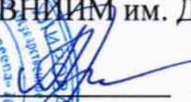


**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО



И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.Н. Пронин

м.п. «05» марта 2021 г.


Государственная система обеспечения единства измерений


Реометры Kinexus

Методика поверки

МП 2302-0140-2021

Руководитель
научно-исследовательской лаборатории
государственных эталонов в области измерений
плотности и вязкости жидкости
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»


А. А. Демьянов

инженер 1 кат.

Е. С. Лернер

г. Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на реометры Kinexus, изготовленные фирмой «NETZSCH-Gerätebau GmbH», Германия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость реометров Kinexus Государственному первичному эталону единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

- непосредственные сличения показаний реометров Kinexus с аттестованными значениями динамической вязкости стандартных образцов утвержденного типа;
- при наличии в комплектации реометра Kinexus системы температурного контроля в области отрицательных температур поверка проводится с показаниями вискозиметра Штабингера SVM 3000, регистрационный номер в ФИФ 45144-10.

Реометры Kinexus подлежат первичной и периодической поверке. Методикой поверки не предусмотрена поверка для меньшего числа измерительных каналов и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Перечень операций поверки

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	п. 7	+	+
Опробование	п. 8.2	+	+
Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 9	+	+
Определение относительной погрешности реометра Kinexus	п. 10.1	+	+

2.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 22
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа от 97 до 104
- отсутствие вибрационных воздействий.

3.2 При поверке должны соблюдаться требования, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее - ЭД), прилагаемую к реометрам Kinexus.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Номер пункта	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
10.1	<p>Основные:</p> <ul style="list-style-type: none">- стандартные образцы вязкости жидкости ГСО 8599-2004, ГСО 8603-2004 с погрешностью $\pm 0,2$ %;- стандартные образцы вязкости жидкости ГСО 8606-2004 с погрешностью $\pm 0,3$ %;- вискозиметр Штабингера SVM 3000 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 45144-10), диапазон измерений динамической вязкости от 0,2 до 20000 мПа·с, погрешность $\pm 0,5$ % (при наличии в комплектации реометра системы температурного контроля в области отрицательных температур).
8.1.2	<p>Вспомогательные:</p> <ul style="list-style-type: none">- гигрометр психрометрический ВИТ-1, диапазон измерений относительной влажности от 20 до 90 %, температуры от 0 до 25 °С, погрешность измерений отн. влажности не более 7 %, температуры не более 0,2 °С, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 42453-09;- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, погрешность: $\pm 0,2$ кПа, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 5738-76;
10.1	<ul style="list-style-type: none">- нефрас по ГОСТ 8505-80;- салфетки льняные или хлопчатобумажные.

5.1 Все основные средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке.

5.2 Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта, срок годности образцов не должен превышать указанной в паспорте даты.

5.3 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

6.1.1 Помещения, в которых проводят работы с нефтепродуктами, должны быть оснащены пожарной сигнализацией и средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009-83 и оснащены общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией.

6.1.2 Легковоспламеняющиеся жидкости хранят в стеклянных бутылках с притертыми пробками или в металлических канистрах в специально предназначенных для этого металлических шкафах или помещениях.

6.1.3 Промывка рабочих частей измерительных систем после удаления поверочных жидкостей должна проводиться растворителем при отсутствии включенных нагревательных приборов.

6.1.4 Требования, изложенные в руководстве по эксплуатации на средства поверки и поверяемый реометр.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие реометра Kinexus следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида реометра описанию типа СИ;
- соответствие маркировки и комплектности реометра требованиям технической документации фирмы-изготовителя;
- отсутствие внешних механических повреждений и дефектов, загрязнений, влияющих на работоспособность реометра. Внимательно осматривают измерительную систему перед установкой. Если имеются повреждения, это приведет к ошибочным результатам при измерениях вязкости;
- читаемость и соответствие требованиям эксплуатационной документации надписей и обозначений.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие операции:

- 8.1.1 Включают вентиляцию в помещении, где проводится поверка реометра.
- 8.1.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготовить к работе реометр, установив его на строго горизонтальную поверхность. Включить и выдержать в помещении в условиях, указанных в п. 3 настоящей методики, не менее 30 минут.
- 8.1.3 Подготовить средства поверки к работе в соответствии с требованиями ЭД.

8.2 Опробование реометра должно осуществляться в следующем порядке:

- 8.2.1 Устанавливается исправная работоспособность реометра в соответствии с ЭД на него.
- 8.2.2 Результаты опробования положительные, если функционирований реометра соответствует требованиям ЭД.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) реометра заключается в определении идентификационных данных – наименования и номера версии ПО.

9.2 Для проведения идентификации ПО на персональном компьютере запустить программу «rSpace». Выбрать в главном меню команду Help > About rSpace, где отображены наименование ПО – rSpace и версия ПО.

9.3 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если наименование и номер версии ПО соответствует данным, указанным в описании типа.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительной погрешности реометра.

10.1.1 Для проведения поверки в рабочем диапазоне температуры свыше 5 °С до 200 °С используются стандартные образцы вязкости жидкости ГСО РЭВ в соответствии с п. 5 настоящей методики.

10.1.2 Установить измерительную систему: в быстрозажимной патрон воздушного подшипника узла электромотора установить шпиндель измерительной системы типа плоскость/конус или цилиндр (верхняя геометрия), в основание реометра в модуль температурного контроля установить ответную часть комплекта измерительной системы (нижняя геометрия).

Примечание:

Измерительная система типа плоскость/конус для исследования образцов материалов, как с низкой вязкостью, так и пастообразных и полутвердых. Цилиндрическая – для жидких материалов.

10.1.3 После установки верхней геометрии система автоматически проведет обнуление зазора. Дважды нажмите Next (далее) для продолжения.

10.1.4 Установить зазор 1 мм: команда панели Manual gap (Задать зазор), вариант Set gap (Задать зазор) → 1 → Next (Далее), после этого закрыть кожух.

При использовании цилиндрической измерительной системы действовать в соответствии с руководством по эксплуатации.

10.1.5 Задать температурный режим 20°C: команда панели Set temperature (Задать температуру) → 20 → Next (Далее).

10.1.6 После завершения термостатирования открыть кожух и обнулить зазор: команда панели Zero Gap (Обнулить зазор) → дважды нажать Next (Далее).

10.1.7 Загрузить образец ГСО РЭВ, воспользовавшись действием измерительной задачи (последовательности) - панель Load Sample (Загрузить образец).

10.1.8 Поместить образец ГСО РЭВ между нижней и верхней измерительными геометриями, установить рабочий зазор между геометриями и удалить излишек образца при необходимости. Закрыть кожух.

10.1.9 Провести измерения динамической вязкости не менее пяти раз. Для этого запустить измерительную последовательность Toolkit_V004 Single Shear Rate - Time Test.rseq со следующими параметрами:

Shear rate	1.000	s ⁻¹
Test time	0.00:01:00	
Sampling interval	0.00:00:20	

Next →

Temperature	20	°C
-------------	----	----

Next →

10.1.10 После начала выполнения измерительной последовательности переключиться на окно Table (Таблица). Результаты измерений динамической вязкости из таблицы η (Pa·s) занести в протокол.

10.1.11 Удалить образец ГСО РЭВ, воспользовавшись действием последовательности - панели Unload Sample (Удалить образец).

10.1.12 Повторить операции по п.п. 6.4.3 – 6.4.11 для остальных образцов жидкости.

Примечание:

При соответствии показаний динамической вязкости в пределах относительной погрешности реометром аттестованным значениям ГСО жидкости при температуре 20 °С, контроль температуры встроенным датчиком удовлетворяет требованиям ГОСТ 6651-2009 «ГСИ. Термопреобразователи сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний» и поверка во всем рабочем диапазоне температуры не проводится.

10.1.13 При наличии в комплектации реометра системы температурного контроля в области отрицательной температуры поверка осуществляется с использованием жидкости-компаратора (полиальфаолефина) и вискозиметра Штабингера SVM 3000. Измерения динамической вязкости на реометре Kinexus проводят не менее трех раз, задав температурный режим минус 40 °С (минус 30 °С при использовании цилиндрической измерительной системы). На вискозиметре Штабингера SVM 3000 при значении температуры по показаниям реометра также проводят не менее трех измерений динамической вязкости жидкости-компаратора.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение, рассчитанное по формуле (1).

$$\bar{\eta} = \frac{\sum \eta_i}{n}, \quad (1)$$

где η_i - единичный результат измерения динамической вязкости на реометре, мПа·с;

n - число измерений.

Результаты измерений занести в протокол.

10.1.14 Относительную погрешность реометра вычисляют по формуле (2):

$$\delta = \frac{(\bar{\eta} - \eta_{амт})}{\eta_{амт}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где $\bar{\eta}$ - среднее арифметическое значение динамической вязкости, измеренное на реометре, мПа·с;

$\eta_{амт}$ – аттестованное значение динамической вязкости ГСО РЭВ или значения динамической вязкости по показаниям вискозиметра Штабингера SVM 3000, мПа·с.

Относительная погрешность реометра Kinexus не должна превышать $\pm 3\%$ в рабочем диапазоне температуры свыше $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, и $\pm 5\%$ в диапазоне температур от минус $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Примечание:

Допускается определение метрологических характеристик при других значениях температуры в диапазонах, обозначенных пределом погрешности измерений вязкости, в соответствии с заявлением владельца СИ.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений п. 10.1.14 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении А).

12.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке установленной формы. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности.

12.3 Сведения о результатах поверки пикнометров напорных передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

ПРОТОКОЛ
первичной (периодической) поверки

Наименование, модификация поверяемого СИ _____
 Регистрационный номер в ФИФ _____
 Изготовитель _____
 Заводской номер _____
 Дата выпуска _____
 Представлен _____
 Место проведения поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность, %
- атмосферное давление, кПа

Метод измерений: МП 2302-0140-2021 «ГСИ. Реометры Kinexus . Методика поверки».

Средства поверки:

- сведения о средствах поверки;
- номера и срок действия свидетельств о поверке;
- наименование стандартного образца, номер партии, срок годности.

Результаты внешнего осмотра: _____

Опробование: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	

Результаты определения относительной погрешности реометра:

Таблица 2 - Результаты определения относительной погрешности:

Измерительная система	Наименование ГСО	Температура измерений, °С	Аттестованное значение вязкости, мПа·с	Измеренное значение вязкости, мПа·с	Относительная погрешность, %
				ср. арифм. знач.	

Значения относительной погрешности не превышают _____

Заключение _____

ФИО поверителя: _____
(подпись)

Дата проведения поверки «__» _____ 20__ г.