

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 3171 : 2007

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)

Transparent and opaque petroleum liquids - Method for determination of kinematic viscosity (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 mỏ 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, nếu độ nhớt khác đáng kể với tốc độ trượt thì có thể thu được các 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 chất, các dải đo độ nhớt động học và nhiệt độ nêu ở chú thích cuối trang của điều qui định độ chụm.

1.4. Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc dùng để tham khảo.

1.5. 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 ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

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 Specification and operating instructions for glass capillary kinematic viscometers (Yêu cầu kỹ thuật và hướng dẫn sử dụng các nhớt kế động học mao quản thủy tinh).

ASTM D 1193 Specification for reagent water (Yêu cầu kỹ thuật đối với nước dùng trong phòng thử nghiệm).

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 tiêu chuẩn dầu nhớt).

ASTM D 2171 Test method for viscosity of 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 bôi trơn gốc hydrocacbon).

ASTM D 6617 Practice for laboratory bias detection using single test result from standard material (Phương pháp xác định độ sai lệch 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.

NIST Special publication 819 (Ấn phẩm đặc biệt 819).

3. Thuật ngữ

3.1. Định nghĩa các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này:

3.1.1. Nhớt kế tự động (automated viscometer) - Thiết bị (một phần hay toàn bộ) được cơ khí hóa 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 đặc tính vận hành giống như thiết bị thủ công.

3.1.1.1. Giải thích - Nhớt kế tự động có khả năng thực hiện giống một số thao tác trong phương pháp thử trong 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, khác với kỹ thuật dùng trong phép thử này, không được coi là nhớt kế tự động.

3.1.2. Khối lượng riêng (density) - Khối lượng đơn vị thể tích của một chất ở nhiệt độ xác định.

3.1.3. Độ nhớt động lực (Dynamic viscosity) - Tỷ số giữa ứng suất trượt ứng dụng và tốc độ trượt của chất lỏng.

3.1.3.1. Giải thích - Độ nhớt động lực đôi khi còn gọi là hệ số độ nhớt động lực hoặc đơn giản là độ nhớt. Vì vậy, độ nhớt động lực là số đo lực cản chảy hoặc sự biến dạng của một chất lỏng.

3.1.3.2. Giải thích - Thuật ngữ độ nhớt động lực có thể sử dụng trong trường hợp khác để chỉ đại lượng trong đó ứng suất trượt và tốc độ trượt có mối liên hệ với thời gian theo hàm sin.

3.1.4. Độ nhớt động học (Kinematic viscosity) - Lực cản chảy của chất lỏng dưới tác động của trọng lực.

3.1.4.1. 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). Đối với các nhớt kể cụ thể, thời gian chảy của một thể tích chất lỏng không đổi tỷ lệ thuận với độ nhớt động học của chất lỏng đó (ν), trong đó $\nu = \eta/\rho$, và η là hệ số nhớt động lực.

4. Tóm tắt phương pháp

4.1. Thời gian chảy đo được của một thể tích chất lỏng không đổi dưới tác dụng của trọng lực chảy qua mao quản của nhớt kể đã hiệu chuẩn và ở nhiệt độ cho trước được kiểm soát chặt chẽ. Độ nhớt động học (giá trị xác định được) là tích của thời gian chảy đo được và hằng số hiệu chuẩn nhớt kể. 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 chấp nhận được.

5. Ý nghĩa và sử dụng

5.1. 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 của chất bôi trơn đang sử dụng. Ngoài ra, độ nhớt của nhiều nhiên liệu dầu mỏ 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 kể - Chỉ sử dụng các nhớt kể mao quản thủy tinh đã hiệu chuẩn để đo độ nhớt động học trong giới hạn độ chùm đã nêu ở điều qui định về độ chùm.

6.1.1. Các nhớt 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 nhớt kể nêu trong Bảng A.1.1. Phụ lục A.1 sẽ nêu hướng dẫn thêm.

6.1.2. Nhớt 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 phương pháp của thiết bị thủ công. Nhớt kể, dụng cụ đo nhiệt độ, điều khiển 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. Giới hạn thời gian chảy ít hơn 200 giây cũng chấp nhận được, tuy nhiên áp dụng hiệu chỉnh động năng theo điều 7 về tính toán độ nhớt động 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 nhớt kể được chứng nhận trong khoảng giới hạn quy định ở 9.2.1 và điều 17. Độ chùm 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 chùm và độ lệch của phép đo độ nhớt động học có thời gian chảy ít hơn 200 giây chưa xác định được. Độ chùm đã nêu trong điều 17 không có hiệu lực đối với phép đo độ nhớt động học có thời gian chảy ít hơn 200 giây.

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

6.2.1. Các nhớt kể được treo trong các bể ổn nhiệt theo cùng phương thức như khi hiệu chuẩn và được nêu trên chứng chỉ hiệu chuẩn. Xem ASTM D 446 về hướng dẫn thao tác trong Phụ lục A.1, A.2 và A.3. Đối với những nhớt kể có ống 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 lấp khí 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 nhớt 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, khống chế nhiệt độ chất lỏng trong bể trong phạm vi từ 15°C đến 100°C , và không chênh quá $\pm 0,02^\circ\text{C}$ so với nhiệt độ đã chọn theo toàn bộ chiều dài của nhớt kể, hoặc ở giữa vị trí của mỗi nhớt kể, hoặc ở vị trí đặt 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 $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$.

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 $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$ 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 $0,04^{\circ}\text{C}$.

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 $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$ 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 hai dụng cụ đo nhiệt độ trong cùng một bể thì kết quả đo không được chênh nhau quá $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

6.4.3. Khi sử dụng các nhiệt kế thủy tinh có chất lỏng như đã nêu ở Bảng A.2.2, dùng kính lúp để đọc kết quả chính xác đến 1/5 vạch (ví dụ $0,01^{\circ}\text{C}$ hoặc $0,02^{\circ}\text{F}$) để duy trì nhiệt độ theo yêu cầu của phép thử và đủ khả năng kiểm soát nhiệt độ (xem 9.1). 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 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 axit cromic làm sạch, hoặc dung dịch axit làm sạch có tính oxy hóa 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 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 mẫu, hoàn toàn hòa tan với mẫu. Lọc trước khi sử dụng.

7.2.1. Hầu hết các dung môi dầu mỏ 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, dung môi dễ bay hơi, hòa tan với dung môi mẫu (xem 7.2) và nước (xem 7.4). Lọc trước khi sử dụng.

7.3.1. Aceton là phù hợp. (**Cảnh báo** - Đặc biệt dễ cháy).

7.4. Nước, được khử hết ion hoặc nước cất phù hợp ASTM D 1193, hoặc loại 3 của 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 TCVN ISO 17025 (ISO 17025) theo phương pháp đánh giá độc lập. Chất chuẩn độ nhớt phải tuân theo các quy trình xác định trong nhớt kế mẫu 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 chuẩn độ nhót đối chứng được chứng nhận (Bảng A.1.2) - Sử dụng để kiểm tra khả năng định qui trình thử của phòng thí nghiệm.

9.2.1. Nếu độ nhót 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 nhót kế và nhiệt kế, để 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 (D445) 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 cách hướng dẫn xác định dải dung sai. Dải dung sai kết hợp cả độ không đảm bảo đo của chất chuẩn độ nhót được chứng nhận cũng như độ không đảm bảo đo của phòng thí nghiệm sử dụng chất chuẩn đo độ nhót được chứng nhận.

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

9.2.2. Phần lớn nguồn gốc chung gây ra sai số 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 đầu chuẩn không loại trừ khả năng kết hợp làm cân bằng các nguồn gốc gây ra sai số.

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 đang thử nghiệm.

10. Quy trình chung xác định độ nhót động học

10.1. Điều chỉnh và duy trì nhiệt độ thử nghiệm của bể chứa nhót kế 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 nhấn chìm 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 được bố trí để loại thị sai (sai số nhìn).

10.2. Chọn nhót kế đã hiệu chuẩn, khô, sạch có dải đo bao trùm độ nhót động học cần xác định (tức là mao quản rộng cho chất lỏng rất nhót và mao quản hẹp hơn cho chất lỏng linh động hơn). Thời gian chảy không ít hơn 200 s hoặc lâu hơn thời gian nêu trong ASTM D 446. Thời gian chảy ít hơn 200 s cũng được chấp nhận đối với nhót kế tự động, với điều kiện phù hợp yêu cầu của 6.1.2.

10.2.1. Các chi tiết về các loại nhót kế khác nhau nêu trong Bảng A.1.1. Hướng dẫn thao tác của các loại nhót kế khác nhau được nêu trong ASTM D 446.

10.2.2. Khi nhiệt độ thí nghiệm thấp hơn điểm vẫn đục, thì nạp vào nhót 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 nhót kế vào bể. Sau khi gắn xong, để nhót kế đạt nhiệt độ bể và tháo hút cao su ra. Khi tiến hành đo độ nhót bằng phương pháp thủ công, không sử dụng các loại nhót kế mà không thể tháo ra khỏi bể điều nhiệt để nạp mẫu.

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 D02 - 1490.

Độ nhót của chất chuẩn, mm²/s	Dải dung sai
< 10	$\pm 0,30\%$

10 - 100	$\pm 0,32\%$
100 - 1000	$\pm 0,36\%$
1000 - 10 000	$\pm 0,42\%$
10 000 - 100 000	$\pm 0,54\%$
> 100 000	$\pm 0,73\%$

10.2.2.1. Cho phép sử dụng ống hút ẩm được gắn lắp thêm vào đầu hở của nhót kế, nhưng không nhất thiết. Nếu sử dụng, ống hút ẩm phải phù hợp với thiết kế của nhót kế và không làm cản trở dòng chảy của mẫu do áp suất tạo ra trong dụng cụ đo.

10.2.3. Nhót kế dùng cho chất lỏng silicon, flurocacbon 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 khi hiệu chuẩn. Các nhót kế này phải được hiệu chuẩn định kỳ thường xuyên. Dung môi dùng để rửa loại nhót kế này, không được lấy để rửa loại nhót kế khác.

11. Quy trình xác định độ nhót của các chất lỏng trong suốt

11.1. Nạp mẫu vào nhót kế theo thiết kế của thiết bị, thao tác này phải phù hợp thao tác đã thực hiện khi hiệu chuẩn nhót 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 nhót kế dùng cho chất lỏng trong suốt là loại được nêu trong Bảng A.1.1, kiểu A và B.

11.1.2. Với 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 nhót động học như nhau với các nhót kế có đường kính mao quản khác nhau.

11.1.3. Để nhót 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 nhót kế, không được thêm hoặc lấy bớt hoặc làm sạch nhót kế trong khi các nhót kế khác đang dùng để đo thời gian chảy.

11.1.4. Vì thời gian nhót kế đã nạp mẫu ngâm trong bể để đạt đến nhiệt độ thí nghiệm là thay đổi đối với các nhót kế 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 phút là đủ, trừ các trường hợp độ nhót động học rất cao.

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

11.2. 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 cao hơn vạch mức đo thời gian thứ nhất khoảng 7 mm, nếu trong hướng dẫn sử dụng nhót kế không có qui định khác. 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 kế có đường kính mao quản nhỏ hơn rồi tiến hành đo lại.

11.2.1. Lặp lại qui trình nêu trong 10.2 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), 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 kế 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 với nhiệt độ từ 15 °C đến 100 °C thì áp dụng độ chụm là 0,20 % và 0,35 % đối với nhiệt độ nằm ngoài khoảng này.

12. Qui trình xác định độ nhớt của chất lỏng không trong suốt

12.1. Đối với dầu xilanh và dầu bôi trơn sẫm màu, thì tiến hành theo 12.3 khi đã đảm bảo mẫu lấy là mẫu đại diện. Độ nhớt động học của nhiên liệu đốt lò cặn (FO) và các sản phẩm tương tự sắp có thể bị ảnh hưởng do gia nhiệt trước nên các qui trình nêu trong 12.1.1 - 12.2.2 phải được tiến hành để giảm thiểu ảnh hưởng này.

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

12.1.2. Hâm nóng mẫu trong bình chứa ban đầu bằng cách sấy trong lò ở nhiệt độ $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ.

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 phút 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 hâm nóng lên trên $60\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 nhớt kế vào bình thủy tinh 100 ml và đậy hờ nắp lại.

12.2.1. Nhúng cốc này vào bể nước sôi trong vòng 30 phút. (**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 nhớt kế cần làm sạch hoàn toàn sau mỗi lần đo thời gian chảy; có thể dùng hai nhớt kế. Cũng có thể dùng một nhớt 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 nhớt kế theo hướng dẫn của từng loại dụng cụ. Ví dụ: Đối với nhớt kế nhánh thẳng hoặc nhớt kế BS hình chữ U dùng cho chất lỏng không trong suốt, lọc mẫu qua lưới lọc $75\mu\text{m}$ vào hai nhớt 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 nhớt 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 phút, điều chỉnh thể tích mẫu (theo kết cấu của nhớt kế quy định) đến đúng vạch nạp mẫu như tiêu chuẩn nhớt kế qui định (xem ASTM D 446).

12.3.3. Để nhớt kế đã nạp mẫu một thời gian đủ để đạt nhiệt độ thử (xem 12.3.1). Khi một bể dùng cho từ hai nhớt kế trở lên, không được cho thêm hoặc rút bớt nhớt kế ra, hoặc làm sạch nhớt kế khi nhớt 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 giờ khi hoàn tất 12.2.2. Ghi lại thời gian chảy đo được.

12.5. Tính toán độ nhớt động học (ν), theo mm^2/s từ mỗi lần xác định thời gian chảy. Coi đây là hai giá xác định độ nhớt động học.

12.5.1. Đối với nhiên liệu đốt lò (FO) cặn, nếu hai giá trị xác định độ nhớt động học nằm trong khoảng giới hạn theo quy định (xem 17.1) 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 được tính 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 với nhiệt độ đo từ $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ thì áp dụng độ chụm là 1,0 % và 1,5 % đối với nhiệt độ nằm ngoài khoảng này, phải biết rằng các sản phẩm này không phải là chất lỏng 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