

**TCVN 3171:2011
ASTM D 445 - 11**

Xuất bản lần 5

**CHẤT LỎNG DẦU MỎ TRONG SUỐT VÀ
KHÔNG TRONG SUỐT --
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ NHỚT ĐỘNG HỌC
(VÀ TÍNH TOÁN ĐỘ NHỚT ĐỘNG LỰC)**

*Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids
(and calculation of dynamic viscosity)*

Lời nói đầu

TCVN 3171:2011 thay thế TCVN 3171:2007.

TCVN 3171:2011 được xây dựng trên cơ sở hoàn toàn tương đương với ASTM D 445-11 *Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)*. với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 445-11 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 3171 : 2011 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lỏng dầu mỡ trong suốt và không trong suốt – Phương pháp xác định độ nhớt động học (và tính toán độ nhớt động lực)

*Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids
(and calculation of dynamic viscosity)*

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ nhớt động học, ν , của sản phẩm dầu mỡ dạng lỏng, trong suốt và không trong suốt bằng cách đo thời gian chảy của một lượng chất lỏng dưới tác dụng của trọng lực qua một nhớt kế mao quản thủy tinh đã được hiệu chuẩn. Độ nhớt động lực, η , có thể thu được bằng cách nhân độ nhớt động học, ν , với khối lượng riêng, ρ , của chất lỏng.

CHÚ THÍCH 1: Để đo độ nhớt động học và độ nhớt của bitum xem TCVN 7502 (ASTM D 2170) và ASTM D 2171.

CHÚ THÍCH 2: ISO 3104 tương tự TCVN 3171 (ASTM D 445).

1.2 Kết quả thu được từ phương pháp thử này phụ thuộc vào tính chất của mẫu và áp dụng chủ yếu cho các chất lỏng có ứng suất trượt và tốc độ trượt tỷ lệ với nhau (tính chảy Newton). Tuy nhiên, đối với mẫu mà độ nhớt khác đáng kể theo tốc độ trượt thì có thể thu được nhiều kết quả khác nhau từ các nhớt kế có đường kính mao quản khác nhau. Bao gồm cả quy trình xác định và giá trị của độ chụm của nhiên liệu đốt lò mà ở một số điều kiện biểu hiện tính chảy phi-Newton.

1.3 Phương pháp thử này xác định độ nhớt động học ở tất cả các nhiệt độ (xem 6.3 và 6.4) trong phạm vi dải đo từ 0,2 mm²/s đến 300 000 mm²/s (xem Bảng A.1.1). Phương pháp này chỉ xác định độ chụm cho các vật liệu, các dải đo độ nhớt động học và nhiệt độ nêu ở chú thích cuối trang của điều qui định về độ chụm.

1.4 Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Hệ đơn vị SI dùng trong tiêu chuẩn này đối với độ nhớt động học là mm²/s, và hệ đơn vị SI dùng trong tiêu chuẩn này đối với độ nhớt động lực là mPa.s. Người sử dụng có thể tham khảo chuyển đổi đơn vị như sau, 1 mm²/s = 10⁻⁶ m²/s = 1 cSt và 1 mPa.s = 1 cP = 0,001 Pa.s.

TCVN 3171:2011

1.5 CẢNH BÁO – Thủy ngân được nhiều cơ quan pháp lý chỉ rõ là một chất độc hại, có thể gây tổn hại cho hệ thần kinh trung ương, thận và gan. Thủy ngân hoặc hơi thủy ngân có thể gây hại cho sức khỏe và ăn mòn vật liệu. Cần chú ý khi thực hiện các công việc liên quan đến thủy ngân và các sản phẩm chứa thủy ngân. Xem các thông tin chi tiết về Bảng dữ liệu về An toàn Vật liệu và xem thêm các thông tin trên trang web của Cơ quan Bảo vệ Môi trường Mỹ (EPA) – <http://www.epa.gov/mercury/faq.htm>. Người

sử dụng phải biết rằng việc mua bán thủy ngân và các sản phẩm có chứa thủy ngân vào đất nước mình có thể bị cấm theo luật qui định.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 2117:2009 (ASTM D 1193-06) *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật*.

TCVN 4851-89 (ISO 3696:1987) *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 6910 (ISO 5725) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo*.

TCVN 7502:2005 (ASTM D 2170-01a) *Bitum – Phương pháp xác định độ nhớt động học*.

TCVN ISO 9000 (ISO 9000) *Các tiêu chuẩn về quản lý chất lượng và đảm bảo chất lượng – Hướng dẫn lựa chọn và sử dụng*.

TCVN ISO 17025 (ISO 17025) *Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn*.

ASTM D 446 *Specifications and operating instructions for glass capillary kinematic viscometer (Yêu cầu kỹ thuật và hướng dẫn sử dụng các nhớt kế động học mao quản thủy tinh)*.

ASTM D 1217 *Test method for density and relative density (specific gravity) of liquids by Bingham pycnometer (Phương pháp thử xác định khối lượng riêng và khối lượng riêng tương đối của các chất lỏng bằng tỷ trọng kế Bingham)*.

ASTM D 1480 *Test method for density and relative density (specific gravity) of viscous materials by Bingham pycnometer (Phương pháp thử xác định khối lượng riêng và khối lượng riêng tương đối của các vật liệu nhớt bằng tỷ trọng kế Bingham)*.

ASTM D 1481 *Test method for density and relative density (specific gravity) of viscous materials by Lipkin bicapillary pycnometer* (Phương pháp thử xác định khối lượng riêng và khối lượng riêng tương đối của các vật liệu nhớt bằng tỷ trọng kế mao quản kép Lipkin).

ASTM D 2162 *Practice for basic calibration of master viscometer and viscosity oil standards* (Phương pháp hiệu chuẩn cơ bản cho nhớt kế mẫu và các mẫu chuẩn dầu nhớt).

ASTM D 2171 *Test method for viscosity and asphalts by vacuum capillary viscometer* (Phương pháp thử xác định độ nhớt của Asphalt bằng nhớt kế mao quản chân không).

ASTM D 6071 *Test method for low level sodium in high purity water by graphite furnace atomic absorption spectroscopy* (Phương pháp thử xác định hàm lượng natri thấp trong nước có độ tinh khiết cao bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử lò cao Graphite).

ASTM D 6074 *Guide for characterizing hydrocarbon lubricant base oils* (Tài liệu hướng dẫn mô tả đặc tính các loại dầu gốc bôi trơn hydrocarbon).

ASTM D 6299 *Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance* (Phương pháp kỹ thuật thống kê về đảm bảo chất lượng để đánh giá hệ thống thiết bị đo lường phân tích).

ASTM D 6617 *Practice for laboratory bias detection using single test result from standard material* (Phương pháp phát hiện độ chệch trong phòng thí nghiệm, sử dụng kết quả thử nghiệm đơn lẻ từ vật liệu tiêu chuẩn).

ASTM E 1 *Specification for ASTM liquid-in-glass Thermometers* (Nhiệt kế thủy tinh ASTM – Yêu cầu kỹ thuật).

ASTM E 77 *Test method for inspection and verification of thermometers* (Phương pháp kiểm tra và kiểm tra xác nhận nhiệt kế).

ISO 3104 *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity* (Sản phẩm dầu mỏ – Chất lỏng trong suốt và không trong suốt – Xác định độ nhớt động học và tính toán độ nhớt động lực).

ISO 3105 *Glass capillary kinematic viscometers – Specification and operating instructions* (Nhớt kế động học mao quản thủy tinh – Yêu cầu kỹ thuật và hướng dẫn sử dụng).

NIST Technical note 1297. *Guideline for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurements results* (Ghi chú kỹ thuật 1297. Hướng dẫn đánh giá và biểu diễn độ không đảm bảo của các kết quả đo NIST).

NIST GMP 11 *Good measurement practice for assignment and adjustment of calibration intervals for laboratory standards* (Thực hành đo lường tốt để xác định và điều chỉnh các khoảng thời gian hiệu chuẩn các chuẩn của phòng thử nghiệm).

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Xem các Từ vựng Quốc tế về Đo lường.

3.2 Định nghĩa các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này:

3.2.1

Nhớt kế tự động (automated viscometer)

Thiết bị (một phần hay toàn bộ) cơ khí hoá một hoặc nhiều các bước của quy trình nêu ở Điều 11 hoặc Điều 12 mà không thay đổi nguyên lý hoặc kỹ thuật của thiết bị thủ công cơ bản. Các phụ tùng cần thiết cho thiết bị phải tương ứng với các kích thước, thiết kế và các đặc tính vận hành giống như thiết bị của phương pháp thủ công.

3.2.1.1 Giải thích – Nhớt kế tự động có khả năng thực hiện giống một số thao tác trong phương pháp thủ công khi giảm hoặc loại bỏ nhu cầu can thiệp hoặc thao tác bằng tay. Các thiết bị xác định độ nhớt động học bằng kỹ thuật vật lý là khác với kỹ thuật dùng trong phép thử này, không được coi là nhớt kế tự động.

3.2.2

Khối lượng riêng (density)

Khối lượng đơn vị thể tích của một chất ở nhiệt độ xác định.

3.2.3

Độ nhớt động lực, η (dynamic viscosity)

Tỷ số giữa ứng suất trượt áp dụng và tốc độ trượt của chất lỏng.

3.2.3.1 Giải thích - Độ nhớt động lực đôi khi còn gọi là hệ số độ nhớt động lực hoặc độ nhớt tuyệt đối. Độ nhớt động lực là số đo lực cản chảy hoặc sự biến dạng của một chất lỏng, mà có thể tạo khả năng cho vật liệu để chuyển động lượng đáp lại các lực tĩnh hoặc các lực trượt ngoài phụ thuộc thời gian. Độ nhớt động lực có thứ nguyên bằng khối lượng chia cho chiều dài và thời gian và có đơn vị SI là pascal nhân với giây (Pa.s). Trong số các tính chất về vận chuyển đối với nhiệt, khối lượng, và sự truyền động lượng, độ nhớt động lực là độ dẫn động lượng.

3.2.4

Độ nhớt động học, ν (kinematic viscosity)

Tỷ số giữa độ nhớt động lực (η) với khối lượng riêng (ρ) của vật liệu tại cùng nhiệt độ và áp suất.

3.2.4.1 Giải thích – Độ nhớt động học là tỷ số giữa vận chuyển động lượng và tích lũy động lượng. Các tỷ số này được gọi là các độ khuếch tán với thứ nguyên của bình phương chiều dài chia cho thời gian và có đơn vị SI là mét bình phương trên giây (m^2/s). Trong số các tính chất về vận chuyển đối với nhiệt, khối lượng, và sự truyền động lượng, độ nhớt động học là độ khuếch tán động lượng.

3.2.4.2 Giải thích – Trước đây, độ nhớt động học được xác định riêng cho các nhớt kế nêu trong tiêu chuẩn này như lực cản chảy dưới trọng lực. Nói chung, đó là tỷ số giữa truyền động lượng và tích lũy động lượng.

3.2.4.3 Giải thích – Đối với dòng chảy trọng lực dưới tác động của áp suất thủy tĩnh cho trước, áp suất này tỷ lệ thuận với khối lượng riêng của chất lỏng, ρ , nếu mật độ không khí là không đáng kể so với khối lượng riêng của chất lỏng đó. Đối với nhớt kế cụ thể nêu trong phương pháp này, thời gian chảy của một thể tích chất lỏng xác định tỷ lệ thuận với độ nhớt động học của chất lỏng đó, ν , trong đó $\nu = \eta/\rho$, và η là hệ số độ nhớt động lực.

4 Tóm tắt phương pháp

Thời gian chảy đo được của một thể tích chất lỏng xác định dưới tác dụng của trọng lực chảy qua mao quản của nhớt kế đã hiệu chuẩn và ở nhiệt độ cho trước được kiểm soát chặt chẽ. Độ nhớt động học (giá trị đã được xác định) là tích của thời gian chảy đo được và hằng số hiệu chuẩn nhớt kế. Cần hai lần xác định để tính kết quả độ nhớt động học, kết quả đó là giá trị trung bình của hai lần xác định được chấp nhận.

5 Ý nghĩa và sử dụng

Phần lớn các sản phẩm dầu mỏ, và một vài vật liệu không có nguồn gốc dầu mỏ được sử dụng làm chất bôi trơn, khả năng vận hành chính xác của thiết bị phụ thuộc vào độ nhớt phù hợp của chất bôi trơn đang sử dụng. Ngoài ra, độ nhớt của nhiều loại nhiên liệu dầu mỏ là rất quan trọng để đánh giá điều kiện tối ưu khi bảo quản và sử dụng. Vì vậy, việc xác định chính xác độ nhớt có ý nghĩa quan trọng trong tiêu chuẩn kỹ thuật của nhiều sản phẩm.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Nhớt kế – Chỉ sử dụng các nhớt kế mao quản thủy tinh đã hiệu chuẩn để đo độ nhớt động học trong giới hạn độ chụm đã nêu ở điều qui định về độ chụm.

TCVN 3171:2011

6.1.1 Các nhót kể nêu trong Bảng A.1.1 có các đặc tính kỹ thuật phù hợp tiêu chuẩn ASTM D 446 và ISO 3105. Tiêu chuẩn này không chỉ giới hạn dùng các nhót kể nêu trong Bảng A.1.1. Phụ lục A.1 giới thiệu hướng dẫn chi tiết.

6.1.2 Nhót kể tự động – Có thể dùng thiết bị đo tự động miễn là chúng thực hiện giống các điều kiện vật lý, hoạt động và quy trình của thiết bị thủ công. Nhót kể, dụng cụ đo nhiệt độ, bộ kiểm soát nhiệt độ, bể điều nhiệt hoặc đồng hồ tính thời gian lắp trong thiết bị tự động phải phù hợp với yêu cầu kỹ thuật của các linh kiện quy định ở Điều 6 của tiêu chuẩn này. Thời gian chảy ít hơn 200 s là được, tuy nhiên cần áp dụng hiệu chỉnh động năng theo Điều 7 về tính toán độ nhớt động học học phù hợp ASTM D 446. Hiệu chỉnh động năng không được vượt quá 3,0 % của độ nhớt đo được. Thiết bị tự động có khả năng xác định độ nhớt động học của chất chuẩn nhót kể được chứng nhận trong khoảng giới hạn quy định tại 9.2.1 và Điều 17. Độ chụm sẽ là tương đương về mặt thống kê hoặc tốt hơn (thay đổi ít nhất) so với thiết bị thủ công.

CHÚ THÍCH 3: Độ chụm và độ lệch của phép đo độ nhớt động học có thời gian chảy ít hơn 200 s chưa xác định. Độ chụm đã nêu trong Điều 17 không có hiệu lực đối với phép đo độ nhớt động học có thời gian chảy ít hơn 200 s.

6.2 Giá đỡ nhót kể – Sử dụng giá đỡ nhót kể cho tất cả các nhót kể có vòng khum trên thẳng đứng với vòng khum dưới để giữ độ thẳng đứng trong phạm vi 1° đối với tất cả các phía. Đối với nhót kể có vòng khum trên bù vòng khum dưới thì được giữ thẳng đứng trong khoảng 0,3° với tất cả các hướng (xem ASTM D 446 và ISO 3105).

6.2.1 Các nhót kể được treo trong các bể ổn nhiệt theo cùng phương thức như khi hiệu chuẩn và nêu trên chứng chỉ hiệu chuẩn. Xem ASTM D 446 về hướng dẫn thao tác trong các Phụ lục từ A.1 đến A.3. Đối với những nhót kể có ống hình chữ L (xem ASTM D 446) được giữ thẳng đứng bằng cách dùng (1) giá đỡ để giữ ống L thẳng đứng, hoặc (2) bong bóng thẳng bằng gắn vào một que lắp khít trong ống L, hoặc (3) một sợi dây dọi treo từ tâm ống L, hoặc (4) các phương tiện khác đã lắp sẵn trong bể ổn nhiệt.

6.3 Bể điều nhiệt – Sử dụng bể chứa chất lỏng trong suốt có độ sâu đủ để khi đo thời gian chảy mẫu, bất kỳ phần mẫu nào trong nhót kể luôn luôn cách dưới bề mặt chất lỏng của bể không ít hơn 20 mm hoặc cách đáy bể ít nhất là 20 mm.

6.3.1 Kiểm soát nhiệt độ – Đối với từng đợt đo thời gian chảy, không chế nhiệt độ chất lỏng trong bể trong phạm vi từ 15 °C đến 100 °C, và nhiệt độ trong bể không được thay đổi vượt quá $\pm 0,02$ °C so với nhiệt độ đã chọn theo toàn bộ chiều dài của nhót kể, hoặc ở giữa vị trí của mỗi nhót kể, hoặc ở vị trí của nhiệt kế. Đối với các nhiệt độ nằm ngoài khoảng này, độ sai lệch so với nhiệt độ mong muốn không được vượt quá $\pm 0,05$ °C.

6.4 Dụng cụ đo nhiệt độ trong phạm vi từ 0 °C đến 100 °C – Sử dụng các nhiệt kế thủy tinh chứa chất lỏng (Phụ lục A.2) đã hiệu chuẩn, có độ chính xác $\pm 0,02$ °C hoặc chính xác hơn, hoặc bất kỳ dụng cụ đo nhiệt độ nào có độ chính xác tương đương hoặc chính xác hơn.

6.4.1 Nếu dùng các nhiệt kế thủy tinh đã hiệu chuẩn, nên dùng hai cái. Hai nhiệt kế này cho kết quả không được chênh nhau quá 0,04 °C.

6.4.2 Ngoài phạm vi từ 0 °C đến 100 °C, dùng các nhiệt kế thủy tinh có chất lỏng đã hiệu chuẩn, có độ chính xác $\pm 0,05$ °C hoặc chính xác hơn, hoặc bất kỳ dụng cụ đo nhiệt độ nào có độ chính xác tương đương hoặc chính xác hơn. Khi dùng song song hai dụng cụ đo nhiệt độ trong cùng một bể thì kết quả đo không được chênh nhau quá $\pm 0,1$ °C.

6.4.3 Khi sử dụng các nhiệt kế thủy tinh có chất lỏng như đã nêu ở Bảng A.2.1, dùng kính lúp để đọc kết quả chính xác đến 1/5 vạch (ví dụ 0,01 °C hoặc 0,02 °F) để đảm bảo nhiệt độ theo yêu cầu của phép thử và đủ khả năng kiểm soát nhiệt độ (xem 10.1). Nên thường xuyên ghi lại số

đọc nhiệt độ (và các hiệu chỉnh ghi trên chứng chỉ hiệu chuẩn của các nhiệt kế) để chứng minh sự phù hợp với các yêu cầu của phép thử. Thông tin này sẽ rất có ích, đặc biệt khi nghiên cứu các vấn đề hoặc các nguyên nhân liên quan đến độ chính xác và độ chụm.

6.5 Dụng cụ đo thời gian – Dùng các dụng cụ đo thời gian có khả năng đọc và phân biệt tới 0,1 s hoặc tốt hơn, có độ chính xác trong khoảng $\pm 0,07$ % (xem Phụ lục A.3) của số đọc khi đo với các khoảng thời gian chảy dự đoán tối thiểu và tối đa.

6.5.1 Có thể dùng các thiết bị điện tử đo thời gian nếu tần số dòng điện được kiểm soát để có độ chính xác đến 0,05 % hoặc cao hơn. Các dòng điện xoay chiều do hệ thống điện lưới cung cấp hay bị gián đoạn. Khi dùng dòng điện như vậy cho các thiết bị điện tử đo thời gian có thể gây ra những sai số lớn khi đo thời gian chảy của độ nhớt động học.

7 Thuốc thử và hóa chất

7.1 Dung dịch làm sạch axit cromic, hoặc dung dịch axit làm sạch có tính oxy hoá mạnh, không chứa crom. (**Cảnh báo** – Axit cromic có hại cho sức khỏe. Là chất độc, gây ung thư, có tính ăn mòn cao, và có tính độc tiềm ẩn khi tiếp xúc với các chất hữu cơ. Nếu sử dụng phải đeo mặt nạ, găng tay và quần áo bảo hộ lao động. Tránh không hít phải hơi của chất này. Cẩn thận khi thải bỏ axit cromic đã sử dụng vì nó vẫn còn độc. Dung dịch axit làm sạch có tính oxy hóa mạnh không chứa crom cũng có tính ăn mòn cao, tính độc tiềm ẩn khi tiếp xúc với các chất hữu cơ, nhưng nếu không chứa crom thì phải đặc biệt chú ý các vấn đề về chất thải).

7.2 Dung môi hòa tan mẫu, có khả năng hoà tan mẫu hoàn toàn. Lọc trước khi sử dụng.

TCVN 3171:2011

7.2.1 Đối với phần lớn các mẫu, dung môi dầu mỏ (spirit) dễ bay hơi hoặc naphta đều phù hợp. Đối với các nhiên liệu cặn, có thể phải rửa trước bằng dung môi thơm như toluen hoặc xylen để loại bỏ nhựa đường.

7.3 Dung môi làm khô, là dung môi dễ bay hơi, hoà tan với dung môi hòa tan mẫu (xem 7.2) và hòa tan với nước (xem 7.4). Lọc trước khi sử dụng.

7.3.1 Aceton là phù hợp. (Cảnh báo – Rất dễ cháy).

7.4 Nước, nước khử ion hoặc nước cất phù hợp ASTM D 1193, hoặc loại 3 quy định tại TCVN 4851 (ISO 3696). Lọc trước khi sử dụng.

8 Chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận

8.1 Chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận bởi một phòng thử nghiệm, phòng này phải phù hợp các yêu cầu qui định tại TCVN ISO 17025 (ISO 17025) theo phương pháp đánh giá độc lập. Chất chuẩn độ nhớt phải được dẫn xuất theo các quy trình được qui định trong ASTM D 2162.

8.2 Độ không đảm bảo đo của chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận phải được xác định với từng giá trị chứng nhận ($k = 2$, độ tin cậy 95 %). Xem TCVN 6910 (ISO 5725) hoặc NIST 1297.

9 Hiệu chuẩn và kiểm định

9.1 Nhớt kế – Chỉ dùng các nhớt kế, nhiệt kế và các đồng hồ đo thời gian đã được hiệu chuẩn như qui định ở Điều 6.

9.2 Các chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận (Bảng A.1.2) – Sử dụng để kiểm tra khẳng định qui trình thử của phòng thí nghiệm.

9.2.1 Nếu độ nhớt động học đo được không nằm trong khoảng dung sai chấp nhận. Khi tính theo Phụ lục A.4 với giá trị đã chứng nhận, thì kiểm tra lại từng bước trong quy trình, bao gồm cả hiệu chuẩn lại nhớt kế và nhiệt kế, tìm nguồn gốc gây sai số. Phụ lục A.1 qui định các chi tiết về chất chuẩn thích hợp.

CHÚ THÍCH 4: Trong những phiên bản trước của TCVN 3171 (ASTM D 445) đã sử dụng giới hạn $\pm 0,35$ % so với giá trị chứng nhận. Các số liệu trợ giúp giới hạn $\pm 0,35$ % không thể kiểm tra được. Phụ lục A.4 đưa ra các hướng dẫn xác định dải dung sai. Dải dung sai kết hợp cả độ không đảm bảo đo của chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận cũng như độ không đảm bảo đo của phòng thí nghiệm sử dụng chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận

9.2.1.1 Một cách tính khác với Phụ lục A.4 là sử dụng các dải dung sai gần đúng qui định trong Bảng 1.

9.2.2 Nguồn gốc phổ biến nhất gây ra sai số là do các hạt bụi bám vào thành mao quản và sai số do phép đo nhiệt độ. Phải đánh giá rằng kết quả chính xác thu được ở dầu chuẩn không loại trừ được các nguồn sai số có thể xảy ra.

9.3 Hằng số hiệu chuẩn, C , phụ thuộc vào gia tốc trọng trường tại vị trí hiệu chuẩn và do đó phải được phòng thí nghiệm tiêu chuẩn cung cấp cùng với hằng số của thiết bị đo. Khi gia tốc trọng trường, g , chênh nhau hơn 0,1 % thì hiệu chỉnh hằng số hiệu chuẩn như sau:

$$C_2 = (g_2 / g_1) \times C_1 \quad (1)$$

trong đó chỉ số 1 và 2 là tương ứng với phòng thí nghiệm tiêu chuẩn và phòng thí nghiệm thử nghiệm.

Bảng 1 – Dải dung sai gần đúng

CHÚ THÍCH: Xác định dải dung sai theo ASTM D 6617. Cách tính được lấy trong Báo cáo RR:D02-1498.

Độ nhớt của chất chuẩn, mm ² /s	Dải dung sai
< 10	± 0,30 %
10 – 100	± 0,32 %
100 – 1000	± 0,36 %
1000 – 10 000	± 0,42 %
10 000 – 100 000	± 0,54 %
> 100 000	± 0,73 %

10 Qui trình chung xác định độ nhớt động học

10.1 Điều chỉnh và duy trì nhiệt độ thử nghiệm yêu cầu của bể chứa nhớt kể trong giới hạn nêu ở 6.3.1, lưu ý các điều kiện nêu trong Phụ lục A.2 và các hiệu chỉnh ghi trên chứng chỉ hiệu chuẩn nhiệt kế.

10.1.1 Các nhiệt kế được gắn ở vị trí thẳng đứng và được nhấn chìm ở điều kiện giống như khi hiệu chuẩn.

10.1.2 Để thu được số đo nhiệt độ tin cậy nhất, nên dùng hai nhiệt kế có chứng chỉ hiệu chuẩn còn hiệu lực (xem 6.4).

10.1.3 Có thể quan sát các nhiệt kế bằng kính lúp có độ phóng đại khoảng 5 lần và bố trí để loại bỏ những sai sót do quan sát bằng mắt thường.

10.2 Chọn nhớt kế đã hiệu chuẩn, khô, sạch có dải đo bao trùm độ nhớt động học cần xác định (tức là mao quản rộng cho chất lỏng rất nhớt và mao quản hẹp hơn cho chất lỏng linh động hơn). Đối với nhớt kế thủ công, thời gian chảy không ít hơn 200 s hoặc dài hơn thời gian nêu trong

TCVN 3171:2011

ASTM D 446. Thời gian chảy ít hơn 200 s cũng được chấp nhận đối với nhớt kế tự động, với điều kiện phù hợp yêu cầu của 6.1.2.

10.2.1 Các chi tiết vận hành thay đổi đối với mỗi loại nhớt kế khác nhau nêu trong Bảng A.1.1. Hướng dẫn thao tác của các loại nhớt kế khác nhau được nêu trong ASTM D 446.

10.2.2 Khi nhiệt độ thử nghiệm thấp hơn điểm vẫn đục, thì nạp vào nhớt kế theo cách thông thường như hướng dẫn tại 11.1. Để chắc chắn hơi ẩm không ngưng tụ hoặc kết tinh trên thành mao quản, thì hút mẫu vào mao quản làm việc và bầu tính thời gian, đẩy nút cao su vào ống để giữ phần mẫu ở đúng vị trí, và gắn nhớt kế vào bể. Sau khi gắn xong, để nhớt kế đạt nhiệt độ bể và tháo nút cao su ra. Khi tiến hành đo độ nhớt bằng phương pháp thủ công, không sử dụng các loại nhớt kế mà không thể tháo ra khỏi bể điều nhiệt để nạp mẫu.

10.2.2.1 Có thể sử dụng ống hút ẩm được gắn hờ vào đầu hờ của nhớt kế. Nếu sử dụng, ống hút ẩm phải phù hợp với thiết kế của nhớt kế và không làm cản trở dòng chảy của mẫu do áp suất tạo ra trong dụng cụ đo.

10.2.3 Nhớt kế dùng cho chất lỏng silicon, fluocacbon và các chất lỏng khác mà khó rửa sạch bằng tác nhân tẩy rửa, thì nên cất giữ lại để sử dụng riêng cho các chất lỏng này, chỉ trừ trong quá trình hiệu chuẩn. Các nhớt kế này phải được hiệu chuẩn định kỳ thường xuyên. Dung môi dùng để rửa loại nhớt kế này, không được lấy để rửa loại nhớt kế khác.

11 Qui trình xác định độ nhớt của các chất lỏng trong suốt

11.1 Nạp mẫu vào nhớt kế theo thiết kế của thiết bị, thao tác này phải phù hợp thao tác đã thực hiện khi hiệu chuẩn nhớt kế. Nếu mẫu có chứa các hạt rắn hoặc sợi thì lọc qua màng lọc 75 µm trước hoặc trong khi nạp mẫu (xem ASTM D 446).

CHÚ THÍCH 5: Để hạn chế tối đa các hạt kết tụ lại khi đi qua màng lọc cần phải duy trì thời gian giữa quá trình lọc và nạp mẫu ở mức tối thiểu.

11.1.1 Nói chung, các nhớt kế sử dụng cho chất lỏng trong suốt là loại được nêu trong Bảng A.1.1, kiểu A và B.

11.1.2 Với các sản phẩm có *tính keo* (gel), thận trọng tiến hành phép đo thời gian chảy ở nhiệt độ đủ cao để vật liệu chảy tự do, sao cho thu được kết quả độ nhớt động học như nhau với các nhớt kế có đường kính mao quản khác nhau.

11.1.3 Để nhớt kế đã nạp mẫu trong bể một thời gian đủ để đạt đến nhiệt độ thí nghiệm. Khi sử dụng một bể để đo nhiều nhớt kế, không được thêm hoặc lấy bớt hoặc làm sạch nhớt kế trong khi các nhớt kế khác đang dùng để đo thời gian chảy.

11.1.4 Vì thời gian nhót kể đã nạp mẫu ngâm trong bể để đạt đến nhiệt độ thử nghiệm là khác nhau đối với các nhót kể khác nhau, nhiệt độ khác nhau và độ nhót động học khác nhau, nên cần phải xác định bằng thực nghiệm khoảng thời gian an toàn để đạt cân bằng nhiệt độ.

11.1.4.1 Thời gian 30 min là đủ, trừ các trường hợp độ nhót động học rất cao.

11.1.5 Tùy thuộc vào yêu cầu thiết kế nhót kể, điều chỉnh thể tích mẫu đến vạch sau khi mẫu đạt cân bằng nhiệt độ.

11.2 Nếu trong hướng dẫn sử dụng nhót kể không qui định giá trị khác, bằng cách hút (nếu mẫu không chứa các thành phần dễ bay hơi) hoặc đẩy để điều chỉnh mẫu thử đến vị trí trong nhánh mao quản sao cho cao hơn vạch mức đo thời gian lần thứ nhất khoảng 7 mm. Để mẫu chảy

tự do, đo thời gian của mặt khum chất lỏng chảy từ vạch đầu thứ nhất đến vạch đầu thứ hai, thời gian tính bằng giây, sai số đến 0,1 s. Nếu thời gian chảy đo được ít hơn thời gian tối thiểu đã qui định (xem 10.2), chọn nhót kể có đường kính mao quản nhỏ hơn rồi tiến hành đo lại.

11.2.1 Lập lại qui trình nêu trong 11.2 để đo thời gian chảy lần hai. Ghi lại cả hai số đo.

11.2.2 Từ hai lần đo thời gian chảy, tính toán xác định hai giá trị độ nhót động học.

11.2.3 Nếu hai giá trị xác định độ nhót động học tính từ phép đo thời gian chảy nằm trong giới hạn xác định đối với sản phẩm (xem 17.1.1), thì lấy giá trị trung bình qua hai phép xác định này để tính kết quả độ nhót động học. Ghi lại kết quả. Nếu kết quả không nằm trong giới hạn thì đo lại thời gian chảy sau khi rửa sạch, sấy khô kỹ nhót kể và lọc lại mẫu (nếu cần, xem 11.1) cho tới khi kết quả độ nhót động học đã tính nằm trong giới hạn quy định.

11.2.4 Nếu sản phẩm hoặc nhiệt độ, hoặc cả hai không được liệt kê trong 17.1.1 thì sử dụng là 1,5 % là giá trị ước lượng của khả năng xác định.

12 Qui trình xác định độ nhót của các chất lỏng không trong suốt

12.1 Đối với dầu xilanh và dầu bôi trơn tối màu, tiến hành theo 12.3 khi đã đảm bảo mẫu đã lấy là mẫu đại diện. Độ nhót động học của nhiên liệu FO cặn và các sản phẩm tương tự sáp có thể bị ảnh hưởng do gia nhiệt trước nên cần thực hiện các qui trình nêu trong 12.1.1 đến 12.2.2 để giảm thiểu ảnh hưởng này.

12.1.1 Nói chung, các nhót kể dùng cho các chất lỏng không trong suốt là loại chảy ngược, nêu trong Bảng A.1.1.C.

12.1.2 Gia nhiệt mẫu trong bình chứa ban đầu, trong lò ở nhiệt độ $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h.

TCVN 3171:2011

12.1.3 Khuấy kỹ mẫu bằng que khuấy phù hợp, có đủ độ dài để chạm tới đáy của bình chứa. Khuấy tiếp cho đến khi không có cặn hoặc sáp dính vào que khuấy.

12.1.4 Đậy nắp bình chứa và lắc mạnh trong 1 min để trộn đều.

12.1.4.1 Đối với các mẫu có nhiều sáp hoặc dầu có độ nhớt cao, để có thể trộn đều cần tăng nhiệt độ gia nhiệt lên trên 60 °C. Mẫu phải đủ lỏng để dễ khuấy, dễ lắc.

12.2 Ngay sau khi hoàn thành bước 12.1.4, rót một lượng mẫu đủ để nạp cho hai nhót kế vào bình thủy tinh 100 ml và đậy hờ nắp lại.

12.2.1 Nhấn chìm cốc này vào bể nước sôi trong vòng 30 min. (**Cảnh báo** – Cần thận khi thực hiện vì có thể xuất hiện sự sôi mạnh gây trào mẫu, nếu trong mẫu chứa nhiều nước và đun đến nhiệt độ cao).

12.2.2 Lấy cốc ra khỏi bể, đậy chặt nắp và lắc trong 60 s.

12.3 Yêu cầu xác định hai lần độ nhớt động học với mẫu thử nghiệm. Đối với các nhót kế cần làm sạch hoàn toàn sau mỗi lần đo thời gian chảy; có thể dùng hai nhót kế. Cũng có thể dùng một nhót kế nhưng phải đo lại thời gian chảy ngay mà không cần làm sạch để thực hiện hai phép đo thời gian chảy và tính toán độ nhớt động học. Nạp mẫu vào hai nhót kế theo hướng dẫn của từng loại dụng cụ. Ví dụ: Đối với nhót kế nhánh thẳng hoặc nhót kế BS hình chữ U dùng cho chất lỏng không trong suốt, lọc mẫu qua lưới lọc 75 µm vào hai nhót kế đã được đặt trước trong bể. Đối với các mẫu buộc phải xử lý nhiệt thì sử dụng phễu lọc đã được nung nóng trước để tránh mẫu bị đông lại trong khi lọc.

12.3.1 Các nhót kế được nạp mẫu trước khi lắp vào bể, cần được sấy nóng sơ bộ trong lò trước khi nạp mẫu. Điều này để đảm bảo mẫu không bị làm lạnh dưới nhiệt độ thí nghiệm.

12.3.2 Sau 10 min, điều chỉnh thể tích mẫu (theo kết cấu của nhót kế quy định) đến đúng vạch nạp mẫu như tiêu chuẩn nhót kế qui định (xem ASTM D 446).

12.3.3 Để một thời gian đủ để nhót kế đã nạp mẫu đạt nhiệt độ thử (xem 12.3.1). Khi một bể dùng cho từ hai nhót kế trở lên, không được cho thêm hoặc rút bớt nhót kế ra, hoặc làm sạch nhót kế khi nhót kế khác đang đo thời gian chảy.

12.4 Để mẫu chảy tự do, đo thời gian chảy của mực chất lỏng từ vạch đầu thứ nhất đến vạch đầu thứ hai, thời gian tính bằng giây, sai số đến 0,1 s. Ghi lại kết quả.

12.4.1 Trong trường hợp mẫu cần xử lý nhiệt như mô tả từ 12.1 đến 12.2.1, thì hoàn thành việc đo thời gian chảy trong 1 h khi hoàn tất 12.2.2. Ghi lại thời gian chảy đo được.

12.5 Tính toán độ nhớt động học, ν , theo mm²/s từ mỗi lần xác định thời gian chảy. Coi đây là hai giá trị xác định độ nhớt động học.

12.5.1 Đối với nhiên liệu FO cặn, nếu hai giá trị xác định độ nhớt động học nằm trong khoảng giới hạn theo quy định (xem 17.1.1) thì lấy trung bình các giá trị xác định này tính kết quả độ nhớt động học để báo cáo. Ghi lại kết quả. Nếu độ nhớt động học tính được không nằm trong giới hạn thì đo lại thời gian chảy sau khi rửa sạch và sấy khô nhớt kế cùng với việc lọc mẫu. Nếu sản phẩm hoặc nhiệt độ hoặc cả hai không được liệt kê trong 17.1.1 với nhiệt độ đo từ 15 °C đến 100 °C thì áp dụng giá trị ước lượng của khả năng xác định là 1,0 % và 1,5 % đối với nhiệt độ nằm ngoài khoảng này, phải biết rằng các sản phẩm này là phi-Newton và có thể chứa các hạt rắn mà có thể tách ra khỏi dung dịch khi đo thời gian chảy.

13 Làm sạch nhớt kế

13.1 Giữa những lần xác định liên tiếp độ nhớt động học, rửa sạch nhớt kế bằng cách tráng nhiều lần dung môi hoà tan mẫu, tiếp theo là dung môi làm khô (xem 7.3). Thổi khô ống bằng cách cho luồng khí khô đã lọc đi chậm qua nhớt kế trong 2 min, hoặc cho đến khi vết dung môi cuối cùng không còn nữa.

13.2 Rửa sạch định kỳ nhớt kế bằng dung môi rửa (**Cảnh báo** – Xem 7.1) trong một vài giờ để loại bỏ các vết cặn hữu cơ còn lại, tráng sạch bằng nước (7.4) và dung môi làm khô (7.3), sau đó làm khô bằng khí khô đã lọc hoặc hút chân không. Loại bỏ toàn bộ cặn vô cơ bằng cách xử lý với axit clohydric trước khi sử dụng dung môi axit làm sạch, đặc biệt khi nghi ngờ có muối bari. (**Cảnh báo** – Không dùng dung môi rửa kiềm vì có thể xảy ra những thay đổi trong hiệu chuẩn nhớt kế).

14 Tính kết quả

14.1 Tính từng giá trị độ nhớt động học đã xác định v_1 và v_2 , từ thời gian chảy đo được t_1 và t_2 , và hằng số nhớt kế C , theo công thức sau:

$$v_{1,2} = C \times t_{1,2} \quad (2)$$

trong đó

$v_{1,2}$ là giá trị độ nhớt động học xác định được đối với v_1 và v_2 tương ứng, tính bằng milimét vuông trên giây (mm^2/s);

C là hằng số hiệu chuẩn của nhớt kế, tính bằng milimét vuông trên giây (mm^2/s); và

$t_{1,2}$ là thời gian chảy đo được đối với t_1 và t_2 tương ứng, tính bằng giây (s).

Tính kết quả độ nhớt động học, ν , là giá trị trung bình của v_1 và v_2 (xem 11.2.3 và 12.5.1).

TCVN 3171:2011

14.2 Tính độ nhớt động lực, η , từ độ nhớt động học tính được, ν , và khối lượng riêng, ρ , theo công thức sau:

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

trong đó

η là độ nhớt động lực, tính bằng mPa.s;

ρ là khối lượng riêng tại cùng nhiệt độ khi xác định độ nhớt động học, tính bằng kg/m³;
và

ν là độ nhớt động học, tính bằng mm²/s.

14.2.1 Khối lượng riêng của mẫu có thể xác định tại nhiệt độ thử khi xác định độ nhớt động học theo phương pháp tương ứng, nêu ở ASTM D 1217, ASTM D 1480, hoặc ASTM D 1481.

15 Biểu thị kết quả

Báo cáo kết quả xác định độ nhớt động học và độ nhớt động lực, hoặc cả hai đến bốn chữ số có nghĩa và báo cáo nhiệt độ đo kèm theo.

16 Báo cáo thử nghiệm

16.1 Báo cáo các thông tin sau:

16.1.1 Loại và nhận biết sản phẩm được thử,

16.1.2 Viện dẫn tiêu chuẩn này hoặc tiêu chuẩn quốc tế tương ứng,

16.1.3 Kết quả thử nghiệm (xem Điều 15),

16.1.4 Sai lệch bất kỳ với quy trình quy định, theo thoả thuận hoặc tùy ý

16.1.5 Ngày thử nghiệm,

16.1.6 Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm.

17 Độ chụm

17.1 So sánh các giá trị xác định được:

17.1.1 Giới hạn xác định (d) – Sự chênh lệch giữa các phép xác định liên tiếp, thu được do cùng một thí nghiệm viên trong cùng một phòng thí nghiệm thực hiện hàng loạt các thao tác trên cùng một thiết bị cho một kết quả độc lập, trong một thời gian dài, với thao tác bình thường và chính xác của phép thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

Dầu gốc ở 40 °C và 100 °C	0,0020 y	(0,20 %)
Dầu pha chế ở 40 °C và 100 °C	0,0013 y	(0,13 %)
Dầu pha chế ở 150 °C	0,015 y	(1,5 %)
Sáp dầu mỏ ở 100 °C	0,0080 y	(0,80 %)
Nhiên liệu FO cận ở 80 °C và 100 °C	0,011 (y+8)	
Nhiên liệu FO cận ở 50 °C	0,017 y	(1,7 %)
Phụ gia ở 100 °C	0,00106 y ^{1,1}	
Gas-oil ở 40 °C	0,0013 (y+1)	
Nhiên liệu phản lực ở –20 °C	0,0018 y	(0,18 %)

trong đó: y là giá trị trung bình của các giá trị xác định đang so sánh.

17.2 So sánh các kết quả:

17.2.1 Độ lặp lại (r) – Sự chênh lệch giữa các kết quả liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên trong cùng một phòng thử nghiệm, tiến hành thử trên cùng một thiết bị, cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài dưới điều kiện thử không đổi, với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

Dầu gốc ở 40 °C và 100 °C	0,0011 x	(0,11 %)
Dầu pha chế ở 40 °C và 100 °C	0,0026 x	(0,26 %)
Dầu pha chế ở 150 °C	0,0056 x	(0,56 %)
Sáp dầu mỏ ở 100 °C	0,0141 x ^{1,2}	
Nhiên liệu FO cận ở 80 °C và 100 °C	0,013 (x+8)	
Dầu cận ở 50 °C	0,015 x	(1,5 %)
Phụ gia ở 100 °C	0,00192 x ^{1,1}	
Gas-oil ở 40 °C	0,0043 (x+1)	
Nhiên liệu phản lực ở – 20 °C	0,007 x	(0,7 %)

trong đó: x là giá trị trung bình của các kết quả đang so sánh.

TCVN 3171:2011

17.2.2 Độ tái lập (R) – Sự chênh lệch giữa các kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở những phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài, trong điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

Dầu gốc ở 40 °C và 100 °C	0,0065 x	(0,65 %)
Dầu pha chế ở 40 °C và 100 °C	0,0076 x	(0,76 %)
Dầu pha chế ở 150 °C	0,018 x	(1,8 %)
Sáp dầu mỏ ở 100 °C	0,0366 x ^{1,2}	
Nhiên liệu FO cặn ở 80 °C và 100 °C	0,04 (x+8)	
Dầu cặn ở 50 °C	0,074 x	(7,4 %)
Phụ gia ở 100 °C	0,00862 x ^{1,1}	
Gas-oil ở 40 °C	0,0082 (x+1)	
Nhiên liệu phản lực ở – 20 °C	0,019 x	(1,9 %)

trong đó: x là giá trị trung bình của các kết quả đang so sánh.

17.3 Độ chụm của dầu đã sử dụng không xác định được, nhưng dự đoán là thấp hơn so với dầu mới pha chế bởi vì dầu đã sử dụng rất dễ thay đổi, không dự đoán trước được về độ chụm của dầu đã sử dụng sẽ xác định được hay không.

17.4 Không xác định được độ chụm của nhớt kế tự động đặc chủng. Tuy vậy, đã tiến hành phân tích được một bộ số liệu tập hợp bao gồm cả nhớt kế tự động và nhớt kế thủ công trong dải nhiệt độ từ 40 °C đến 100 °C. Các số liệu tái lập về ý nghĩa thống kê của nhớt kế tự động không khác nhau lắm so với nhớt kế thủ công. Các số liệu này cũng cho biết rằng không có độ sai lệch giữa các số liệu của nhớt kế tự động với nhớt kế thủ công.

Phụ lục A
(Quy định)

A.1 Các loại nhớt kế và chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận

A.1.1 Các loại nhớt kế

A.1.1.1 Bảng A.1.1 liệt kê các nhớt kế mao quản thường dùng để xác định độ nhớt của các sản phẩm dầu mỏ. Đối với tiêu chuẩn kỹ thuật, hướng dẫn hoạt động, và hiệu chuẩn tham khảo ASTM D 446.

Bảng A.1.1 – Các loại nhớt kế

Ký hiệu nhớt kế	Dải độ nhớt động học ^A , mm ² /s
A. Kiểu Ostwald đối với các chất lỏng trong suốt	
Cannon – Fenske, thông thường ^B	0,5 đến 20 000
Zeitfuchs	0,6 đến 3 000
BS/ống hình chữ U ^B	0,9 đến 10 000
BS/U/M thu nhỏ	0,2 đến 100
SIL ^B	0,6 đến 10 000
Cannon Manning semi - Micro	0,4 đến 20 000
Pinkevitch ^B	0,6 đến 17 000
B. Kiểu móc treo đối với các chất lỏng trong suốt	
BS/IP/SL ^B	3,5 đến 100 000
BS/IP/SL (S) ^B	1,05 đến 10 000
BS/IP/MSL	0,6 đến 3 000
Ubbelohde ^B	0,3 đến 100 000
Fitzsimon s	0,6 đến 1 200
Atlantic ^B	0,75 đến 5 000
Cannon- Ubbelohde (A), Cannon- Ubbelohde dilution ^B (B)	0,5 đến 100 000
Cannon - Ubbelohde Semi Micro	0,4 đến 20 000
C. Kiểu chảy ngược đối với các chất lỏng trong suốt và không trong suốt	
Cannon Fenske mờ đục	0,4 đến 20 000
Zeitfuchs nhánh thẳng	0,6 đến 100 000
BS/IP/RF hình chữ U chảy ngược	0,6 đến 300 000
Lantz-Zeitfuchs kiểu chảy ngược	60 đến 100 000

TCVN 3171:2011

^A Mỗi dải độ nhớt trích dẫn cần một loạt nhớt kế. Để không phải hiệu chỉnh động năng, các nhớt kế này phải được lựa chọn sao cho thời gian chảy vượt quá 200 s, trừ khi có ghi trong yêu cầu kỹ thuật ASTM D 446.

^B Ở mỗi một loạt nhớt kế này, thời gian chảy tối thiểu của các nhớt kế có hằng số thấp nhất phải quá 200 s.

A.1.1.2 Bảng A.1.2 liệt kê các chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận.

Bảng A.1.2 – Chất chuẩn độ nhớt được chứng nhận

Ký hiệu	Độ nhớt động học xấp xỉ, mm ² /s					
	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	2 400	1 600	520	280	67	32
S2000	8 700	5 600	1 700	...	...	75
S8000	37 000	23 000	6 700	...	...	...
S30 000	...	81 000	23 000	11 000	...	...

A.2 Các loại nhiệt kế dùng cho phép thử độ nhớt động học

A.2.1 Nhiệt kế chuyên dụng dải đo ngắn

A.2.1.1 Dùng nhiệt kế chuyên dụng dải đo ngắn phù hợp với yêu cầu kỹ thuật chung nêu trong Bảng A.2.1 và Bảng A.2.2, và một trong các thiết kế được nêu ở Hình A.2.1.

A.2.1.2 Sự khác nhau trong thiết kế chính là ở vị trí đo điểm băng. Trong thiết kế A, điểm băng nằm trong dải đo, trong thiết kế B điểm băng ở dưới dải đo và trong thiết kế C, điểm băng ở trên dải đo.

A.2.2 Hiệu chuẩn

A.2.2.1 Sử dụng nhiệt kế thủy tinh chứa chất lỏng bên trong có độ chính xác sau khi hiệu chỉnh là 0,02 °C, hoặc chính xác hơn, do phòng thí nghiệm phù hợp các yêu cầu của TCVN ISO 9000 hoặc TCVN ISO 17025 hiệu chuẩn và có giấy chứng nhận xác nhận việc hiệu chuẩn theo tiêu chuẩn quốc gia. Có thể chọn dụng cụ đo nhiệt độ khác như nhiệt kế điện trở platin, có độ chính xác tương đương, hoặc chính xác hơn với các yêu cầu chứng nhận tương tự.

A.2.2.2 Việc hiệu chỉnh thang đo nhiệt kế thủy tinh có chất lỏng bên trong có thể thay đổi trong khi bảo quản và sử dụng, vì vậy cần phải hiệu chuẩn lại thường xuyên. Cách tốt nhất là hiệu chuẩn lại điểm băng trong phòng thí nghiệm và toàn bộ việc hiệu chỉnh thang đo chính phát hiện được là từ sự thay đổi điểm băng.

A.2.2.2.1 Khoảng thời gian hiệu chuẩn lại điểm băng không được quá 6 tháng (Xem NIST GMP11). Đối với các nhiệt kế mới, trong 6 tháng đầu nên kiểm tra hàng tháng. Sự thay đổi của một hay nhiều vạch chia trên thang đo ở điểm băng có nghĩa là nhiệt kế có thể bị đun quá nhiệt hoặc bị hỏng, và có thể không hiệu chuẩn được. Loại bỏ nhiệt kế này nếu nghi ngờ hoặc phải hiệu chuẩn lại. Hiệu chuẩn lại hoàn toàn nhiệt kế khi cho phép, không cần thiết phải đáp ứng độ chính xác quy định cho nhiệt kế loại này (xem ấn phẩm đặc biệt NIST số 819). Bất cứ sự thay đổi nào trong khi hiệu chỉnh điểm băng phải được bổ sung vào các hiệu chỉnh khác trong báo cáo hiệu chuẩn ban đầu.

A.2.2.2.2 Nếu sử dụng các dụng cụ đo nhiệt độ khác cũng phải hiệu chuẩn lại định kỳ. Lưu vào hồ sơ các lần hiệu chuẩn lại.

Bảng A.2.1 – Tiêu chuẩn kỹ thuật chung đối với các nhiệt kế

CHÚ THÍCH: Bảng A.2.2 quy định khoảng đo của các nhiệt kế ASTM, IP và ASTM/IP phù hợp yêu cầu kỹ thuật trong Bảng A.2.1, và các nhiệt độ thử xác định. Xem ASTM E1 và ASTM E 77.

Nhấn chìm	Toàn bộ	
Các vạch thang đo	°C	0,05
Vạch chia nhỏ		
Vạch dài ở mỗi khoảng nhiệt độ	°C	0,1 và 0,5
Các số ghi ở mỗi vạch	°C	1
Độ rộng tối đa của vạch	mm	0,10
Sai số thang đo ở nhiệt độ thử, max	°C	0,1
Phân bầu: cho phép đốt nóng	°C	105 lên tới 90, 120 giữa 90 và 95, 130 giữa 95 và 105, 170 trên 105
Độ dài tổng cộng	mm	300 đến 310
Đường kính thân ngoài	mm	6,0 đến 8,0
Độ dài bầu	mm	45 đến 55
Đường kính ngoài của bầu	mm	Không lớn hơn thân
Độ dài của dải đo	mm	40 đến 90

Bảng A.2.2 – Các nhiệt kế phù hợp tiêu chuẩn

Số nhiệt kế	Nhiệt độ thử	
	°C	°F
ASTM 132C, IP102C	150	
ASTM110C, F/IP 93C	135	275
ASTM 121C/IP 32C	98,9	210
	100	212
ASTM 129C, F/IP 36C	93,3	200
ASTM 48C, F/IP 90C	82,2	180
IP 100 C	80	
ASTM 47C,F/IP 35C	60	140
ASTM 29C,F/IP 34C	54,4	130
ASTM 46C F/IP 66C	50	122
ASTM 120C/IP 92C	40	
ASTM 28C,F/IP 31C	37,8	100
ASTM 118C,F	30	86
ASTM 45C,F/IP 30C	25	77
ASTM 44C,F/IP 29C	20	68
ASTM 128, F/IP 33C	0	32
ASTM 72C,F/IP67C	-17,8	0
ASTM 127C/IP99C	-20	-4
ASTM 126C,F/IP 71C	-26,1	-20
ASTM 73C,F/IP 68C	-40	-40
ASTM 74C,F/IP 69C	-53,9	-65

A.2.2.3 Quy trình hiệu chuẩn lại điểm băng đối với các nhiệt kế thủy tinh

A.2.2.3.1 Nếu không có các quy định khác trong giấy chứng nhận hiệu chuẩn, thì hiệu chuẩn lại các nhiệt kế đo độ nhớt động học đã hiệu chuẩn, yêu cầu đọc điểm băng trong vòng 60 min, sau khi đã ở nhiệt độ thí nghiệm không dưới 3 min.

A.2.2.3.2 Chọn các cục đá sạch được làm từ nước cất hoặc nước sạch. Loại bỏ phần bị đục hoặc bị xấu. Dùng nước cất sạch tráng rửa cục đá rồi nghiền nát thành những mẫu vụn, tránh tiếp xúc trực tiếp bằng tay hoặc với bất cứ vật nào không tinh khiết về hoá học. Cho nước đá đã nghiền vào bình Dewar rồi thêm nước vào đủ để tạo thành tuyết đang tan, nhưng không làm nổi đá lên. Khi tan đá, tháo một lượng nước ra và cho thêm các mẫu đá vụn hơn vào. Đặt nhiệt kế vào và bọc đá nhẹ nhàng vào thân, sao cho độ sâu xấp xỉ một vạch chia dưới 0 °C của thang chia độ.

A.2.2.3.3 Sau ít nhất là 3 min, trong khi tiến hành quan sát, gõ nhẹ, liên tục vào nhiệt kế ở góc vuông với trục của nó. Lấy các số đọc kế tiếp ít nhất sau từng phút một, với sai khác không quá 0,005 °C.

A.2.2.3.4 Ghi lại số đọc điểm băng và xác định số hiệu chỉnh nhiệt kế ở nhiệt độ này từ số đọc trung bình. Nếu số hiệu chỉnh xác định được cao hơn hoặc thấp hơn số hiệu chỉnh của lần hiệu chuẩn trước, thì thay đổi số hiệu chỉnh ở tất cả các nhiệt độ khác bằng giá trị tương đương.

A.2.2.3.5 Khi tiến hành hiệu chuẩn cần thực hiện các điều kiện sau:

(1) Giữ nhiệt kế thẳng đứng.

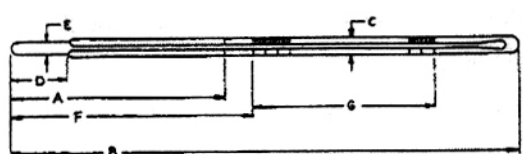
(2) Quan sát nhiệt kế bằng dụng cụ quang học phóng đại gấp khoảng 5 lần và cũng để loại trừ thị sai.

(3) Biểu thị số đọc điểm băng chính xác 0,005 °C.

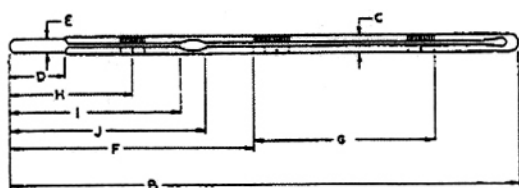
A.2.2.4 Khi sử dụng, nhấn chìm dụng cụ đo nhiệt độ đến cùng độ sâu như khi nó được hiệu chuẩn.

Ví dụ: nếu nhiệt kế thủy tinh có chất lỏng bên trong đã được hiệu chuẩn ở điều kiện nhấn chìm toàn phần thông thường, thì nó phải được nhấn chìm tới đỉnh của cột thủy ngân cùng với phần thân còn lại và phần thể tích giãn nở ở đầu trên cùng nhô ra tiếp xúc với nhiệt độ và áp suất trong phòng. Trong thực tế, điều này có nghĩa là đỉnh của cột thủy ngân phải ở trong khoảng chiều dài tương ứng với bốn vạch chia của bề mặt môi trường được đo nhiệt độ.

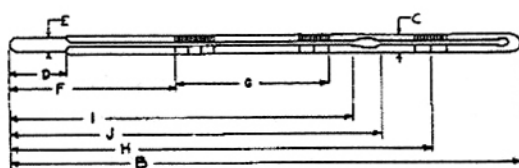
A.2.2.4.1 Nếu điều kiện này không thể đáp ứng, thì cần hiệu chỉnh thêm lần nữa.



(a)



(b)



(c)

Hình A.2.1 – Thiết kế của nhiệt kế

A.3 Độ chính xác của dụng cụ đo thời gian

A.3.1 Kiểm tra định kỳ độ chính xác của dụng cụ đo thời gian và duy trì các báo cáo kiểm tra.

A.3.1.1 Tín hiệu thời gian như phát thanh của Bộ Khoa học và Công nghệ là phù hợp và là chuẩn đầu để hiệu chuẩn các dụng cụ đo thời gian. Có thể sử dụng các thông tin sau với độ chính xác 0,1 s:

WWV	Fort collins, CO	2,5; 5; 10; 15; 20 MHz
WW VH	Kauai, HI	2,5; 5; 10; 15 MHz
CHU	Ottawa, Canada	3,33; 7,335; 14,67 MHz

A.3.1.2 Có thể sử dụng các thông tin báo giờ của Đài phát thanh và của Bộ Khoa học và Công nghệ.

A.4 Tính vùng (dải) dung sai cho phép để xác định sự phù hợp với chất chuẩn được chứng nhận

CHÚ THÍCH A.4.1: Các tính toán này được dựa theo ASTM D 6617.

A.4.1 Xác định độ lệch chuẩn đối với độ không đảm bảo miền, $\sigma_{\text{miền}}$, từ chương trình kiểm soát chất lượng phòng thí nghiệm (xem ASTM D 6299).

A.4.1.1 Nếu không biết độ lệch chuẩn của độ không đảm bảo miền ($\sigma_{\text{miền}}$) thì sử dụng giá trị 0,19 %.

A.4.2 Xác định độ không đảm bảo kết hợp mở rộng (CEU) của giá trị chuẩn được chấp nhận (ARV) từ chất chuẩn được chứng nhận (CRM) theo nhãn hàng của nhà cung cấp hoặc tài liệu đi kèm. Trong phương pháp này, CRM là chất chuẩn về độ nhớt được chứng nhận (CVRS) như qui định tại 9.2.

CHÚ THÍCH A.4.2: Độ không đảm bảo kết hợp mở rộng (CEU) là tương đương với độ không đảm bảo mở rộng (U). Xem Chú thích kỹ thuật NIST 1297.

A.4.3 Tính sai số chuẩn của giá trị chuẩn được chấp nhận (SE_{ARV}) bằng cách chia CEU cho hệ số phủ, k , in trên nhãn hàng của nhà cung cấp hoặc tài liệu đi kèm theo.

$$SE_{ARV} = \frac{CEU_{ARV}}{k} \quad (\text{A.4.1})$$

CHÚ THÍCH A.4.3: Sai số chuẩn SE_{ARV} là tương đương với độ không đảm bảo kết hợp chuẩn (U_c). Xem Chú thích kỹ thuật NIST 1297.

A.4.3.1 Nếu không biết hệ số phủ, k , thì lấy giá trị đó bằng 2.

A.4.4 Thiết lập dải dung sai chấp nhận được:

$$TZ = \pm 1,44 \sqrt{\sigma_{\text{miền}}^2 + SE_{ARV}^2} \quad (\text{A.4.2})$$

A.4.5 Khảo sát ví dụ đối với miền độ nhớt động học (dải):

$$\sigma_{\text{miền}} = 0,19 \% \text{ (số định sẵn từ A.4.1.1)} \quad (\text{A.4.3})$$

$$CEU_{ARV} = 0,22 \% \text{ (từ nhãn CVRS hoặc hệ thống tài liệu)} \quad (\text{A.4.3})$$

$$k = 2 \text{ (từ nhãn CVRS hoặc hệ thống tài liệu)} \quad (\text{A.4.3})$$

$$SE_{ARV} = \frac{0,22}{2} = 0,11 \quad (\text{A.4.3})$$

$$TZ = \pm 1,44\sqrt{0,19^2 + 0,11^2} = \pm 1,44\sqrt{0,0361 + 0,0121} = \pm 0,32\% \quad (\text{A.4.3})$$

A.4.5.1 Trong công thức này, miền dung sai sẽ là $\pm 0,32 \%$ của giá trị chất chuẩn về độ nhớt được chứng nhận trên báo cáo của phép thử hoặc trên nhãn chai. Nếu miền này sử dụng CVRS (ví dụ) với độ nhớt động học bằng $33,98 \text{ mm}^2/\text{s}$, thì TZ bằng từ $33,87 \text{ mm}^2/\text{s}$ đến $34,09 \text{ mm}^2/\text{s}$, với độ đảm bảo 95 %. Các số đo độ nhớt được tiến hành với CVRS tại miền này phải nằm trong phạm vi của miền dung sai (dải) 19 trong 20 lần.
