

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Реометры ротационные Discovery
моделей HR-1, HR-2, HR-3

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 49-251-2015

Екатеринбург
2016

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ к.х.н., зав. лаб. 251 Собина Е.П.**
- 3. УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в 2016 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки	5
5	Требования безопасности	5
6	Условия поверки	6
7	Подготовка к поверке	6
8	Проведение поверки	6
	8.1 Внешний осмотр	6
	8.2 Опробование	6
	8.3 Проверка метрологических характеристик	7
9	Оформление результатов поверки	9
	Приложение А	10

1 Область применения

Настоящая методика распространяется на реометры ротационные Discovery моделей HR-1, HR-2, HR-3 (далее – реометры), изготовленные TA Instruments –Waters LLC.

Реометры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок".

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений динамической вязкости	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительной погрешности измерений динамической вязкости	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона измерений динамической вязкости	8.3.3	да	да
3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры	8.3.4	да	да
3.5 Проверка диапазона измерений температуры	8.3.5	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка реометров в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, реометр бракуется и выполняются операции по п. 9.2.

3.3 Допускается проводить поверку в сокращенном диапазоне измерений динамической вязкости по требованию заказчика.

4 Средства поверки

4.1 Для поверки применяют:

- ГСО 8586-2004, ГСО 8594-2004, ГСО 8597-2004, ГСО 8599-2004, ГСО 8603-2004, ГСО 8606-2004 (границы относительной погрешности ($P=0,95 \pm (0,2-0,3) \%$));
- рабочий эталон единицы температуры 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009, в диапазоне измерений от -50 до 500 °C.

4.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

4.3 Допускается применение других средств поверки обеспечивающих проверку метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, а также требования руководства по эксплуатации реометров.

6 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 20±2;
- относительная влажность воздуха, %, не более: от 5 до 80;
- напряжение, В: 220±22;
- частота, Гц: 50/60

7 Подготовка к поверке

Все действия с реометрами осуществляются только в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Измерения динамической вязкости проводят при скорости сдвига 10 c^{-1} .

При необходимости провести калибровку реометра при помощи стандартного образца утвержденного типа с аттестованным значением динамической вязкости 1000 мПа·с.

При необходимости устанавливают «температурный зазор» путем подбора смещения действительной температуры терmostатирования пробы по стандартному образцу с аттестованным значением динамической вязкости близким к 1000 мПа·с. Для этого помешают необходимое количество СО в зазор между геометриями (или стакан для геометрии концентрических цилиндров) и проводят измерения вязкости при скорости сдвига 10 c^{-1} при различных температурах (рекомендуется составить программу измерений с шагом 0,1 °C в диапазоне от 19 до 20 °C при температуре окружающей среды более 22 °C и от 20 до 21 °C при температуре окружающей среды менее 19 °C). Задаваемую температуру для последующих операций поверки выбирают такую, при которой показания реометра при выполнении вышеописанных действий наиболее близки к аттестованному значению использованного СО.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Представленный на поверку реометр должен быть полностью укомплектован в соответствии с РЭ.

8.1.2 При внешнем осмотре установить наличие обозначения и заводского номера.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки реометров в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО реометров.

Идентификационное наименование и номер версии ПО выводится на экран в окне программы. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TRIOS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	Не ниже 3
Цифровой идентификатор ПО	OB9EE59A
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	CRC32

8.3 Проверка метрологических характеристик

Проверку метрологических характеристик реометров провести с помощью стандартных образцов утвержденного типа по п. 4.1 настоящей методики поверки.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений динамической вязкости

В соответствии с РЭ поместить необходимое количество стандартного образца в диапазоне измерений динамической вязкости от 1 до 10 мПа·с в рабочее пространство реометра (в зазор между геометриями или стакан для геометрии концентрических цилиндров) и запустить цикл измерений. Результаты измерений динамической вязкости фиксировать при достижении температуры стандартного образца значения, при котором установлена его динамическая вязкость согласно паспорта. Отклонение температуры от заданной не должно превышать $\pm 0,1$ °С в течение эксперимента.

После проведения измерений рабочие части реометра промыть и осушить в соответствии с РЭ.

Рассчитать абсолютную погрешность измерений динамической вязкости Δ_{ij} , мПа·с, в диапазоне от 1 до 10 мПа·с включительно по формуле

$$\Delta_{ij} = |X_{ij} - A_i|, \quad (1)$$

где X_{ij} – результат j -го измерения динамической вязкости в i -й точке, полученное при помощи реометра, мПа·с;

A_i – аттестованное значение динамической вязкости i -го ГСО, мПа·с.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений динамической вязкости должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка относительной погрешности измерений динамической вязкости

Провести измерения аналогично п. 8.3.1 в диапазоне измерений динамической вязкости от 10 до $1 \cdot 10^5$ мПа·с.

После проведения измерений рабочие части реометра промыть и осушить в соответствии с РЭ.

Рассчитать относительную погрешность измерений динамической вязкости δ , %, в диапазоне от 10 до $1 \cdot 10^5$ мПа·с по формуле

$$\delta = \frac{|X_{ij} - A_i|}{A_i} \cdot 100, \quad (2)$$

где A_i - аттестованное значение динамической вязкости в i -ом экземпляре ГСО, мПа·с;

X_{ij} результат j -го измерения динамической вязкости в i -ом экземпляре ГСО, мПа·с.

Полученные значения относительных погрешностей измерений динамической вязкости должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка диапазона измерений динамической вязкости

Проверку диапазона измерений динамической вязкости провести одновременно при определении погрешности измерений динамической вязкости по п. 8.3.1, 8.3.2 настоящей методики поверки. За диапазон измерений динамической вязкости реометра принимают диапазон измерений, приведенный в таблице 3, если полученные значения погрешностей по формулам (1), (2) удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 3.

8.3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры

Абсолютную погрешность измерений температуры определить не менее чем в трех точках, равномерно распределенных в диапазоне измерений температуры. Диапазон измерений температуры индивидуален для каждого типа терmostатирующего устройства реометра.

Поместить эталонный термометр в измерительную ячейку реометра. После выдержки в ячейке не менее 30 минут провести регистрацию показания с эталонного термометра и реометра. Выполнить не менее 2 измерений в каждой точке.

Абсолютную погрешность измерения температуры Δt_{ij} , $^{\circ}\text{C}$ рассчитать по формуле

$$\Delta t_{ij} = t_{\text{изм}_{ij}} - t_{T_j} \quad (3)$$

где $t_{\text{изм}_{ij}}$ - i -результат измерения температуры реометром в j -точке, $^{\circ}\text{C}$;

t_{T_j} - результат измерения температуры эталонным термометром в j -й точке, $^{\circ}\text{C}$.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.5 Проверка диапазона измерений температуры

Проверку диапазона измерений температуры провести одновременно с проверкой погрешностей измерений по 8.3.4 настоящей методики поверки.

За диапазон измерений температуры реометра принимают диапазон измерений, приведенный в таблице 3, если полученные значения погрешностей по формуле (3) удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации		
	HR-1	HR-2	HR-3
Диапазон измерений температуры в зависимости от типа термостатирующего устройства, °C: - Пельтье-столик - столик с двойным Пельтье-элементом - концентрические цилиндры с Пельтье-элементом - концентрические цилиндры с электрическим нагревом - плоскости с электрическим нагревом - камера с контролируемой атмосферой	от -40 до +200 от -45 до +200 от -20 до +150 от +15 до +300 от -70 до +400 от -50 до +500		
Диапазон показаний температуры для всех типов термостатирующего устройства, °C	от -160 до +600		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	± 1,0		
Диапазон показаний динамической вязкости, мПа·с	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{13}$		
Диапазон измерений динамической вязкости, мПа·с	от 1 до $1,5 \cdot 10^5$		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений динамической вязкости, в диапазоне измерений от 1 до 10 мПа·с включ., мПа·с	± 0,5		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений динамической вязкости в диапазоне измерений св. 10 до $1 \cdot 10^5$ мПа·с, %	± 5,0		

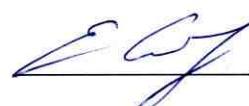
9 Оформление результатов поверки

9.1 При положительных результатах средства измерений признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на боковую часть измерительного блока реометра.

9.2 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с указанием причин. Средство измерений к применению не допускают.

Разработчик:

Зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

Приложение А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Реометр ротационный Discovery, зав № _____

Документ на поверку: МП 49-251-2015 ГСИ. Реометры ротационные Discovery моделей HR-1, HR-2, HR-3. Методика поверки.

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

- атмосферное давление, кПа _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 Проверка погрешности измерений и диапазона измерений динамической вязкости

Диапазон измерений динамической вязкости, мPa·с	Аттестованное значение вязкости ГСО, мPa·с	Результаты измерений динамической вязкости, мPa·с	Значение погрешности измерения динамической вязкости	Нормируемые значения погрешности измерений динамической вязкости
От 1 до 10 вкл.		...		±0,5 мPa·с
Св. 10 до $1 \cdot 10^5$...		±5,0 %
Диапазон измерений динамической вязкости от _____		до _____	мPa·с	

Таблица А.2 Результаты проверки абсолютной погрешности результатов измерений и диапазона измерений температуры

№ п/п	Результаты измерений температуры эталонным термометром, °C	Результаты измерений температуры, °C	Абсолютная погрешность при измерении температуры, °C	Нормируемое значение абсолютной погрешности измерений температуры, °C
				± 1,0
Диапазон измерений температуры от _____		до _____	°C	

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от « ____ » 20 ____ г, № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____