

12.213

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

УТВЕРЖДАЮ

И. о. директора ФГУП «ВНИИМ  
им. Д. И. Менделеева»  
А. Н. Пронин  
12 декабря 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Реометры RHEOTEST® RN**


**Методика поверки**

**МП 2302-0117-2018**

Руководитель лаборатории  
госэталонов 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

2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на реометры RHEOTEST® RN (далее – реометры), изготавливаемые фирмой «RHEOTEST Medingen GmbH», Германия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Метод поверки основан на непосредственном сличении показаний реометра со значениями динамической вязкости стандартных образцов вязкости жидкости при заданной температуре.

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.

Интервал между поверками - 1 год

## 1 Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1.

Наименование операции	№ пункта	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	п. 6.1	+	+
Опробование	п. 6.2	+	+
Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	+	+
Определение метрологических характеристик	п. 6.4	+	+

## 2 Средства поверки

При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

Таблица 2.

№ пункта	Средство поверки, характеристики
6.4	<p><b>Основные:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- стандартные образцы вязкости жидкости ГСО 8594-2004, ГСО 8603-2004 с погрешностью не более <math>\pm 0,2</math> %;</li> <li>- стандартный образец вязкости жидкости ГСО 8606-2004 с погрешностью не более <math>\pm 0,3</math> %;</li> <li>- вискозиметр Штабингера SVM 3000, диапазон измерений динамической вязкости от 0,2 до 20000 мПа·с, погрешность <math>\pm 0,5</math> %, регистрационный номер 45144-10;</li> </ul> <p><b>Вспомогательные:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 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 42453-09;</li> <li>- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа, погрешность: <math>\pm 0,2</math> кПа, регистрационный</li> </ul>

№ пункта	Средство поверки, характеристики
	номер 5738-76; - нефрас по ГОСТ 8505.

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

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 рабочих частей измерительных систем после удаления поверочных жидкостей должна производиться растворителями при отсутствии включенных нагревательных приборов.

3.3 Требования, изложенные в руководстве по эксплуатации прибор.

### 4 Условия поверки

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20,0 ± 2,0
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 75
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 4,0

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

### 5 Подготовка к поверке

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

5.1 Включена вентиляция в помещении, где проводится поверка вискозиметра.

5.2 В соответствии с руководством по эксплуатации подготовить к работе реометр, установив на строго горизонтальную поверхность, включить и выдержать в помещении в условиях указанных в п. 4 настоящей методики, не менее 30 минут.

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 реометра требованиям технической документации фирмы-изготовителя.

6.1.2 Проверяют 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.

6.1.3 Комплектность реометра должна соответствовать требованиям технической документации фирмы-изготовителя.

## 6.2 Опробование.

При опробовании проверяют исправность электрической схемы и работу реометра согласно руководству по эксплуатации.

Результаты опробования положительные, если функционирование СИ соответствует требованиям руководства по эксплуатации.

## 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Для идентификации ПО следует выбрать в главном верхнем меню команду Помощь/Info. После выполнения данной команды можно увидеть во всплывающем окне идентификационные данные программного обеспечения.

Результат проверки идентификации ПО считается положительным, если номер версии не ниже указанного в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Встроенное		Автономное
Идентификационное наименование ПО	Соответствует модификации реометра	Соответствует наименованию термостата Пельтье	RHEOTEST® RN 5 Manager
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-		V2-1.25

## 6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1 При первичной поверке определение относительной погрешности реометра производится с применением трех стандартных образцов вязкости жидкости (п. 2 настоящей методики) при температуре измерений  $(20,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$ .

6.4.2 При периодической поверке допускается применение двух стандартных образцов вязкости жидкости (п. 2 настоящей методики) при температуре измерений  $(20,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$ .

6.4.3. При наличии в комплектации реометра системы температурного контроля в диапазоне температур от  $-40$  до  $+5 ^\circ\text{C}$  включ. поверка дополнительно осуществляется и при температуре измерений  $(-15,00 \pm 0,05) ^\circ\text{C}$  с применением жидкости-компаратора (полиальфаолефина) и вискозиметра Штабингера SVM 3000. На вискозиметре Штабингера SVM 3000 производят три измерения динамической вязкости жидкости-компаратора. За результат принимают среднее арифметическое значение. Результаты измерений заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении №1.

6.4.4 Измерения динамической вязкости на реометре производят согласно руководству по эксплуатации (далее – РЭ). Всего с каждым ГСО производят не менее 5-ти отсчетов показаний прибора. За результат принимают среднее арифметическое значение. Результаты измерений заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении №1.

6.4.5 Измерения на реометре с автоматической установкой расстояния между измерительными системами пластина/конус-пластина производятся следующим образом:

- Для использования прибора с автоматической установкой расстояния между пластинами необходимо установить базовую пластину и закрепить ее на приборе, как это указано в РЭ. Подсоединить адаптер и измерительную систему к измерительному приводу. Для присоединения измерительной системы потянуть вверх втулку быстроразъемного соединения, шляпку системы ввести в верхнее отверстие быстроразъемного соединения и опустить втулку обратно вниз.

- Перед измерением очистить измерительную и базовую пластины подходящим растворителем и просушить.
- Выбрать соответствующее задание в дереве заданий (колонка слева).
- Для быстрого старта измерения выбрать режим названия „DateTime (YYMMDDHHMM)“ (ДатаВремя) в определении образца и нажать кнопку Быстрый старт в действиях задания; или в режиме названия „manually“ (вручную) нажать последовательно Новый образец, задать название образца, нажать Проверка + Создание образца (подождать, когда название образца появится в дереве задания) и затем нажать Начать анализ;
- Нужно убедиться в том, что в приборе между измерительными пластинами не находится образец для измерения. После этого нужно нажать кнопку Да на всплывающем окне. Базовая измерительная пластина передвигается вниз, к нижнему пределу.
- После появления следующего диалогового окна присоединить соответствующую измерительную пластину к измерительному приводу, для этого потянуть вверх втулку быстроразъемного соединения, ввести головку измерительной пластины в верхнее отверстие быстроразъемного соединения и опустить втулку обратно вниз.
- Винт с накатанной головкой ослабить и подвинуть измерительный привод вниз так, чтобы пружинное кольцо опустилось вниз (ход пружины прибл. 3 мм) и закрепить снова измерительный привод с помощью винта.
- Нажать кнопку ОК.
- В измерительной ячейке устанавливается необходимая температура. Происходит ожидание термостатирования.
- В следующем окне „RN Ввод данных пользователем“ ввести время термостатирования образца и нажать ОК.
- В информационном окошке справа внизу начинается обратный отсчет времени. Затем происходит автоматическая установка точки соприкосновения пластин (нулевой точки), нижняя базовая пластина движется вниз.
- В следующем диалоговом окне нужно ввести температуру для удаления избытка образца и нажать ОК.
- Ослабить винт с накатанной головкой и поднять измерительный привод вверх.
- Образец для измерения расположить на возвышение в центре съемной нижней пластины.
- Винт ослабить и подвинуть измерительный привод вниз так, чтобы пружинное кольцо опустилось вниз (ход пружины прибл. 3 мм) и закрепить снова измерительный привод с помощью винта.
- Нажать кнопку ОК.
- Сообщение „Удаление избытка образца“ означает, что измерительная система пластина-пластина приведена в соответствующее положение для снятия излишек образца. Сейчас можно удалить избыток образца.
- После удаления избытка образца нажать кнопку ОК и измерение начинается автоматически. Процесс выполнения измерения можно проследить в информационном окне.
- После окончания анализа появляется статусная строка с подтверждением завершения анализа; теперь измеренные значения могут быть представлены и/или оценены (в Отчете).

- После того, как измерение завершено, ослабить винт с накатанной головкой, и поднимая одновременно втулку быстроразъемного соединения, поднять измерительный привод вверх. Очистить измерительную и базовую заменяемую пластины.

#### 6.4.6 Измерения на реометре со стационарной базовой пластиной.

- Для использования прибора со стационарной базовой пластиной необходимо установить базовую пластину и закрепить ее на приборе соответствующим образом, как это указано в РЭ. Подсоединить адаптер и измерительную систему к измерительному приводу. Для присоединения измерительной системы потянуть вверх втулку быстроразъемного соединения, шляпку системы ввести в верхнее отверстие быстроразъемного соединения и опустить втулку обратно вниз.
- Перед измерением очистить измерительную и базовую пластины подходящим растворителем и просушить;
- Установить расстояние между измерительными пластинами, используя микрометр и как это описано в РЭ. Для точного определения точки соприкосновения пластин в программе RHEOTEST® RN 5 Manager в группе заданий „gap“ имеются задания, в названии которых содержится слово *gap*, например, „gap\_P3“ для измерительной пластины P3. Расстояние между пластинами устанавливается с учетом дополнительного зазора для удаления избытка образца. Выбрать задание (например, „gap\_P3“) в папке *gap* в дереве заданий (колонка слева).
- Для быстрого запуска задания выбрать режим названия „DateTime (YYMMDDHHMM)“ в определении задания и нажать кнопку „Быстрый старт“ в действиях задания; или в режиме названия „manually“ выполнить последовательно „Новый образец“, затем „Проверка + Создание образца“ (подождать, пока название образца появится в дереве образца) и нажать „Начать анализ“;
- На экране появится сообщение для задания необходимой температуры. Задать нужную температуру (начальная температура последующего измерения) и нажмите ОК, на экране появится сообщение для установки нулевого зазора между пластинами.
- Следуйте указаниям на экране. После нажатия кнопки ОК, измерительная пластина начинает вращаться со скоростью 10 оборотов в минуту (10 1/min);
- После появления первых значений (первых точек данных в информационном окне справа) нажмите на вкладку «График». На графике отображаются зависимости крутящего момента и скорости вращения от времени. Осторожно двигайте базовую пластину вверх, поворачивая микрометрический винт против часовой стрелки (вправо). Нулевую точку (точку соприкосновения пластин) вы определите по увеличению крутящего момента (крутящий момент должен увеличиться примерно до 0,1 ... 0,3 mNm);
- Поверните черное внешнее кольцо микрометра на 0;
- После этого установите необходимое расстояние между пластинами (включая расстояние для удаления избытка образца), вращая микрометрический винт и удаляя пластины друг от друга на нужное расстояние.
- Нажмите „Отменить анализ“ во вкладке Задание, чтобы остановить выполнение задания.
- Опустить вниз базовую измерительную пластину или поднять вверх измерительный привод, снова разъединив конус/пластину и базовую пластину друг от друга.
- Выбрать соответствующее задание в дереве заданий (колонка слева).

- Для быстрого старта измерения выбрать режим названия „*DateTime* (YYMMDDHHMM)“ (ДатаВремя) в определении образца и нажать кнопку Быстрый старт в действиях задания; или в режиме названия „*manually*“ (вручную) нажать последовательно Новый образец, задать название образца, нажать Проверка + Создание образца (подождать, когда название образца появится в дереве задания) и затем нажать Начать анализ;
- На экране появится сообщение с напоминанием, что нулевая точка (точка соприкосновения пластин) была установлена.
- После нажатия ОК появляется напоминание о том, что между пластинами установлено необходимое расстояние, включая расстояние для удаления избытка образца.
- После нажатия ОК появится окошко ввода температуры для удаления избытка образца (может отличаться от температуры измерения).
- После ввода необходимого значения температуры и подтверждением ОК появляется напоминание о том, что образец должен быть помещен на пластину и избыток образца должен быть удален.
- После нажатия ОК появляется напоминание о том что необходимо установить нужное для измерения расстояние между пластинами. После нажатия ОК начинается измерение. Процесс выполнения измерения можно проследить в информационном окне.
- После окончания анализа появляется статусная строка с подтверждением завершения анализа; теперь измеренные значения могут быть представлены и/или оценены (в Отчете).
- После того, как измерение завершено, ослабить винт с накатанной головкой, и поднимая одновременно втулку быстроразъемного соединения, поднять измерительный привод вверх. Очистить измерительную и базовую заменяемую пластины.

#### 6.4.7 Измерения на реометре с цилиндрическими измерительными системами.

- Для использования прибора с цилиндрическими измерительными системами необходимо подсоединить измерительный ротор к измерительному приводу. Для присоединения цилиндрического ротора потянуть вверх втулку быстроразъемного соединения, шляпку ротора ввести в верхнее отверстие быстроразъемного соединения и опустить втулку обратно вниз.
- Перед заполнением измерительного сосуда его нужно тщательно очистить с помощью подходящего растворителя и просушить.
- После очистки поместить необходимое количество исследуемого вещества.
- Осторожно поднять вверх заполненный измерительный сосуд, опустив ротор в исследуемый материал до ограничителя (сосуд у ограничителя должен еще легко поворачиваться).
- Зафиксировать измерительный сосуд у ограничителя, повернув рукоятку со сферической головкой.
- В завершение весь измерительный привод с цилиндрической измерительной системой может быть помещен в сосуд для термостатирования. Закрепить измерительный привод на штативе винтом с накатанной головкой. После достаточного термостатирования производится измерение.

- Выбрать соответствующее задание в дереве заданий (колонка слева).
- Для быстрого старта измерения выбрать режим названия „*DateTime* (YYMMDDHHMM)“ (ДатаВремя) в определении образца и нажать кнопку Быстрый старт в действиях задания; или в режиме названия „*manually*“ (вручную) нажать последовательно Новый образец, задать название образца, нажать Проверка + Создание образца (подождать, когда название образца появится в дереве задания) и затем нажать Начать анализ.
- После начала измерения, процесс выполнения измерения можно проследить в информационном окне.
- После окончания анализа появляется статусная строка с подтверждением завершения анализа; теперь измеренные значения могут быть представлены и/или оценены (в Отчете).  
Демонтаж цилиндрических измерительных систем после завершения измерений производится в обратной последовательности.

6.4.8 Относительную погрешность реометра вычисляют по формуле (1):

$$\delta = \frac{(\eta - \eta_{amm})}{\eta_{amm}} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где  $\eta$  – результат измерений динамической вязкости на реометре, мПа·с;

$\eta_{amm}$  – аттестованное значение динамической вязкости образца, приведенное в паспорте на ГСО, или по показаниям вискозиметра Штабингера, мПа·с.

Полученные значения относительной погрешности не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4.

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой относительной погрешности реометра, %	
- при температуре от -40 до +5 °С включ.	±5
- при температуре св. +5 до +200 °С	±3

**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 средство измерений признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке установленной формы. В свидетельстве указывают измерительную систему, с которой проведена поверка.

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

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.



ПРОТОКОЛ  
первичной (периодической) поверки

Наименование, модификация поверяемого СИ \_\_\_\_\_  
Изготовитель \_\_\_\_\_  
Заводской номер \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Представлен \_\_\_\_\_  
Место проведения поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

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

Метод измерений: МП 2302-0117-2018 «ГСИ. Реометры RHEOTEST® RN. Методика поверки».

Сведения о средствах поверки:

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

Результаты внешнего осмотра: \_\_\_\_\_

Подтверждение соответствия программного обеспечения: \_\_\_\_\_

Результаты определения относительной погрешности реометра:

Таблица 1.

№ п/п	Наименование измерительной пары	Температура измерений, °С	Аттестованное значение динамической вязкости, мПа·с	Измеренное значение динамической вязкости на реометре, мПа·с	Относительная погрешность, %
				1. 2. 3. 4. 5. Ср. арифм. знач	

Таблица 2- результаты измерений жидкости-компаратора на вискозиметре Штабингера SVM 3000:

№ п/п	Температура измерений, °С	Измеренное значение динамической вязкости, мПа·с	Результат (среднее арифметическое)
		1. 2. 3.	

Относительная погрешность не превышает \_\_\_\_\_

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя

Дата проведения поверки «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.