



## Стандартный метод испытания для определения предела текучести и кажущейся вязкости использованных моторных масел при низкой температуре<sup>1</sup>

Настоящий стандарт издается с неизменным обозначением D6896; число, следующее непосредственно за обозначением, указывает на год первого выпуска, или, в случае пересмотра стандарта - на год последнего пересмотра. Число в круглых скобках указывает на год последнего переутверждения стандарта. Надстрочный индекс эпсилон (<sup>ε</sup>) свидетельствует о редакционной правке, проведенной после последнего пересмотра или переутверждения стандарта.

### 1. Назначение

1.1 Настоящий метод испытания распространяется на измерение предела текучести и вязкости моторных масел после охлаждения с регулируемой скоростью в течение периода в 43 или 45 часов, до конечной температуры испытания, равной -20 или -25°C. Измерения вязкости выполняются при напряжении сдвига в 525 Па в диапазоне скорости сдвига от 0.4 до 15 сек<sup>-1</sup>. Настоящий метод испытания является подходящим для измерения вязкости в диапазоне от 4000 мПа\*сек до >400 000 мПа\*сек, и подходит для измерений предела текучести в диапазоне от 7 Па до >350 Па.

1.2 Настоящий метод испытания применим для использованных масел для дизельных двигателей. Применимость и точность настоящего метода испытания к прочим использованным и неиспользованным моторным маслам или к нефтепродуктам, отличным от моторных масел, не была определена.

1.3 Настоящий метод испытания использует миллипаскаль-секунды (мПа\*сек) как единицу измерения вязкости. Только для информации, данные в эквивалентной единице измерения, сантипуаз, представляются в скобках.

1.4. *В настоящем стандартном методе нет исчерпывающих указаний о всех проблемах обеспечения безопасности, если они имеются, связанных с его использованием. При использовании настоящего стандартного метода на его пользователе лежит ответственность за принятие соответствующих мер безопасности и мер сохранения здоровья персонала, а также за выяснение законодательных ограничений и установление их применимости перед использованием метода.*

### 2. Документация, на которую имеются ссылки:

2.1 *Стандарты ASTM:*<sup>2</sup>

D3829 Метод испытания для прогнозирования граничной температуры прокачиваемости моторного масла

D4684 Метод испытания для определения предела текучести и кажущейся вязкости моторных масел при низкой температуре

D5133 Метод испытания для определения зависимости вязкости от температуры для смазочных масел при низкой температуре и при низкой скорости сдвига с использованием техники сканирования по температуре

### 3. Терминология

3.1 *Определения:*

<sup>1</sup> Настоящий метод испытания находится под юрисдикцией Комитета D02 ASTM по нефтяным продуктам и смазочным материалам и в прямой компетенции Подкомитета D02.07 по характеристикам текучести.

Настоящая редакция утверждена 1 ноября 2007 г. Опубликована в январе 2008 г. Первоначальное издание было утверждено в 2003 г. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2003 г. как D6896-03<sup>1</sup>. DOI: 10.1520/D6896-03R07.

<sup>2</sup> Для знакомства со стандартами ASTM, на которые имеются ссылки, посетите сайт ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), или войдите в контакт со Службой Обслуживания Клиентов ASTM по адресу [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Для получения информации относительно тома *Ежегодной Книги Стандартов ASTM* обратитесь к странице standard's Document Summary (Резюме Документов о стандартах) на сайте ASTM.

3.1.1 *кажущаяся вязкость* --- вязкость, полученная с использованием настоящего метода испытания.

3.1.2 *Ньютоновские масло или жидкость* --- масло или жидкость, которые, при заданной температуре, демонстрируют постоянную вязкость при всех скоростях сдвига или напряжениях сдвига.

3.1.3 *не-Ньютоновские масло или жидкость* --- масло или жидкость, которые, при заданной температуре, демонстрируют вязкость, которая варьируется с изменением скорости сдвига или напряжения сдвига.

3.1.4 *скорость сдвига* --- градиент скорости в потоке жидкости. Для Ньютоновской жидкости в ротационном вискозиметре с концентрическими цилиндрами, в котором напряжение сдвига измеряется на поверхности внутреннего цилиндра (таком, как аппарат, описанный в п. 6.1) и при игнорировании любых концевых эффектов, скорость сдвига задается следующим образом:

$$G_r = \frac{2(\Omega)R_s^2}{R_s^2 - R_r^2} \quad (1)$$

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

где:

$G_r$  = скорость сдвига на поверхности ротора в обратных секундах, сек<sup>-1</sup>,

$\Omega$  = угловая скорость, радиан/сек,

$R_s$  = радиус статора, мм,

$R_r$  = радиус ротора, мм, и

$t$  = время, в секундах, для одного оборота ротора.

Для конкретного аппарата, описанного в п. 6.1.1,

$$G_r = 63/t \quad (3)$$

3.1.5 *напряжение сдвига* --- движущая сила на единицу площади для потока жидкости. Для ротационного вискозиметра, который описывается, площадь поверхности ротора есть площадь под сдвигом, или площадь сдвига.

$$T_r = 9.81 M (R_o + R_r) \times 10^{-6} \quad (4)$$

$$S_r = \frac{T_r}{2(\pi)R_r^2 h} \times 10^9 \quad (5)$$

где:

$T_r$  = вращающий момент на роторе, Н\*м,

$M$  = приложенная масса, г,

$R_o$  = радиус вала, мм,

$R_r$  = радиус нити, мм,

$S_r$  = напряжение сдвига на поверхности ротора, Па, и

$h$  = высота ротора, мм.

Для размеров, приведенных в п. 6.1.1,



$$T_r = 31.7 M \times 10^{-6} \quad (6)$$

$$S_r = 3.5 M \quad (7)$$

3.1.6 *вязкость* --- отношение между приложенным напряжением сдвига и скоростью сдвига, иногда называемое коэффициентом динамической вязкости. Таким образом, это значение является мерой сопротивления течению жидкости. В международной системе единиц (СИ) единицей измерения вязкости является Паскаль\*секунда [Па\*сек]. Сантипуаз (сПз) представляет собой один миллиПаскаль\*секунду [мПа\*сек].

3.2 *Определения терминов, специфических для настоящего стандарта:*

3.2.1 *калибровочные масла* --- это масла, которые устанавливаются для прибора справочные рамки зависимости кажущейся вязкости от скорости, в которых определяется кажущаяся вязкость испытуемых масел. Калибровочные масла, которые по существу являются Ньютоновскими жидкостями, имеются в продаже, и имеют приближительную вязкость в 30 Па\*сек (30 000 сПз) при -20°C

3.2.2 *испытуемое масло* --- любое масло, для которого кажущаяся вязкость и напряжение сдвига определяются с использованием настоящего метода испытания.

3.2.3 *использованное масло* --- масло, которое было использовано в работающем двигателе.

3.2.4 *предел текучести* --- напряжение сдвига, необходимое для инициирования потока.

3.2.4.1 *Обсуждение* --- Для всех Ньютоновских жидкостей и некоторых не Ньютоновских жидкостей предел текучести равен нулю. Масло может иметь предел текучести, который является функцией его скорости охлаждения при низкой температуре, времени выдержки, и температуры. Измерение предела текучести с помощью данного метода испытания определяет только то, что имеет ли испытуемое масло предел текучести не менее 35 Па; предел текучести менее 35 Па считается не имеющим значимости для моторных масел.

#### 4. Краткое описание метода испытания

4.1 Образец использованного моторного масла нагревается при 80°C, а затем тщательно перемешивается. Затем образец охлаждается при запрограммированной скорости охлаждения до конечной температуры испытания. Низкий вращающий момент прилагается к валу ротора для измерения предела текучести. Затем прилагается более высокий вращающий момент для определения кажущейся вязкости образца.

#### 5. Назначение и использование

5.1 Когда моторное масло охлаждается, скорость охлаждения и его продолжительность могут оказать влияние на предел текучести и вязкость. В этом лабораторном испытании использованное моторное масло медленно охлаждается в температурном диапазоне, в котором, как известно, имеет место кристаллизация парафинов, с последующим относительно быстрым охлаждением до конечной температуры испытания. Как и в других низкотемпературных реологических испытаниях, таких, как Методы испытания D3829, D4684, и D5133, стадия предварительного нагрева требуется для того, чтобы гарантировать то, что все остатки воска являются растворенными в масле перед его охлаждением (то есть, удалена тепловая память). Однако, известно также, что использованные масла для дизельных двигателей с высоким содержанием сажи могут демонстрировать явление агломерирования сажи при нагревании в условиях покоя. Текущий метод использует отдельный шаг предварительного нагрева и перемешивания, чтобы разрушить любые агломерации сажи, которые имели место перед охлаждением. Вязкость масел для дизельных двигателей с высоким содержанием сажи, измеренная в настоящем методе испытания, была сопоставлена с временами повышения давления в испытаниях двигателя (1).<sup>3</sup>

##### 5.2 Профили охлаждения:

<sup>3</sup> Номера, приведенные полужирным шрифтом в скобках, относятся к ссылкам, приведенным в конце настоящего стандарта.

5.2.1 Для масел, предназначенных для испытания при -20°C и -25°C, применяется Таблица X1.1. Профиль охлаждения, описанный в Таблице X1.1, базируется на вязкостных свойствах эталонных по прокачиваемости масел (PRO) ASTM. Эта серия масел включает в свой состав масла с нормальными свойствами течения при низких температурах, и масла, с которыми связаны проблемы с прокачиваемостью при низких температурах (2 - 7).

#### 6. Аппарат

6.1 *Мини-ротационный вискозиметр*<sup>4</sup>, Аппарат, который состоит из одной или более вискозиметрических ячеек, установленных в алюминиевом блоке с контролируемой температурой. В каждой ячейке имеется калиброванный комплект ротор-статор. Вращения ротора достигается за счет приложения силы, действующей через нить, навитую на вал ротора.

6.1.1 Ячейка мини-ротационного вискозиметра имеет следующие типичные габаритные размеры:

	миллиметры
Диаметр ротора	17.0
Длина ротора	20.0
Внутренний диаметр ячейки	19.0
Радиус вала	3.18
Радиус нити	0.10 мм

##### 6.2 Грузы:

6.2.1 *Измерение предела текучести*, набор из десяти грузов, каждый с массой в 10 г, с допуском в 1%.

6.2.2 *Измерение вязкости*, груз с массой в 150 г, с допуском в 1%.

6.3 *Система контроля температуры*, которая будет регулировать температуру блока мини-ротационного вискозиметра в соответствии с требованиями к температуре, описанными в Таблице X1.1.

6.3.1 *Контроллер температуры* есть наиболее критическая часть в процедуре испытания. Описание требований, которым должен соответствовать контроллер, включено в Приложение X2.

6.3.2 *Профиль температуры* --- Профиль температуры полностью описан в Таблице X1.1.

6.4 *Термометры*, для измерения температуры блока. Требуются два термометра, один, градуированный в интервале температур от не менее +70°C до +90°C, с ценой деления шкалы в 1°C, и другой термометр со шкалой по меньшей мере от -36°C до +5°C, или от -45°C до +5°C, с ценой деления шкалы в 0.2°C. Другие термоэлектрические измерительные устройства с такой же точностью и разрешающей способностью также могут быть использованы для калибровки датчика температуры.

6.5 *Устройство для охлаждения*, состоящее из средств для отвода тепла от прибора, такого, чтобы температура ячейки могла бы регулироваться в соответствии с программой, описанной в Таблице X1.1.

6.6 *Система циркуляции*, которая будет обеспечивать циркуляцию жидкого хладагента в приборе по мере необходимости. Метанол является подходящей охлаждающей жидкостью, если температура циркулирующего хладагента ниже -10°C. Необходимо соблюдать меры предосторожности в отношении токсичности и воспламеняемости в случае использования метанола. Система циркуляции должна быть способна обеспечивать поддержание температуры испытания в ходе выполнения испытания. Если имеется утечка из метанола из системы, то прекратите испытание и устраните утечку. (**Предупреждение** --- Метанол является огнеопасной жидкостью).

6.7 *Ленточный самописец*, для того, чтобы проверить, правильно ли обрабатывается системой кривая охлаждения, рекомендуется, чтобы ленточный самописец был бы использован для отслеживания температуры блока.

<sup>4</sup> Единственным источником поставки аппарата, известным комитету к настоящему времени, является компания Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, PA 16804. Если Вам известны альтернативные поставщики, то, пожалуйста, предоставьте эту информацию Штаб-квартире ASTM International (ASTM International Headquarters). Ваши комментарии будут приняты и внимательно рассмотрены на заседании ответственного технического комитета<sup>1</sup>, в котором Вы можете принять участие.



6.8 Термостат для предварительной обработки образца, термостат, способный поддерживать температуру в  $80 \pm 1^\circ\text{C}$  в течение минимум 2 часов.

## 7. Реактивы и материалы

7.1 *Ньютоновское масло*, масло с низкой точкой помутнения, с вязкостью, составляющей приблизительно 30 Па\*сек (30 000 сПз) при  $-20^\circ\text{C}$  для калибровки вискозиметрических ячеек.

7.2 *Метанол* --- Коммерческий или технический сухой (безводный) метанол является подходящим для использования в ванне для охлаждения

7.3 *Растворитель для масел*, подходящими являются коммерческие гептаны или подобные растворители, которые испаряются, не оставления остатка. (**Предупреждение** --- Огнеопасен).

7.4 *Ацетон* --- Пригоден технический ацетон при условии, что при испарении он не оставляет осадка. (**Предупреждение** --- Огнеопасен).

## 8. Отбор образцов

8.1 Чтобы получить надежные результаты измерений вязкости, необходимо иметь представительный образец испытуемого масла, не содержащий взвешенного гранулированного материала и воды. Если образец получен в контейнере, температура которого ниже температуры точки росы в помещении, то позвольте образцу прогреться до комнатной температуры перед вскрытием контейнера.

## 9. Калибровка и стандартизация

9.1 Калибруйте датчик температуры на его месте в то время, когда датчик температуры подсоединен к контроллеру температуры. Воспринимаемая датчиком температура должна быть проверена с использованием эталонного термометра, упомянутого в п. 6.4, при, как минимум, трех температурах. Выполните эти измерения температуры, отличающиеся друг от друга по крайней мере на  $5^\circ\text{C}$ , для установления калибровочной кривой для этого сочетания датчика температуры и контроллера. Для приборов с использованием независимого контроллера температуры смотрите п. X2.1 для получения инструкций по калибровке.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 --- Все температуры в настоящем методе испытания относятся к действительной температуре, измеренной в левом гнезде для датчика температуры, и не обязательно к индицируемой температуре.

9.2 Калибровка каждой вискозиметрической ячейки (константа вискозиметра) может быть определена с использованием стандарта вязкости и следующей процедуры при  $-20^\circ\text{C}$ .

9.2.1 Используйте шаги, изложенные в п. 10.2.3 - 10.6.

9.2.2 Запрограммируйте контроллер температуры для охлаждения блока мини-ротационного вискозиметра до  $-20^\circ\text{C}$  в течение 1 часа или менее, и затем запустите программу.

9.2.3 Позвольте маслу в ячейках выдержаться при  $-20 \pm 0.2^\circ\text{C}$  в течение 1 часа, выполняя небольшие настройки в случае необходимости, чтобы поддерживать температуру испытания.

9.2.4 В конце периода выдержки запишите отсчет температуры от измерительного прибора, находящегося в левом гнезде для термометра (температура испытания) и удалите крышку ячеек вискозиметра.

9.2.5 Выполните шаг согласно п. 10.4.1.

9.2.6 Повторите шаг согласно п. 9.2.5 для каждой из оставшихся ячеек, работая с ячейками в порядке слева направо.

9.2.7 Вычислите константу вискозиметра для каждой ячейки (комбинация ротор/статор) с использованием следующего уравнения:

$$C = \eta_o / T \quad (8)$$

где:

$\eta_o$  = Вязкость стандартного масла, сПз (мПа\*сек) при  $-20^\circ\text{C}$ ,

$C$  = константа ячейки с грузом (массой) 150 г, Па, и  
 $T$  = время, в секундах, для совершения трех полных оборотов.

9.2.8 Если любая из ячеек имеет калибровочную константу, которая более чем на 10% выше или ниже среднего значения для остальных ячеек, то причиной такого сбоя может быть проблема с работой ротора. Проверьте ротор на наличие повреждений и перекалибруйте прибор.

9.3 Если скорректированные значения для температуры контроллера и термометра различаются более чем на величину допуска, то используйте п. X2.2 для получения помощи в определении причины этого.

9.4 *Термостат* --- Проверьте калибровку датчика температуры согласно соответствующим методам. Температура должна быть постоянной в пределах  $80 \pm 1^\circ\text{C}$ .

## 10. Процедура

10.2 Выберите профиль охлаждения для требуемой температуры испытания. Таблица X1.2 перечисляет номинальные времена для достижения определенной температуры испытания.

10.1.1 Выберите предварительно запрограммированный профиль температуры. Если профиль недоступен, то введите его, используя часть разработки профиля от пользователя в программном обеспечении. Инструкция по эксплуатации прибора обеспечивает инструкции по добавлению профилей от пользователя. Вводы для программы от пользователя можно найти в Таблице X1.3.

10.1.2 Если температура прибора управляется внешним контроллером, то будет необходимо запрограммировать его на выполнение программы охлаждения в соответствии с Таблицей X1.1 с коррекцией на разность температуры, найденной в п. 9.1, если она имеется.

10.2 Подготовка испытуемого образца и вискозиметрической ячейки:

10.2.1 Используя подходящий закрытый контейнер, предварительно нагрейте образцы в термостате до  $80 \pm 1^\circ\text{C}$  в течение 2.25 часа. В конце этого времени удалите образцы из термостата и позвольте ему остывать в течение 15 минут до комнатной температуры.

10.2.2 Перемешивайте каждый образец с использованием интенсивного механического или ручного встряхивания в течение 60 секунд. Позвольте образцам постоять в течение минимум 10 минут для осаждения взвеси.

10.2.3 Удалите девять роторов из вискозиметрических ячеек и удостоверьтесь в том, что как ячейки, так и роторы, чисты. Смотрите п. 10.6 для знакомства с описанием процедуры очистки.

10.2.4 Поместите  $10 \pm 1.0$  мл образца масла в каждую ячейку.

10.2.5 Установите роторы в соответствующие статоры, и установите верхние точки опоры.

10.2.6 Поместите петлю нити с номинальной длиной 700 мм на перекладину в верхней части вала ротора и намотайте всю длину нити, кроме 200 мм, на вал. Не допускайте перехлеста нитей. Намотайте оставшийся конец нити над крышкой верхней опоры. Ориентируйте ротор таким образом, чтобы конец перекладки в верхней части вала ротора был бы обращен прямо вперед. Если это доступно, то зафиксируйте перекладину стопорным штифтом. Если время оборотов отсчитываются вручную, то полезно окрасить один конец перекладки.

10.2.6.1 Нить может быть предварительно намотана на вал ротора перед установкой ротора в п. 10.2.5.

10.2.7 Поместите крышку кожуха над вискозиметрическими ячейками для того, чтобы минимизировать образование изморози на холодных металлических частях, подверженных воздействию воздуха. В некоторых климатических зонах может быть необходимым продувать крышку сухим газом (например, сухим воздухом или азотом) для минимизации образования изморози.

10.2.8 Запустите запрограммированный профиль температуры.