

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

УТВЕРЖДАЮ

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

А. Н. Пронин

м.п. 15 » мая 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Реометры ротационные Kinexus


Методика поверки

МП 2302-0095-2017
(С изменением №1)

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

 А. А. Демьянов

инженер 1 кат.

 Е. С. Лернер

Санкт-Петербург

2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на реометры ротационные Kinexus модификаций Kinexus lab+, Kinexus pro+, Kinexus ultra+, Kinexus DSR, Kinexus DSR+, Kinexus DSR-E и Kinexus DSR-III (далее - реометры Kinexus), изготовленные компанией «Malvern Panalytical Ltd.», Великобритания, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Метод поверки основан на непосредственном сличении показаний реометров Kinexus с аттестованными значениями динамической вязкости стандартных образцов.

При наличии в комплектации реометра системы температурного контроля в области отрицательных температур поверка проводится сличением с показаниями вискозиметра Штабингера SVM 3000, регистрационный номер 45144-10.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр (п.6.1);
- опробование (п.6.2);
- подтверждение соответствия программного обеспечения (п.6.3.);
- определение относительной погрешности реометров Kinexus (п.6.4).

2 Средства поверки

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

- государственные стандартные образцы вязкости жидкости: ГСО 8599-2004 РЭВ -1000, ГСО 8603-2004 РЭВ-10000 с погрешностью $\pm 0,2$ % и ГСО 8606-2004 РЭВ-100000 с погрешностью $\pm 0,3$ %;
- вискозиметр Штабингера SVM 3000, диапазон измерений динамической вязкости от 0,2 до 20000 мПа·с, погрешность $\pm 0,5$ %, регистрационный номер 45144-10;
- термогигрометр ИВА-6Н-Д, диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %, температуры от минус 20 до 60 °С, атмосферного давления от 700 до 110 гПа; погрешность измерений отн. влажности при (23,2)°С, от 0 до 90 % не более 2 % , от 90 до 98 % не более 3 %, температуры не более 0,3 °С, атмосферного давления не более 2,5 гПа;
- Уайт-спирит по ГОСТ 3134-78;

Все основные средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм.

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

3 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- 3.1 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.

3.2 Промывка измерительных систем (плоскость/конус или цилиндр) после удаления эталонных образцов должна производиться растворителями при отсутствии включенных нагревательных приборов.

3.3 Требования, изложенные в руководстве по эксплуатации на реометр.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20,0±2,0
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ±4,0

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

5 Подготовка к поверке

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 Включена вентиляция в помещении, где проводится поверка реометра;

5.2 В соответствии с руководством по эксплуатации установить на строго горизонтальную поверхность, подготовить к работе и включить реометр Kinexus.

5.3 Подготовить средства поверки к работе в соответствии с требованиями эксплуатационной документации.

6 Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие маркировки и комплектности установки требованиям технической документации фирмы-изготовителя.

6.1.2 Проверяют отсутствие внешних механических повреждений и дефектов, загрязнений, влияющих на работоспособность реометра.

6.2 Опробование.

При опробовании реометра проверяют общее функционирование в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Для проведения идентификации ПО следует выбрать в главном меню команду/пункт Help > About rSpace, где отображены наименование ПО – rSpace и версия ПО.

Результат проверки считается положительным, если номер версии не ниже, указанного в описании типа.

6.4 Определение относительной погрешности реометра.

6.4.1 Для проведения поверки в рабочем диапазоне температуры свыше 5 °С до 200 °С используются стандартные образцы вязкости жидкости ГСО РЭВ в соответствии с п. 2 настоящей методики.

6.4.2 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.

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

6.4.4 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.

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

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

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

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

6.4.9 Провести измерения динамической вязкости не менее трех 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	0:00:61:50	
Sampling Interval	0:00:00:20	
	Next	→Next
Temperature	20	°C
		→ Next

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

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

6.4.12 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.

6.4.13 При наличии в комплектации реометра системы температурного контроля в области отрицательной температуры поверка осуществляется с использованием жидкостикомпаратора (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 жидкостикомпаратора.

Относительную погрешность реометра определяют, как наибольшую из полученных результатов измерений.

6.5.3 Относительную погрешность реометра вычисляют по формулам:

$$\delta = \frac{V_{изм} - V_{ГСО}}{V_{ГСО}} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где $V_{изм}$ - показания реометра, мПа·с;

$V_{ГСО}$ – 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 ±3 % в рабочем диапазоне температуры свыше 5°C до 200 °С, и ±5 % - в диапазоне от минус 40 °С до 5°C.

Примечание:

Допускается определение метрологических характеристик при других значениях температуры в диапазонах, обозначенных пределом погрешности измерений вязкости, в соответствии с заявлением владельца СИ, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1). При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке установленной приказом Минпромторга России «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» №1815 формы. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

ПРОТОКОЛ
поверки первичной (периодической) поверки

Наименование, тип поверяемого СИ _____

Изготовитель _____

Номер _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Место проведения поверки _____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- относительная влажность, %

- атмосферное давление, кПа

Метод измерений: МП 2302 – 0095- 2017 «Реометры ротационные Kinexus. Методика поверки» с изменением №1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Сведения о средствах поверки:

- номера свидетельств о поверке, аттестатах СИ;

- наименование ГСО, партия, срок годности.

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

Результат определения относительной погрешности реометра Kinexus.

Таблица 1.

Наименование образца	Температура измерений, °С	Аттестованное значение ГСО (или по показаниям вискозиметра Штабингера SVM 3000), мПа·с	Показания реометра, мПа·с	Относительная погрешность реометра, %

Заключение: _____

Поверитель _____

Дата проведения поверки « ____ » _____ 20__ г.