

透明和不透明液体运动黏度测定法

自动折管式黏度计法

ASTM D7279-14a 译文

中国石油大连润滑油研究开发中心

二〇一五年九月

ASTM D7279-14a

透明和不透明液体运动黏度测定法 自动黏度计法

本标准以制定的标准号 D7279 发行：标准号后的数字表明最初发布的年份，或在修订的情况下，表明上一版本修订的年份。括号内的数字为最后的确认年份。上标（ε）表示上次修订或确认后的版本变化。

1.范围

1.1 本标准包含了采用折管式黏度计应用自动模式测定透明和不透明液体（包括基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料和在用润滑油）运动黏度的方法。

1.2 本标准规定的运动黏度测试范围为（2-1500）mm²/s(见表 1)。该范围取决于实际使用的黏度计常数。设备能控达到的温度范围为（20-150）℃。然而，本标准的精密度仅考察了 40℃黏度在（2-478）mm²/s 的基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料；100℃黏度在（3-106）mm²/s 的基础油和成品油；对于在用润滑油，40℃黏度为（25-150）mm²/s 和 100℃黏度为（5-16）mm²/s。见精密度章节。

1.3 本标准均采用国际单位制【SI】单位，不包含其他的测试单位。

1.4 本标准涉及到某些有危险性的材料、操作和设备，但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施，并制定相应管理制度。对于特殊警告部分，见第 6 章。

2.参考文献

2.1 ASTM 标准：

D445 透明和不透明液体运动黏度测定法及动力黏度计算法

D2162 标准黏度计和黏度标准油基本校准规程

D4057 石油和石油产品手动取样规程

D4177 石油和石油产品自动取样规程

D6299 应用统计质量保证和控制图表技术评估分析测量系统性能的惯例

D6708 测量物质相同属性的两种测试方法间预期协定的统计评定与改进实施规程

D6792 石油产品和润滑油检测实验室质量体系规程

E1137 工业铂电阻温度计的标准

ISO 标准：

ISO 5725 测试方法与结果的准确度（正确度与精密度）

ISO/EC 17025 检测和校准实验室能力认可准则

2.2 其他文献

NIST 技术注解 1297 评估和表示 NIST 测量结果不确定度准则

3.方法概要

3.1 运动黏度的测定是通过测试样品在一定温度下流经一标定体积的黏度计的时间。样品引入仪器后流经带有两个检测球泡的黏度计。样品达到黏温浴的测试温度，且当样品前缘流过第一个检测球泡前时，自动仪器启动计时程序。当样品前缘流过第二个检测球泡前时，仪器停止计时。运动黏度即通过测定的时间间隔和之前用有证黏度参考标准油校正得到的黏度计常数计算得到。

3.2 运动黏度按式（1）计算：

式中:

C — 黏度计系数, 单位为二次方毫米每二次方秒 (mm^2/s^2);

t — 流动时间, 单位为秒 (s)。

4.意义和应用

4.1 石油产品和一些非石油基材料用于设备润滑剂时,设备的正常运转有赖于使用的适当黏度的液体润滑剂。此外,黏度对许多石油燃料的最佳存储、处理和操作条件的确定非常重要。因此,精确地测定黏度对产品规格的制定必不可少。

4.2 在用油的黏度是石油工业中的一个常用测量参数,可以评价发动机磨损对在用润滑油的影响以及发动机运行中部件的工况。

4.3 折管式黏度计方法可自动测定样品的运动黏度。测试所需的典型样品量小于 1mL。

5. 仪器

5.1 自动黏度计—系统包括以下组成部分:

5.1.1 黏度计浴:

5.1.1.1 确保系统达到最佳的热平衡，可使用矿物油或硅油作为介质，并配有搅拌装置。

5.1.2 温度控制系统，浴温控制在 $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 之内。

5.1.3 折管式玻璃黏度计，根据黏度计尺寸对应不同的校准体积（见图2）。因此测试范围覆盖较宽的黏度范围（见图1）。

[illegible]

■最常用的黏度范围

注：满足上述折管式黏度计的黏度范围的常用流动时间是（30-200）s。

图 1 折管式黏度计系数对应的典型黏度范围

5.1.4 清洗/真空系统, 包含一个或多个贮液器, 清洗时溶剂被注入到黏度管中, 清洗完成后干燥黏度管, 取出样品, 排出废液。

5.1.5 自动黏度计控制系统包括控制仪器的电子处理器，计时装置，浴温调节系统，清洗系统，记录和报告系统。

5.1.6 PC—兼容的电脑系统，按照仪器厂商的建议提取数据。

5.1.7 温度测量装置—可使用校准的液体玻璃温度计，修正精度在 $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 内或更好，或者使用其他同等或更高精度的测温装置，如 5.1.7.1 提及的数字接触式温度计。

5.1.7.1 当使用数字接触式温度计(DCT)应满足: (1) 仅使用电阻传感器(RTD), 如热敏电阻

(PRT)或电阻。(2) 最小分辨率为 0.01℃。(3) 结合（显示和探头）的最低精度为±0.02℃。
(4) 响应时间不超过 6s，见 E1137 规范标准。(5) 漂移不超过 10mK (0.01℃) /年。(6) 超过预计使用范围的线性是 10mK。(7) DCT 的温度校验报告应溯源至国家标准，或有资质的计量标准化组织出具的温度校准证明。(8) 校准报告应包含一系列覆盖实际应用的典型测试点数据。

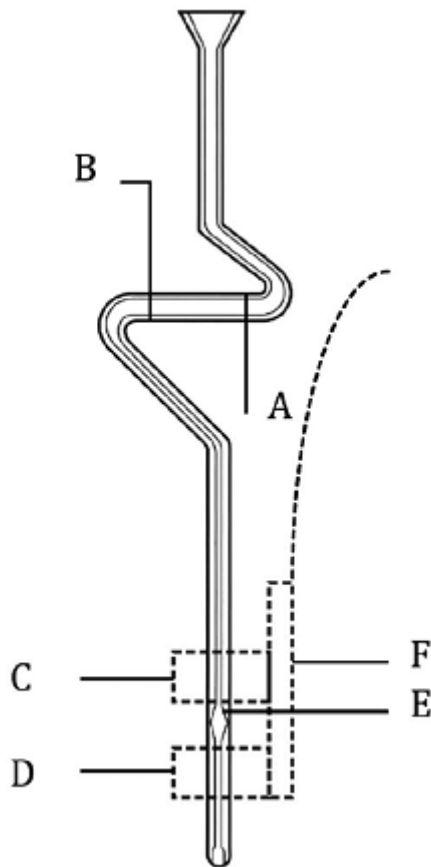
(1) 对于手动黏度测试用的恒温浴，温度探头至少进入介质液面以下 100mm，但不得超过传感器原件长度的三倍，且探头末端不应超过黏度计低端。

(2) 建议感应元件的中心部位应满足最低浸没深度的情况下，保持与工作毛细管的下半部分在同一位置。

(3) 对于自动黏度测试仪器的恒温浴，使用者应遵循仪器厂商对 DCT 位置的建议。

5.1.8 计时装置—使用任何的计时装置，可精确至 0.01s 或更高，或流动时间在最小和最大的范围内读取的精度在±0.07%之内。

5.1.9 取样装置，可用移液管，将足够量的样品转移至所用的折管式黏度计中（大约样品量见图 1）。



A、B = 样品池
C、D = 校准的体积 — 测试区
E = 球泡
F = 检测单元

测试时黏度计的填充样品量

在如下情形时填充的样品量满足要求：

测试开始时：

样品的下弯月面在 C 位置（开始计时）
样品的上弯月面在 A 下方
测试结束时：
样品的下弯月面在 D 位置（停止计时）
样品的上弯月面在 B 上方

图 2 折管式黏度计示意图

6. 试剂和材料

6.1 有证黏度参考标准物质应获得满足 ISO/EC17025 要求的实验室评价认证。有证黏度标准参考物质可溯源至 ASTM D2162 规定的标准黏度计程序。

6.1.1 有证黏度参考标准物质的标准值均应提供相应的不确定度（ $k=2$ ；95%置信水平）。见 ISO5725 或 NIST1297。

6.2 不含铬的强氧化性酸清洗液。（警告—不含铬的强氧化性酸清洗液具有强腐蚀性，并且对有机组织具有潜在的危害，但是也有特殊的处理问题。）

6.3 清洗和干燥溶剂，分析纯。参见仪器厂商的建议。必要时使用前过滤。典型的溶剂包括：

6.3.1 甲苯。（警告—易燃。蒸气吸入有害。）

6.3.2 溶剂油或石脑油。（警告—易燃。有害身体健康。）

6.3.3 丙酮。（警告—高度易燃。有害身体健康。）

6.3.4 庚烷。（警告—易燃。有害身体健康。）

6.4 工业级硅油或白油，黏度适宜以保持测试温度，如 25℃时的运动黏度为 100mm²/s 或相当的。

7. 取样

7.1 按照 D4057 或 D4177 的规范要求获取有代表性的试样。

8. 仪器准备

8.1 将自动黏度计置于稳定的水平面上。连接好管路、排液和真空系统。可参考仪器厂商的建议。

8.2 必要时，安装检测单元。

8.3 将黏度计安装并固定在浴中后，用适量的浴介质填充恒温浴（见 6.4）。

8.4 将适量的清洗和干燥溶剂加入溶剂贮存器中。

8.5 遵循仪器厂商的建议操作仪器。

8.6 如果待测试样的预估运动黏度已知，选择一个清洁、干燥且校准合格的黏度计，覆盖试样的预估运动黏度范围。黏度计的选择是否合适取决于待测样品的预估黏度是否正确。可通过计算确定合适的黏度计（见 8.6.1）。

8.6.1 依据式（1），选定的黏度计应保证其常数（ C ）落在 $v/200 < C < v/30$ 之间，流动时间（ T ）在（30-200）s 之间。

注 1—在对本测试方法发展实施的实验室研究中，流动时间在（30-200）s 之间。

8.6.2 如试样的预估黏度未知，应在第一次测试后选取另外一支不同的黏度计重新测试。

9. 校准

9.1 校准参照仪器厂商的建议。购买校准合格的黏度计并按照 9.4 要求进行确认。

9.2 使用有证黏度参考标准物质（见 6.1）。

9.3 自动黏度计的操作参见第 10 章和仪器厂商的建议。

9.4 有证黏度参考标准物质运动黏度的测定结果应在标准值的 $\pm 0.5\%$ 之内。超差时重新测试有证黏度参考标准物质。如果仍超出范围,检查黏度计的所有控制系统设置,重新检查试验的每一步,包括温度测量装置和黏度计是否校准,找出误差的来源。

注 2—通常大部分的误差都是由于黏度计的毛细管中有污染(尤其是在用油)和温度测量误差导致的。需要修改清洗参数增加清洗循环数,并在溶剂通过前后延长抽吸时间(见 11 章)。

10. 运动黏度测定的一般步骤

10.1 设定并维持黏度计恒温浴至要求的测试温度。

10.1.1 如使用温度计,应将其垂直悬挂在浴中且置于与校准时相同的浸没深度。

10.2 用取样装置(见 5.1.9)如移液管将足够量的样品加入折管式黏度计中。样品用量与黏度计常数有关(见图 1)。测试过程中样品正确的水平高度刻线见图 2。

注 3—使用的体积输送装置应在一次操作中将全部样品引入。

10.3 试样加入黏度计中,启动测试程序。

10.4 自动黏度计处理系统测定流动时间,根据式(1)计算黏度并记录结果。

10.5 启动清洗程序(见 11 章)。

10.6 在进行下一个测试前,黏度计达到浴温大约需要 5 分钟。

注 4—在一些装置中,要求的平衡时间可能远小于 5 分钟。

11. 清洗黏度计

11.1 清洗黏度计时将黏度计中的残留样品抽真空排出,然后用溶剂清洗黏度计内壁,去除样品痕迹。再抽真空排出溶剂。某些仪器采用另外一种溶剂干燥黏度计。重复上述操作直至黏度计彻底清洗干净。应定期检查黏度计的校准常数。

11.2 选择合适沸点的溶剂以满足浴温。

11.2.1 应使用足量的溶剂流清洗整个黏度计的內部。可通过调整溶剂流和合理控制流速来实现。

11.3 当浴中有其他黏度计进行样品测试时,不应同时清洗黏度计。

注 5—对于一些包含多支黏度计的系统,虽然未涵盖在为获得本方法精密度和偏差执行的实验室研究工作中,但在其他黏度计进行黏度测试的同时允许进行清洗黏度计的操作。因此,清洗过程不影响仪器正在进行的黏度测试的有效性。

11.4 定期检查黏度计是否损坏和清洁程度,以确保其使用状态良好。黏度计是否清洁可通过测定合适的参比油来确认。将这些查看油样作为普通样品测试。当测定结果超出标准值的范围时,有必要对存在问题的黏度计进行进一步的清洗程序。可使用不含铬的清洗溶剂(见 6.2)。

11.5 使用参比油检查黏度计的频率取决于黏度计使用的测试频次。

12. 质量控制/质量保证(QC/QA)

12.1 通过测定质量控制样品确认仪器的性能和测试程序。

12.2 如果无法获取合适的质量控制油样,可对准备的一批油样反复测定若干次后通过统计分析测试数据确定平均值和不确定度限值。

12.3 测试仪器建立的质量控制/质量保证规程可用于确定测试结果的可靠性。

12.4 若测试仪器未建立质量控制/质量保证规程,附录 X1 可以作为质量控制/质量保证程序。更多的信息可参见 D6792。

13. 报告

13.1 报告运动黏度的测试结果，取四位有效数字，同时报告测试温度和引用方法。

14. 精密度和偏差

14.1 精密度—如下精密度是基于 2004 年 15 家实验室对 10 个在用油和 5 个新油样品（温度为 40℃时，黏度范围为 25mm²/s-150 mm²/s；温度为 100℃时，黏度范围为 5mm²/s-16 mm²/s）进行的实验室间研究确定的。

14.1.1 重复性—同一操作者使用同一仪器，在相同的操作条件下，对同一试样连续测定得到的两个测定结果之差，在正常和正确的操作过程中，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

14.1.2 再现性—不同操作者在不同实验室，对同一试样进行测试，得到的两个单一、独立测定结果之差，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

温度	重复性	再现性	黏度范围
40℃	0.68%	3.0%	25mm ² /s-150 mm ² /s
100℃	1.6%	5.6%	5mm ² /s-16 mm ² /s

在此表述的精密度是相对两个结果的平均值（单位为：mm²/s）而言的。

14.2 基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料 40℃黏度的精密度—基于 2008 年 7 家实验室对包括基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料的 26 个样品进行实验室间的研究确定的，40℃黏度范围为 2mm²/s-480 mm²/s。

14.2.1 重复性—同一操作者使用同一仪器，在相同的操作条件下，对同一试样连续测定得到的两个测定结果之差，在正常和正确的操作过程中，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

14.2.2 再现性—不同操作者在不同实验室，对同一试样进行测试，得到的两个单一、独立测定结果之差，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

温度	重复性	再现性	黏度范围
40℃	1.07%	1.51%	2mm ² /s-480 mm ² /s

14.3 在基础油和成品油 100℃黏度的精密度—基于 2008 年 6 家实验室对包括基础油和成品油的 23 个样品进行实验室间研究确定的，100℃黏度范围为 3mm²/s-106 mm²/s。

14.3.1 重复性—同一操作者使用同一仪器，在相同的操作条件下，对同一试样连续测定得到的两个测定结果之差，在正常和正确的操作过程中，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

14.3.2 再现性—不同操作者在不同实验室，对同一试样进行测试，得到的两个单一、独立测定结果之差，20 次仅允许有 1 次超出以下数值。

温度	重复性	再现性	黏度范围
100℃	0.59%	2.01%	3mm ² /s-106 mm ² /s

在此表述的精密度是相对两个结果的平均值（单位为：mm²/s）而言的。

14.4 因没有合适的参考物质用于确定本方法测试程序的偏差，故本方法没有确定偏差。

14.5 在用油相对偏差：

14.5.1 基于 2004 年 15 家实验室采用本方法、10 家实验室采用 D445 方法对 10 个在用油和 5 个新油样品（温度为 40℃时，黏度范围为 25mm²/s-150 mm²/s；温度为 100℃时，黏度范围为 5mm²/s-16 mm²/s）进行的实验室间研究，确定了以下相对偏差。

14.5.1.1 本方法和 D445 方法对样品的实验室间研究得到的黏度测定结果的一致性程度依据 D6708 方法进行评估，得到如下方程：

At 40℃ $D445_{\text{predicted}} = (\text{Houillon Viscosity Result}) - 0.290$ (2)

At 100℃ $D445_{\text{predicted}} = (\text{Houillon Viscosity Result}) - 0.133$ (3)

注 6—根据 D6708 方法，使用上述方程显著提高这两种方法的一致性。

14.6 基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料 40℃黏度的相对偏差：

14.6.1 基于 2008 年 7 家实验室采用本方法、6 家实验室采用 D445 方法对 26 个样品在 40℃ 的基础油、成品油、柴油、生物柴油、生物柴油混合燃料（温度为 40℃ 时，黏度范围为 2mm²/s-480 mm²/s）进行的实验室间研究，得到的黏度测定结果依据 D6708 方法进行评估。

14.6.2 依据 D6708 对测试方法 D7279 与测试方法 D445 的测试结果一致性进行评估，无显著偏差。

14.6.3 依据 D6708 对测试方法 D7279 与测试方法 D445 的测试结果一致性进行评估，测试结果差值不应超出方法间再现性（R_{xy}）的数值（95%置信水平）

$$\text{方法之间的再现性 (R}_{xy}) = (0.5R_x^2 + 0.5R_y^2)^{0.5}$$

而：

R_{D7279} 的黏度范围是 2mm²/s-480 mm²/s

R_{D445} 的黏度范围是 2mm²/s-480 mm²/s

14.7 基础油和成品油 100℃ 黏度的相对偏差

14.7.1 基于 2008 年 6 家实验室采用本方法、8 家实验室采用 D445 方法对 23 个样品在 40℃ 的基础油和成品油（温度为 100℃ 时，黏度范围为 3mm²/s-106 mm²/s）进行的实验室间研究，得到的黏度测定结果依据 D6708 方法进行评估。

14.7.2 依据 D6708 对测试方法 D7279 与测试方法 D445 的测试结果一致性进行评估，经过修正两种方法数据的一致性显著改善。

$$(D445)_{\text{预估}} = (D7279) \times 0.9951$$

14.7.3 依据 D6708 对测试方法 D7279 与测试方法 D445 的测试结果一致性进行评估，测试结果差值不应超出方法间再现性（R_{xy}）的数值（95%置信水平）

$$\text{方法之间的再现性 (R}_{xy}) = (4.92R_x^2 + 4.968R_y^2)^{0.5}$$

而：

R_{D7279} 的黏度范围是 3mm²/s-106 mm²/s

R_{D445} 的黏度范围是 3mm²/s-106 mm²/s

15. 关键词

15.1 折管式黏度计；运动黏度；斯塔宾格黏度计；在用油

附录

（非强制性信息）

X1.质量控制（QC）

X1.1 通过测定质量控制样品确认仪器的性能和测试程序。

X1.2 在监控测试过程前，本方法的用户需要确定 QC 样品的平均值和控制限。参见方法 D6299，D6792，和 MNL7。

X1.3 记录 QC 结果，通过控制图表或其它统计方法确定测试过程的统计控制状态。参见方法 D6299，D6792，和 MNL7。探究超出控制的数据的根源。这个结果可能要求对仪器重新校准。

X1.4 在测试方法没有明确要求时，QC 测试的频率取决于分析质量的控制临界点，测试过程的稳定性和客户的要求。通常，QC 样品应同常规样品一样进行日常测试。当日常分析大量样品时，应增加 QC 测试的频次。当数据表明测试处在统计控制之内，可减少 QC 测试的频次。应参照 ASTM 测试方法的精密度检查 QC 样品测试的精密度，保证数据质量。

X1.5 如果可能，建议采用的定期测试的 QC 样品类型是日常分析中有代表性的样品。应能够获得充足的 QC 样品，以满足一段时间的使用。QC 样品在当前的储存条件下应均匀和稳定。关于 QC 和控制图表技术的进一步指导参见方法 D6299，D6792 和 MNL7。

修订摘要

因上一版本（D7279-06）可能会影响本标准的使用，小组委员会 D02.07 已明确注明对本标准修订的位置。

- （1） 更新 1.2，3.1，5.1.9，10.2，10.3，14.1，14.1.2 中的表格和 14.3.1.2。
- （2） 用更新的表替换表 2。

ASTM 国际对于在该标准中所涉及的任何专利权合法性不承担任何责任。我们强烈劝告使用该标准的用户有责任使用具有合法专利权的测量方法，同时也要承担侵犯版权的风险。

该标准随时都会有专责技术委员会更新修改，如无修改或重新审批或撤销，每五年将会检查一次。我们非常欢迎您对该标准和其他标准的修正提出宝贵意见。希望您能直接发送给 ASTM 国际总部。您的建议由专责技术委员会组织会议讨论，您也有机会参与其中。如果您认为您的建议没有受到公平的听证，您可将您的意见看法邮寄至 ASTM 标准委员会，地址如下：

该标准的版权归 ASTM 国际所有，ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States。该标准的个别再版（单一或多份复印件）可通过联系 ASTM 的上述地址或 610-823-9585（电话），610-823-9595（传真），或 service@astm.org (E-mail)，或 ASTM 网站（www.astm.org）。ASTM 网页同时保护本标准的复印权（www.astm.org/COPYRIGHT）。