

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. «23» декабря 2021 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Вискозиметры ротационные LAMY RHEOLOGY

Методика поверки

МП 2302-0158-2021

Руководитель научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области измерений
плотности и вязкости жидкости

 А. А. Демьянов

Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на вискозиметры ротационные LAMY RHEOLOGY (далее – вискозиметры), предназначенные для измерений динамической вязкости жидкостей в лабораторных условиях.

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость вискозиметров к Государственному первичному эталону единицы динамической и кинематической вязкости жидкостей (ГЭТ 17-2018) в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 ноября 2019 г. № 2622.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки – прямые измерения динамической вязкости, воспроизводимые стандартными образцами.

Вискозиметры подлежат первичной и периодической поверке. Методикой поверки предусмотрена поверка на меньшем числе поддиапазонов измерений, которые определяются измерительными системами, входящими в состав конкретного вискозиметра.

2 Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1 – Перечень операций поверки средства измерений

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Опробование	да	да	8.2
Проверка программного обеспечения средств измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	10

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3 Требования условиям проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 90;
- атмосферное давление, кПа от 97 до 105

При поверке должны соблюдаться требования, приведенные в Руководстве по эксплуатации (далее – РЭ), на вискозиметры.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются поверители, изучившую настоящую методику и РЭ, прилагаемые к вискозиметрам.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартные образцы вязкости жидкости, аттестованные в диапазоне значений давления от 0,1 до 4,0 МПа с доверительными границами относительной погрешности $P=0,95$ не более 0,2 % ¹⁾	стандартный образец вязкости жидкости ГСО 8587-2004 (РЭВ-5); стандартный образец вязкости жидкости ГСО 8599-2004 (РЭВ-1000); стандартный образец вязкости жидкости ГСО 11518-2021 (РЭВ-ВНИИМ-200)
	Стандартные образцы вязкости жидкости, аттестованные в диапазоне значений давления от 0,1 до 4,0 МПа с доверительными границами относительной погрешности $P=0,95$ не более 0,3 % ¹⁾	стандартный образец вязкости жидкости ГСО 8606-2004 (РЭВ-100000); стандартный образец вязкости жидкости ГСО 11521-2021 (РЭВ-ВНИИМ-60000)
	Средства измерений динамической вязкости в диапазоне от 0,2 до 20000 мПа·с, с относительной погрешностью не более $\pm 0,5$ %	вискозиметр Штабингера SVM 3000, рег. № 45144-10;
	Средства измерений температуры образца в диапазоне измерений от -50 °С до +300 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С	термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15;
	Средства измерения факторов, влияющих на поверку (температура, относительная влажность, атмосферное давление) в диапазоне измерения температуры от -20 °С до +60 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,3$ °С; относительной влажности от 0 % до 98 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %; атмосферного давления от 700 до 1100 гПа с абсолютной погрешностью $\pm 2,5$ гПа.	термогигрометр ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11

¹⁾ в зависимости от комплектации вискозиметров.

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице

5.1 Применяемые средства измерений и стандартные образцы должны быть утвержденных типов. Срок действия поверки применяемых средств измерений и срок годности применяемых стандартных образцов должны быть неистекшими.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать следующие требования:

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019-80 «Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности»

(с Изменением № 1), ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности» (с Изменениями № 1, 2, 3, 4);

- требования безопасности, изложенные в РЭ;
- «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правила ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей».

7 Внешний осмотр средства измерений

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- соответствие внешнего вида вискозиметров описанию типа;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа;
- комплектность должна соответствовать РЭ на вискозиметры;
- отсутствие внешних механических повреждений и дефектов, загрязнений, влияющих на работоспособность вискозиметра. Внимательно осматривают измерительную систему перед установкой. Если имеются повреждения, это приведет к ошибочным результатам при измерениях вязкости.

Вискозиметры должны размещаться на рабочей поверхности стола согласно требованиям РЭ.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 При подготовке к поверке проводят установку и подключение вискозиметров к сети, согласно требованиям РЭ.

8.2 Опробование

При опробовании включают вискозиметры в соответствии с РЭ (разделы «Общий вид» и «Соединения») и прогревают не менее 30-60 минут, убеждаются, что измерительная информация поступает и отображается на дисплее, сообщения об ошибках – отсутствуют.

9 Проверка программного обеспечения средств измерений

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

9.2 Для проведения идентификации ПО на вискозиметре переходят в раздел «Языки» основного меню ПО при однократном нажатии на соответствующую область на экране.

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 приведенной погрешности вискозиметров

10.1.1 Схема 1. Применяется при наличии в комплектации вискозиметров системы термостатирования.

10.1.1.1 Для проведения поверки используют стандартные образцы вязкости жидкости ГСО РЭВ утвержденных типов в соответствии с п. 5 настоящей методики.

10.1.1.2 Стандартный образец выбирается в соответствии с диапазоном измерений вязкости используемой измерительной системы, входящей в комплект поверяемого вискозиметра. Данные о диапазонах измерений измерительных систем приведены в РЭ.

10.1.1.3 Установку нуля выполняют в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Установка нуля»).

Наличие параметра «Скорость сдвига» или «Скорость вращения» зависит от измерительной системы. Данные параметры имеют пропорциональную зависимость (формула (1)):

$$\text{Скорость вращения (об/мин)} = \text{Скорость сдвига (с}^{-1}\text{)}/K_D \quad (1)$$

где K_D – константа измерительной системы, указана в РЭ, об/мин/с⁻¹.

10.1.1.4 Установку требуемой температуры выполняют в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Настройка температуры»).

10.1.1.5 Измерительную систему устанавливают в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Установка измерительной системы»).

10.1.1.6 Настройку измерительного зазора производят в соответствии с РЭ (раздел «Установка зазора»). Его необходимо регулировать перед каждым измерением. Регулировка зазора осуществляется с измерительной системой, без образца, при температуре измерения, и подлежит обновлению при изменении температуры.

10.1.1.7 Стандартный образец заливают на нижнюю плиту, опускают измерительный конус в положение измерения и нажимают кнопку «Сохраненный зазор» (см. раздел РЭ «Установка измерительной системы»). Затем выполняют измерение.

10.1.1.8 После завершения измерения производят очистку поверхностей измерительных систем с применением растворителя.

10.1.1.9 Результат измерения заносят в протокол (рекомендуемая форма приведена в Приложении).

10.1.1.10 Повторяют п.п. 10.1.1-10.1.9 для остальных измерительных систем, представленных в комплекте, и с другими образцами.

10.1.1.11 Приведенную погрешность вискозиметров вычисляют по формуле (2):

$$\gamma = \frac{\eta - \eta_{\text{ГСО}}}{\eta_{\text{max}}} * 100\%, \quad (2)$$

где η – измеренное значение динамической вязкости, мПа·с;

$\eta_{\text{ГСО}}$ – значение динамической вязкости ГСО РЭВ, указанное в паспорте, мПа·с;

η_{max} – максимальное значение динамической вязкости при данной скорости вращения измерительной системы из РЭ, мПа·с.

10.1.1.12 Результаты считают положительными, если значение приведенной погрешности вискозиметров не превышает значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Пределы допускаемой приведенной к верхнему значению диапазона измерений погрешности вискозиметров

Диапазон значений температуры	Применяемое ГСО РЭВ	Пределы допускаемой приведенной погрешности вискозиметров, %
от - 20 °С до +5 °С включ. ¹⁾	ГСО 11518-2021 (РЭВ-ВНИИМ-200)	±3
св. +5 °С до +100 °С включ. ¹⁾	ГСО 8587-2004 (РЭВ-5); ГСО 8599-2004 (РЭВ-1000); ГСО 8606-2004 (РЭВ-100000)	±1
св. +100 °С до +150 °С ¹⁾	ГСО 11521-2021 (РЭВ-ВНИИМ-60000)	±3
¹⁾ в зависимости от комплектации вискозиметров		

10.1.2 Схема 2. Применяется при отсутствии в комплектации вискозиметров системы термостатирования.

10.1.2.1 Для проведения поверки используют стандартные образцы вязкости жидкости ГСО РЭВ утвержденных типов в соответствии с п. 5 настоящей методики.

10.1.2.2 Стандартный образец выбирается в соответствии с диапазоном измерений вязкости используемой измерительной системы, входящей в комплект поверяемого вискозиметра. Данные о диапазонах измерений измерительных систем приведены в РЭ.

10.1.2.3 Установку нуля выполняют в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Установка нуля»).

Наличие параметра «Скорость сдвига» или «Скорость вращения» зависит от измерительной системы. Данные параметры имеют пропорциональную зависимость (формула (1)).

10.1.2.4 Измерительную систему устанавливают в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Установка измерительной системы»).

10.1.2.5 Погружают установленный шпиндель в стеклянный лабораторный стакан Гриффина объемом 600 мл со стандартным образцом вязкости таким образом, чтобы уровень жидкости достиг канавки на валу шпинделя.

10.1.2.6 Выбирают на приборе измерительную систему в соответствии с требованиями РЭ (раздел «Измерение») и запускают цикл измерений.

10.1.2.7 Проводят измерение динамической вязкости применяемого при поверке стандартного образца. Результат измерения заносят в протокол (рекомендуемая форма приведена в Приложении).

10.1.2.8 Если в лаборатории есть устройство стабилизации температуры, то результаты измерения сравнивают с аттестованным значением стандартного образца вязкости, указанного в паспорте.

Если термостатирующего устройства нет, то применяют вискозиметр Штабингера SVM 3000 утвержденного типа при температуре, зафиксированной температурным датчиком Pt100 вискозиметра.

10.1.2.9 После завершения измерения производят очистку поверхностей измерительных систем и вискозиметра Штабингера SVM 3000 с применением растворителя.

10.1.2.10 Повторяют п.п. 10.2.1-10.2.9 для остальных измерительных систем, представленных в комплекте, и с другими образцами.

10.1.2.11 Приведенную погрешность вискозиметров вычисляют по формуле (3):

$$\gamma = \frac{\eta - \eta_{ГСО/SVM}}{\eta_{max}} * 100\%, \quad (3)$$

где η – измеренное значение динамической вязкости, мПа·с;

$\eta_{ГСО/SVM}$ – значение динамической вязкости ГСО РЭВ, указанное в паспорте или значение динамической вязкости по показаниям Штабингера SVM 3000, мПа·с;

η_{max} – максимальное значение динамической вязкости при данной скорости вращения измерительной системы из РЭ, мПа·с.

10.1.2.12 Результаты считают положительными, если значение приведенной погрешности измерений не превышает значения, указанного в таблице 3.

11. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования вискозиметров. Критериями пригодности являются:

- соответствие всем критериям п. 7 при внешнем осмотре вискозиметров;
- отсутствие сообщений об ошибке при опробовании п. 8.2;
- соответствие параметров ПО вискозиметров данным, указанным в п. 9;
- соответствие погрешностей вискозиметров п. 10.1.12 и п. 10.2.12 настоящей методики поверки.

12. Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью

поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.2 Протокол выдается по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку (рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении).

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

ПРОТОКОЛ № _____ от «__» _____ 202_ г.
поверки

Наименование средства измерений (эталона), тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской (серийный) номер или буквенно-цифровое обозначение	
Дата предыдущей поверки	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и юридический адрес)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Владелец (наименование и юридический адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (при наличии)	
Дата предыдущей поверки	
Адрес места выполнения поверки (если поверка выполняется на территории Заказчика)	

Вид поверки

Методика поверки

МП 2302-0158-2021 «ГСИ. Вискозиметры ротационные LAMY RHEOLOGY. Методика поверки»

Средства поверки:

Наименование и регистрационные номера эталона, СИ, СО в Федеральном информационном фонде	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Наименование параметра	Требования НД	Измеренные значения
температура окружающего воздуха	от 15 °С до 25 °С	
относительная влажность воздуха	от 30 % до 90 %	
атмосферное давление воздуха	от 97 до 105кПа	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр
2. Подтверждение соответствия ПО (при необходимости)
3. Определение приведенной погрешности вискозиметра и диапазона измерений

Наименование измерительной системы	ГСО вязкости	Аттестованное значение вязкости, мПа·с	Измеренное значение вязкости, мПа·с	Приведенная погрешность, %