的运动粘度符合该产品的重复性(d)要求,用两次测定的平均值报告运动粘度结果。如果两次测定运动粘度不符合重复性(d)要求,则在重新清洗和干燥粘度计后,重新按照 8.2~8.4 准备样品,重新测定。如果试样或温度或二者都未在 11.1 中列出,那么重复性(d)用 1.0% 评估。
- 9.6 在连续测定样品时,用橡胶工业用溶剂油(5.6)或甲苯(5.2)、二甲苯(5.3)彻底清洗粘度计几次,然后用石油醚(5.5)或丙酮(5.4)清洗、干燥粘度计。用干燥空气或氮气通过粘度计 2 min,或直至溶剂全部挥发。

10 报告

报告运动粘度结果时,保留四位有效数字,同时报告温度。

11 精密度

11.1 测定值的比较

重复性 d ;在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的步骤连续进样得到的测定值,两次连续测定值之差在 20 次试验中仅有一次超过表 2 所列数值。

表 2 重复性(d)

试样种类及测定温度	重复性(d)
基础油(40 °C、100 °C)	0.002 0 y
润滑油(40 °C、100 °C)	0.001 3 y
石蜡(100 °C)	0.008 0 y
残渣燃料油(80 °C、100 °C)	0.011($y+8$)
残渣燃料油(50 °C)	0.017 y

注: y 为相互比较的测定值的平均值。

11.2 测定结果的比较

11.2.1 重复性 r : 在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的方法连续测定相同试验样品,两次连续测定的结果之差在20次试验中仅有一次超过表3所列数值。

表3 重复性(r)

试样种类及测定温度	重复性(r)
基础油(40 °C、100 °C)	0.001 1 x
润滑油(40 °C、100 °C)	0.002 6 x
石蜡(100 °C)	0.014 1 $x^{1.2}$
残渣燃料油(80 °C、100 °C)	0.013($x+8$)
残渣燃料油(50 °C)	0.015 x

注: x 为相互比较的测定结果的平均值。

11.2.2 再现性 R : 在不同实验室,由不同操作者使用不同的设备,按照相同的方法测定相同试验样品,两个独立结果之差在20次试验中仅有一次超过表4所列数值。

表4 再现性(R)

试样种类及测定温度	再现性(R)
基础油(40 °C、100 °C)	0.006 5 x
润滑油(40 °C、100 °C)	0.007 6 x
石蜡(100 °C)	0.036 6 $x^{1.2}$
残渣燃料油(80 °C、100 °C)	0.04($x+8$)
残渣燃料油(50 °C)	0.074 x

注: x 为相互比较的结果的平均值。

附录 A
(资料性附录)
粘度有证标准物质

美国凯能仪器公司(Cannon Instrument Company)生产的粘度有证标准物质其证书可以溯源至NIST(美国国家标准技术研究院),表A.1给出了其部分粘度标准物质名称及部分温度下的运动粘度,供参考。

表 A.1 粘度标准油

名称	大致的运动粘度 mm^2/s			
	20 °C	40 °C	50 °C	100 °C
N.4	0.47	0.40	—	—
N1.0	1.3	0.97	0.91	—
S3	4.6	2.9	2.4	1.2
S6	11	5.7	4.4	1.8
N10	21	10	7.3	2.7
S20	44	18	13	3.8
N35	87	32	21	5.3
S60	160	44	30	7.5
N100	330	97	60	11
S200	550	180	110	20
N350	1 000	310	190	32
S600	2 400	520	310	50
N1 400	5 100	1 400	820	120
S2 000	—	1 600	800	72

附录 B
(规范性附录)
动能校正

B.1 基本公式

B.1.1 运动粘度可以按照式(B.1)用玻璃毛细管粘度计的尺寸计算得到。

$$v = \frac{10^6 \pi g D^4 H t}{128 V L} - \frac{E}{t^2} \quad \dots \dots \dots \quad (B.1)$$

式中：

v ——运动粘度,单位为平方毫米每秒(mm^2/s);

g ——重力加速度,单位为米每平方秒(m/s^2);

D ——毛细管内径,单位为米(m);

H ——平均有效液柱高度,单位为米(m);

t ——流动时间,单位为秒(s);

V ——流经毛细管的计时体积,单位为立方米(m^3);

L ——毛细管长度,单位为米(m);

E ——动能系数,单位为平方毫米秒($\text{mm}^2 \cdot \text{s}$)。

B.1.2 对于一支玻璃毛细管粘度计,在温度一定的情况下,式(B.1)可以写成:

$$v = C t - \frac{E}{t^2} \quad \dots \dots \dots \quad (B.2)$$

式中：

v ——运动粘度,单位为平方毫米每秒(mm^2/s);

C ——玻璃毛细管粘度计常数,单位为平方毫米每平方秒(mm^2/s^2);

t ——流动时间,单位为秒(s);

E ——动能系数,单位为平方毫米秒($\text{mm}^2 \cdot \text{s}$)。

各种粘度计都设定了最小流动时间为 200 s(各种粘度计毛细管内径最小的那支粘度计除外,从 250 s 到 350 s 不等)。以多数粘度计为例,如果流动时间超过 200 s,那么动能项 E/t^2 与 Ct 相比就可以忽略,则式(B.2)可以写成:

$$v = C t \quad \dots \dots \dots \quad (B.3)$$

式中：

v ——运动粘度,单位为平方毫米每秒(mm^2/s);

C ——玻璃毛细管粘度计常数,单位为平方毫米每平方秒(mm^2/s^2);

t ——流动时间,单位为秒(s)。

B.2 动能校正

B.2.1 在自动粘度仪测定运动粘度时,为了扩大粘度计的测定范围,可以利用动能校正来实现。

B.2.2 虽然一支粘度计的动能系数不是常数,但是可以用式(B.4)计算出来。

$$E = \frac{52.5 V^{\frac{3}{2}}}{L(Cd)^{\frac{1}{2}}} \quad \dots \dots \dots \quad (B.4)$$

式中：

E ——动能系数,单位为平方毫米秒($\text{mm}^2 \cdot \text{s}$)。

V ——流经毛细管的计时体积,单位为毫升(mL);

L ——毛细管长度,单位为毫米(mm);

C ——玻璃毛细管粘度计常数,单位为平方毫米每平方秒(mm^2/s^2);

d ——毛细管内径,单位为毫米(mm)。

B.2.3 在通常情况下,把一支粘度计的动能系数近似看成常数,根据式(B.2),利用两种粘度标准物质校准,将动能系数计算出来。

附录 C
(资料性附录)
运动粘度用温度计

表 C.1 列出的温度计符合本方法的要求,供参考。

表 C.1 符合的温度计

温度计号	测定温度 ℃
ASTM 121C/IP 32C	100
IP 100C	80
ASTM 47C,F/IP 35C	60
ASTM 46C F/IP 66C	50
ASTM 120C/IP 92C	40
ASTM 44C,F/IP 29C	20

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
透明和不透明液体运动粘度的测定
自动粘度计法

SN/T 3369—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-25205 定价 18.00 元



SN/T 3369-2012