

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

мп. «17» мая 2023 года

Зам. генерального

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Чекирда Константин Владимирович

Государственная система обеспечения единства измерений

Комплекс эталонный
ЭК КВ13

Методика поверки
МП 2302-0004-2023

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

А.А. Демьянов

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

Е.С. Лернер

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

А.В. Миргородская

Санкт-Петербург
2023 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на комплекс эталонный ЭК КВ13, предназначенный для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости, поверки и калибровки вискозиметров различных типов, измерений кинематической вязкости исследуемых жидкостей в лабораторных условиях в диапазоне значений от 0,4 до 100000,0 мм²/с в диапазоне значений температуры от 20,00 °С до 100,00 °С (далее – комплекс, ЭК КВ13), соответствующий уровню рабочего эталона 1-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений вязкости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622, и устанавливает порядок проведения первичной и периодической поверок. В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования: диапазон измерений кинематической вязкости жидкости от 0,4 до 100000,0 мм²/с в диапазоне значений температуры от 20,00 °С до 100,00 °С с относительной погрешностью измерений кинематической вязкости, при доверительной вероятности 0,95, %, не более $\pm 0,25$ % (см. п. 10.3).

Методикой поверки обеспечивается прослеживаемость ЭК КВ13 к Государственному первичному эталону единицы динамической и кинематической вязкости жидкостей (ГЭТ 17-2018).

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – сличения при помощи градуировочной жидкости (компаратора).

Поверке подлежит комплекс, прошедший процедуру утверждения типа, на который распространяются сведения об утвержденном типе средства измерений.

Допускается проведение поверки комплекса в части отдельных поддиапазонов измерений кинематической вязкости жидкости и значений температуры в соответствии с указанными в описании типа ЭК КВ13 и заявлении владельца, с обязательным указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

Перечень поддиапазонов измерений кинематической вязкости жидкости, а также диапазон значений температуры (уточняется при составлении заявки на поверку), приведены в описании типа ЭК КВ13 и руководстве по эксплуатации.

Допускается проведение поверки комплекса в составе средств измерений, непосредственно применяемых для измерений кинематической вязкости жидкости в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, с обязательным указанием состава средств измерений, прошедших поверку.

Первичную поверку комплекса проводят после утверждения типа.

Периодическую поверку комплекса проводят в процессе его эксплуатации. Интервал между поверками три года.

Средства измерений из состава комплекса должны быть утвержденных типов и подвергаться поверке в соответствии с установленными для них интервалами между поверками (межповерочными интервалами), установленными при утверждении их типа. Если очередной срок поверки средства измерений наступает до очередного срока поверки комплекса, поверяют только это средство измерений, а поверка комплекса в целом проводится в соответствии с установленным интервалом между поверками.

После ремонта комплекса, если ремонт мог повлиять на его метрологические характеристики, а также после замены термостата, входящего в состав, проводится поверка. После замены средств измерений утвержденных типов на аналогичные, или после ремонта средств измерений из состава комплекса, допускается проводить поверку только тех средств измерений, которые подверглись ремонту или замене, а поверка комплекса в целом проводится в соответствии с установленным интервалом между поверками.

Состав комплекса эталонного ЭК КВ13 приведен в документе ОФХИ.414117.001РЭ «Комплекс эталонный ЭК КВ13. Руководство по эксплуатации» и в описании типа.

Во всех указанных случаях оформляется технический акт о внесенных изменениях, который должен быть подписан руководителем или уполномоченным им лицом и руководителем или представителем метрологической службы Предприятия-владельца комплекса. Технический акт хранится совместно с эксплуатационной документацией комплекса, как неотъемлемая часть комплекта эксплуатационных документов.

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 комплекса	да	да	7
Проверка комплектности и соответствия средств измерений из состава комплекса	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование комплекса	да	да	9
Определение нестабильности установления и поддержания температуры и относительной погрешности комплекса при измерении кинематической вязкости	да	да	10
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11
Оформление результатов поверки	да	да	12

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +18 до +22
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки комплекса в установленном порядке допускаются помощники ученого-хранителя Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), изучившие настоящую методику поверки, руководства по эксплуатации на эталон, комплекс, средства измерений и вспомогательное оборудование, и имеющие необходимую профессиональную подготовку и стаж работы по данному виду измерений, а также обученные правилам техники безопасности при работе с электроустановками.

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 нестабильности установления и поддержания температуры и относительной погрешности комплекса при измерении кинематической вязкости	Эталон, аттестованный в диапазоне измерений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм ² /с с относительным средним квадратическим отклонением результата измерений при 10 независимых измерениях, не превышающим $1,5 \cdot 10^{-4}$	Государственный первичный эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости (ГЭТ 17-2018), эталонный комплекс ЭК ГЭТ 17/1-КВИ и/или ЭК ГЭТ 17/2-КВН
	Стандартные образцы вязкости жидкости, аттестованные в диапазоне значений от 0,4 до 100000,0 мм ² /с	Градуировочные жидкости (компараторы): «РЭВ-2», «РЭВ-1000», «РЭВ-100000», приготавливаемые в соответствии с требованиями, приведенными в обязательном Приложении А МИ 3630-2021
	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, регистрационный номер 49251-12
	Вспомогательное оборудование и материалы: - шкаф сушильный СШ-80, ТУ 9452-010-00141798-2005; - водоструйный насос, ГОСТ 14710-78; - толуол, МИ 1289-86; - дистиллированная вода, ГОСТ Р 58144-2018; - этиловый спирт, ГОСТ 5962-2013 или ГОСТ Р 55878-2013; - уайт-спирит (нефрас С4-155/200), ГОСТ 3134-78; - поваренная соль, ГОСТ 13830-97; - хлористый кальций, ГОСТ 450-77	

Примечания:

1. Допускается применение других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единицы величины поверяемому средству измерений.

2. ГЭТ 17-2018 должен быть аттестован в порядке, установленном в эксплуатационной документации на него, и с периодичностью в соответствии с межаттестационным интервалом, утвержденным приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2843.

3. Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, а сведения о результатах их поверки должны быть опубликованы в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, установленные ГОСТ 12.2.007.0-75, «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», «Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок», а также требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на комплекс и примеряемые средства поверки.

7. Внешний осмотр

7.1 Проверяют целостность корпусов, отсутствие видимых повреждений на составных частях комплекса (термостатах и средствах измерений из состава комплекса), а также отсутствие течи соединительных шлангов.

7.2 Визуально проверяют наличие нанесенного на первый футляр для хранения вискозиметров стеклянных капиллярных эталонных наименования комплекса – Комплекс эталонный ЭК KB13, заводской номер ЦСМРБ2, год выпуска 2022 г., а также в документе ОФХИ.414117.001РЭ «Комплекс эталонный ЭК KB13. Руководство по эксплуатации».

7.3 В случае выявления несоответствий по пункту 7.1 или 7.2 поверку комплекса приостанавливают до устранения выявленных несоответствий. В случае невозможности устранения выявленных несоответствий комплекса признают непригодным для применения.

8. Проверка комплектности и соответствия средств измерений из состава комплекса

8.1 Проверяют правильность расположения, монтажа и подключения средств измерений и термостатов из состава комплекса на соответствие требованиям их эксплуатационной документации.

8.2 Проверяют соответствие типов и заводских номеров фактически используемых средств измерений типам, указанным в описании типа и эксплуатационной документации.

8.3 Проверяют наличие сведений о поверке и срока действия поверки средств измерений из состава комплекса в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. При выявлении истекшего срока действия поверки средств измерений из состава комплекса дальнейшие операции по поверке комплекса приостанавливаются до получения положительных результатов поверки этих средств измерений, т.е. сведений об их поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Средства измерений из состава комплекса поверяют в соответствии с методиками поверки, установленными при утверждении их типа.

8.4 В случае выявления несоответствий по пунктам 8.1 – 8.3 поверку комплекса приостанавливают до устранения выявленных несоответствий. В случае невозможности устранения выявленных несоответствий комплекс признают непригодным для применения.

9. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- проводят технические и организационные мероприятия по обеспечению безопасности поверочных работ в соответствии с действующими правилами и эксплуатационной документацией применяемого оборудования;

- средства поверки выдерживают в условиях и в течение времени, установленных в эксплуатационной документации.

9.2 Для проведения поверки готовят следующую документацию:

- комплект эксплуатационной документации на ЭК ГЭТ 17/1-КВИ и/или ЭК ГЭТ 17/2-КВН из состава ГЭТ 17-2018;

- комплект эксплуатационных документов на поверяемый комплекс, включая описание типа, руководство по эксплуатации и технические акты о внесенных в комплекс изменениях (при наличии);

- сведения о поверке средств измерений из состава комплекса и сведения о предыдущей поверке с протоколом поверки комплекса (при периодической и внеочередной поверке);

- рабочие журналы комплекса с данными по климатическим и иным условиям эксплуатации за межповерочный интервал (только при периодической поверке);

- настоящую методику поверки.

9.3 Перед проведением процедуры поверки необходимо проверить параметры окружающей среды, которые должны удовлетворять условиям, представленные в п. 3 настоящей методики.

9.4 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции

9.4.1 Промывка и сушка вискозиметров стеклянных капиллярных эталонных (далее – вискозиметров) из состава комплекса

9.4.1.1 Вискозиметры, не загрязненные нефтепродуктами, промывают горячей водой, заливают не менее чем на два часа толуолом.

9.4.1.2 Удаляют толуол из вискозиметров, промывают нефрасом, а затем многократно горячей водой, далее дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре не более 100 °С.

9.4.1.3 Вискозиметры, загрязненные нефтепродуктами, сначала тщательно промывают нефрасом или другим подходящим растворителем, затем горячей водой до удаления запаха нефраса и заполняют толуолом не менее, чем на шесть часов. Последующую промывку и сушку выполняют как указано в пункте 9.4.1.2.

9.4.2 Опробование средств измерений и термостатов из состава комплекса проводят визуально.

9.4.2.1 Подключают термостаты и средства измерений к сети питания в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

9.4.2.2 Проверяют герметичность ванн термостатов, на которых не должно быть протечек термостатирующей жидкости (теплоносителя).

9.4.2.3 Проверяют правильность функционирования средств измерений из состава комплекса в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на них.

9.4.2.4 Опробование вискозиметров считают положительным, если при их промывке не наблюдают течи.

9.4.2.5 Результаты опробования считают положительными, если нарушений не обнаружено.

10. Определение нестабильности установления и поддержания температуры и относительной погрешности комплекса при измерении кинематической вязкости

10.1 Комплекс эталонный ЭК КВ13, предназначенный для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости, а также измерений кинематической вязкости жидкостей в диапазоне значений от 0,4 до 100000,0 мм²/с и диапазоне значений температуры от 20,00 °С

до 100,00 °С, применяют в качестве рабочего эталона 1-го разряда согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений вязкости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622, при условии соответствия его метрологических характеристик.

10.2 Границы относительной погрешности измерений кинематической вязкости жидкостей комплексом определяют расчетным методом с учетом влияния входных величин – погрешностей средств измерений из состава комплекса и установленных в эксплуатационной документации, в том числе в описании типа.

10.3 Критериями для обеспечения получения результата измерений кинематической вязкости с относительной погрешностью измерений кинематической вязкости, при доверительной вероятности 0,95, %, не более:

в поддиапазонах значений кинематической вязкости

от 0,4 до 1000,0 мм²/с включ. ±0,15

св. 1000,0 до 20000,0 мм²/с включ. ±0,20

св. 20000,0 до 100000,0 мм²/с ±0,25

являются:

- соответствие состава комплекса требованиям к составу и комплектности, установленным в описании типа и руководстве по эксплуатации;

- соответствие метрологических характеристик средств измерений из состава комплекса требованиям соответствующих описаний типа на средства измерений и соответствующих эксплуатационных документов на термостаты;

- выполнение оператором требований руководства по эксплуатации на комплекс при проведении измерений.

10.4 Определение нестабильности установления и поддержания температуры проводят экспериментально.

10.4.1 Для этого проводят установку и подключение термостатов, а также термометр ПОИНТ и преобразователя температуры МИТ 8.15 из состава ЭК ГЭТ 17/1-КВИ в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

10.4.2. Затем устанавливают на задающих устройствах термостатов значения температуры:

- для термостата «Термотест-вязкость», заводской номер 064001 – 15,00 °С;

- для термостата жидкостного ВИС-Т-06-01 серии МАСТЕР, заводской номер 302107 20,00 °С;

- для термостата жидкостного ВИС-Т-11 серии МАСТЕР, заводской номер 302060 20,00 °С,

и включают термостатирование. С момента достижения установившегося значения температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя), установленного на задающем устройстве, выдерживают термостаты при включенном термостатировании не менее двух часов.

10.4.3 По завершении термостатирования фиксируют в протоколе поверки показания температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя) с интервалом 15 минут четыре раза в течение часа по данным преобразователя температуры МИТ 8.15 и термометров ПОИНТ, установленных на штатное место.

10.4.4 Далее устанавливают на задающих устройствах термостатов значения температуры:

- для термостата «Термотест-вязкость», заводской номер 064001 – 20,00 °С;

- для термостата жидкостного ВИС-Т-06-01 серии МАСТЕР, заводской номер 302107 40,00 °С;

- для термостата жидкостного ВИС-Т-11 серии МАСТЕР, заводской номер 302060 40,00 °С,

и включают термостатирование. С момента достижения установившегося значения температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя), установленного на задающем

устройстве, выдерживают термостаты при включенном термостатировании не менее двух часов.

10.4.5 По завершении термостатирования фиксируют в протоколе поверки показания температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя) с интервалом 15 минут четыре раза в течение часа по данным преобразователя температуры МИТ 8.15 и термометров ПОИНТ, установленных на штатное место.

10.4.6 Устанавливают на задающих устройствах термостатов значения температуры

– для термостата «Термотест-вязкость», заводской номер 064001 – 40,00 °С;

– для термостата жидкостного ВИС-Т-06-01 серии МАСТЕР, заводской номер 302107 60,00 °С;

– для термостата жидкостного ВИС-Т-11 серии МАСТЕР, заводской номер 302060 100,00 °С,

и включают термостатирование. С момента достижения установившегося значения температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя), установленного на задающем устройстве, выдерживают термостат при включенном термостатировании не менее двух часов.

10.4.7 По завершении термостатирования фиксируют в протоколе поверки показания температуры термостатирующей жидкости (теплоносителя) с интервалом 15 минут четыре раза в течение часа по данным преобразователя температуры МИТ 8.15 и термометров ПОИНТ, установленных на штатное место.

10.4.8 При проведении поверки комплекса в части отдельных значений температуры и/или в составе средств измерений, непосредственно применяемых для измерений кинематической вязкости жидкости (в сокращенном диапазоне значений температуры или при определенном значении температуры, например 20,00 °С) в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, в соответствии с заявлением владельца комплекса, с обязательным указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки, допускается определение нестабильности установления и поддержания температуры в точках, которые соответствуют диапазону значений температуры (значению температуры), обеспечиваемому применяемыми в составе комплекса средствами измерений.

10.4.9 Результаты поверки по пункту 10.4 считают положительными, если нестабильность установившегося значения температуры в течение часа не превышает $\pm 0,01$ °С в диапазоне значений от 20,00 °С до 100,00 °С или в сокращенном диапазоне значений температуры (при одном или нескольких значениях температуры).

10.5 Определение доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости

10.5.1 Перед непосредственным определением доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости выполняют следующие подготовительные операции – приготавливают градуировочные жидкости (компараторы) в соответствии с обязательным Приложением А.1 МИ 3630-2021.

10.5.2 Для проведения поверки приготавливают градуировочные жидкости (компараторы) в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – Градуировочные жидкости (компараторы), необходимые для проведения поверки

Индекс	Интервал значений кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора), мм ² /с, при 20,00 °С	Температура измерений вязкости градуировочной жидкости (компаратора), °С
«РЭВ-2»	от 1,70 до 2,30	20,00
«РЭВ-1000»	от 850 до 1150	20,00, 40,00, 100,00
«РЭВ-100000»	от 85000 до 115000	20,00, 40,00

10.5.2.1 При проведении поверки комплекса допускается применение других градуировочных жидкостей (компараторов), приготовленных в соответствии с обязательным

Приложением А.1 МИ 3630-2021, значения кинематической вязкости которых соответствуют диапазону применяемых в составе комплекса средств измерений.

10.5.2.1 При проведении поверки комплекса в части отдельных диапазонов измерений кинематической вязкости жидкости и/или в составе средств измерений, непосредственно применяемых для измерений кинематической вязкости жидкости в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, в соответствии с заявлением владельца комплекса, с обязательным указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки, допускается применение других градуировочных жидкостей (компараторов), приготовленных в соответствии с обязательным Приложением А.1 МИ 3630-2021, значения кинематической вязкости которых соответствуют диапазону применяемых в составе комплекса средств измерений.

10.5.3 При определении доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости, проводят сличения комплекса при помощи градуировочной жидкости (компаратора) с эталонными комплексами из состава Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018:

- ЭК ГЭТ 17-1/КВИ в диапазоне значений температуры от 20,00 °С до 40,00 °С;
- ЭК ГЭТ 17/2-КВН в диапазоне значений температуры от 40,00 °С до 100,00 °С.

10.5.4 Вязкость каждой градуировочной жидкости (компаратора) определяют с помощью двух или трех вискозиметров, входящих в состав ЭК ГЭТ 17/1-КВИ или ЭК ГЭТ 17/2-КВН до начала проведения измерений кинематической вязкости данных градуировочных жидкостей (компараторов) на комплексе, представленном в поверку. Измерения кинематической вязкости градуировочных жидкостей (компараторов) на ЭК ГЭТ 17/1-КВИ или ЭК ГЭТ 17/2-КВН проводят в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

10.5.5 Измерения кинематической вязкости каждой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, проводят с применением двух вискозиметров (одной группы или смежных групп), а для диапазона свыше 20000,0 до 100000,0 мм²/с с применением одного вискозиметра, в следующей последовательности:

заполняют градуировочной жидкостью (компаратором) вискозиметры из состава комплекса, представленного в поверку. Вискозиметры выбирают таким образом, чтобы время истечения градуировочных жидкостей (компараторов) находилось в пределах от 200 до 2000 с;

вискозиметры заполняют через широкую трубку так, чтобы уровень градуировочной жидкости (компаратора) находился между метками на расширенной части широкого колена. Затем надевают на концы двух других трубок хлорвиниловые (или другие эластичные) трубки, отводные трубки снабжают двухходовыми кранами;

перед каждым заполнением градуировочной жидкостью (компаратором) вискозиметры промывают и сушат, как указано в п. 9.3;

вискозиметры, заполненные градуировочной жидкостью (компаратором), устанавливают в ванну термостата так, чтобы капилляр был строго вертикальным. Вертикальность проверяют по отвесу в двух взаимно перпендикулярных плоскостях;

уровень термостатирующей жидкости в термостатической ванне должен быть выше вспомогательного резервуара вискозиметра примерно на (15 – 20) мм, уровень проверяют визуально;

вискозиметры, заполненные градуировочной жидкостью (компаратором), установленные в ванну термостата, выдерживают при температуре измерений не менее 30 минут;

установившееся значение температуры в рабочем объеме ванны термостата контролируют термометром из состава комплекса;

закрыв кран на трубке вискозиметра, другую трубку соединяют с вакуумным насосом (или другим вакуумным приспособлением) и поднимают градуировочную жидкость (компаратор) выше верхней метки, следят за тем, чтобы не образовывалось пузырьков воздуха,

разрывов и пленок. Отсоединяют вакуумный насос и открывают кран на трубке вискозиметра, при этом должен образоваться «висячий уровень»;

с помощью секундомера электронного измеряют время истечения градуировочной жидкости (компаратора) между метками на измерительном резервуаре вискозиметра, при этом дискретность отсчета должна быть не хуже 0,01 с;

отсчет времени истечения начинают в момент прохождения нижним краем мениска градуировочной жидкости (компаратора) верхней метки, нанесенной на измерительный резервуар вискозиметра, и заканчивают, когда нижний край мениска градуировочной жидкости (компаратора) достигает нижней метки;

при измерениях следят за тем, чтобы не было пузырьков воздуха, разрывов потока градуировочной жидкости (компаратора). При их появлении, измерения повторяют. Число измерений времени истечения на каждом вискозиметре должно быть не менее десяти для каждой градуировочной жидкости (компаратора);

для образования «висячего уровня» в вискозиметре, заполненном градуировочной жидкостью (компаратором) с номинальным значением кинематической вязкости более 5000 мм²/с, сначала открывают кран на отводной трубке, а затем отсоединяют вакуумный насос.

10.5.6 За действительное значение времени истечения градуировочной жидкости (компаратора) принимают среднее арифметическое измеренных значений. Если действительное значение времени истечения градуировочной жидкости (компаратора) отличается более чем на 0,1 % от каждого измеренного значения, измерения повторяют.

10.5.7 Измеренные значения времени истечения градуировочной жидкости (компаратора) через капилляр вискозиметра из состава комплекса фиксируют в протоколе поверки.

10.5.8 Расчет относительной погрешности измерений кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку

10.5.8.1 Значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученное на j -ом вискозиметре из состава комплекса, рассчитывают по формуле

$$v_{i,j} = C_j \cdot \bar{\tau}_{i,j} - \frac{B_j}{\bar{\tau}_{i,j}}, \quad (1)$$

где C_j – значение j -ой постоянной вискозиметра из состава комплекса, мм²/с²;

$\bar{\tau}_{i,j}$ – среднее арифметическое измеренное значение времени истечения i -ой градуировочной жидкости (компаратора) через капилляр j -го вискозиметра из состава комплекса, представленного в поверку, с;

B_j – значение j -ой постоянной вискозиметра из состава комплекса, обусловленной потерей жидкостью кинетической энергии, мм².

10.5.8.2 Среднее арифметическое значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученное на комплексе, представленном в поверку, рассчитывают по формуле

$$\bar{v}_i = \frac{v_{i,j} + v_{i+1,j}}{2}, \quad (2)$$

где $v_{i,j}$ и $v_{i+1,j}$ – значения кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученные на двух вискозиметрах (i -ом и $i+1$ -ом) одной группы (или смежных групп) из состава комплекса, представленного в поверку, мм²/с;

Значение кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) округляют до пяти значащих цифр.

Относительное отклонение кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) от среднего арифметического измеренного значения на ЭК ГЭТ 17/1-КВИ или ЭК ГЭТ 17/2-КВН из состава ГЭТ 17-2018, рассчитывают по формуле

$$\delta(\bar{\nu}_i) = \frac{\bar{\nu}_i - \bar{\nu}_{i_3}}{\bar{\nu}_{i_3}} \cdot 100 \%, \quad (3)$$

где $\bar{\nu}_i$ – среднее арифметическое измеренное значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученное на вискозиметрах из состава комплекса, представленного в поверку, $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

$\bar{\nu}_{i_3}$ – среднее арифметическое измеренное значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученное на вискозиметрах из состава ЭК ГЭТ 17/1-КВИ или ЭК ГЭТ 17/2-КВН из состава ГЭТ 17-2018, $\text{мм}^2/\text{с}^2$.

Относительное отклонение измеренного значения кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, от среднего арифметического измеренного значения на ЭК ГЭТ 17/1-КВИ или ЭК ГЭТ 17/2-КВН из состава ГЭТ 17-2018, не должно превышать заявленных границ доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости.

Значение относительного отклонения полученного значения кинематической вязкости фиксируют в протоколе поверки.

10.5.8.3 Относительную погрешность измерений кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, рассчитывают (с учетом максимальных значений погрешностей влияющих величин) по формуле

$$\delta(\bar{\nu}_i) = K \cdot S(\Sigma), \quad (4)$$

где K – коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и неисключенной систематической погрешности;

$S(\Sigma)$ – относительное суммарное среднее квадратическое отклонение оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку.

Относительное суммарное среднее квадратическое отклонение оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку, рассчитывают по формуле

$$S(\Sigma) = \sqrt{S(\Theta)^2 + S(\bar{\nu}_i)^2}, \quad (5)$$

где $S(\Theta)$ – относительное среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку;

$S(\bar{\nu}_i)$ – относительное среднее квадратическое отклонение среднего арифметического (оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку).

Относительное среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку, рассчитывают по формуле

$$S(\Theta) = \frac{\Theta_{\Sigma}(P)}{k\sqrt{3}}, \quad (6)$$

где $\Theta_{\Sigma}(P)$ – границы относительной неисключенной систематической погрешности;

k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью (P), числом составляющих неисключенной систематической погрешности и их соотношением между собой.

Границы относительной неисключенной систематической погрешности рассчитывают по формуле

$$\Theta_{\Sigma}(P) = \pm k \cdot \frac{1}{\bar{v}_i} \cdot \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial C} \cdot \Theta(C_{max})\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial B} \cdot \Theta(B_{max})\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial \bar{\tau}} \cdot \Theta(\bar{\tau}_{max})\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial T} \cdot \Theta(T)\right)^2}, \quad (7)$$

где $\frac{\partial v}{\partial v}, \frac{\partial v}{\partial B}, \frac{\partial v}{\partial \bar{\tau}}, \frac{\partial v}{\partial T}$ – коэффициенты влияния;

$\Theta(C_{max})$ – максимальная неисключенная систематическая погрешность постоянной C вискозиметра из состава комплекса, представленного в поверку, из примененных при измерениях кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

$\Theta(B_{max})$ – максимальная неисключенная систематическая погрешность определения постоянной B вискозиметра из состава комплекса, представленного в поверку, из примененных при измерениях кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), мм^2 ;

$\Theta(\bar{\tau})$ – максимальная неисключенная систематическая погрешность измерений времени истечения с применением секундомера, из полученных при измерениях кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), с;

$\Theta(T)$ – неисключенная систематическая погрешность, обусловленная температурным влиянием на кинематическую вязкость i -ой градуировочной жидкости (компаратора).

Относительное среднее квадратическое отклонение среднего арифметического (оценки кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора), полученной на комплексе, представленном в поверку) рассчитывают по формуле

$$S(\bar{v}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (v_i - \bar{v}_i)^2}{n(n-1)}} / \bar{v}_i, \quad (8)$$

где v_i – i -ое измеренное значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, $\text{мм}^2/\text{с}$;

$\bar{v}_i$ – среднее арифметическое измеренное значение кинематической вязкости i -ой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, $\text{мм}^2/\text{с}$;

n – число измерений.

Доверительные границы относительной случайной погрешности оценки кинематической вязкости, полученной на комплексе, представленном в поверку (без учета знака), рассчитывают по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{v}), \quad (9)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ и числе измерений $n=10$ равен 2,262.

Коэффициент (K) для подстановки в формулу (4) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta_{\Sigma}(P)}{S(\bar{v}) + S(\Theta)}, \quad (10)$$

10.5.9 Результаты поверки признают положительными, если значения полученной относительной погрешности измерений кинематической вязкости каждой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, рассчитанные с учетом максимальных значений погрешностей влияющих величин, не превышают значений, указанных в пункте 6.1 Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей,

утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622, в руководстве по эксплуатации и описании типа на комплекс, представленный в поверку.

10.5.10 Значения полученной относительной погрешности измерений кинематической вязкости каждой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, рассчитанное с учетом максимальных значений погрешностей влияющих величин, фиксируют в протоколе поверки.

10.5.11 В случае, если значение полученной относительной погрешности измерений кинематической вязкости хотя бы одной градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, рассчитанное с учетом максимальных значений погрешностей влияющих величин, превышает значения, указанные в пункте 6.1 Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622, в руководстве по эксплуатации и описании типа на комплекс, то операции поверки по пункту 10.5 повторяют для данной градуировочной жидкости (компаратора) и тех же вискозиметров из состава комплекса, представленного в поверку. Если при проведении повторных измерений вновь получают отрицательные результаты для данной градуировочной жидкости (компаратора) и тех же вискозиметров из состава комплекса, представленного в поверку, то данные вискозиметры исключают из состава комплекса, путем оформления технического акта о внесенных изменениях, который должен быть подписан руководителем или уполномоченным им лицом и руководителем или представителем метрологической службы Предприятия-владельца комплекса. Технический акт хранится совместно с эксплуатационной документацией комплекса, как неотъемлемая часть комплекта эксплуатационных документов.

10.5.12 Полученные значения относительной погрешности измерений кинематической вязкости каждой градуировочной жидкости (компаратора) на комплексе, представленном в поверку, рассчитанные с учетом максимальных значений погрешностей влияющих величин, фиксируют в протоколе поверки.

11. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Для подтверждения соответствия метрологических характеристик комплекса эталонного ЭК KB13 обязательным метрологическим требованиям, предъявляемые к рабочим эталонам 1-го разряда, согласно пункту 6.1 Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622, используют значения относительной погрешности измерений кинематической вязкости, рассчитанные в соответствии с пунктом 10.5.8.3 настоящей методики.

11.2 Алгоритм принятия решения о соответствии метрологических характеристик комплекса эталонного ЭК KB13 обязательным метрологическим требованиям:

11.2.1 Если значения относительной погрешности измерений кинематической вязкости, рассчитанные в соответствии с пунктом 10.5.8.3 настоящей методики, удовлетворяют требованиям пункта 11.1, выполнены требования пунктов 7 – 10 настоящей методики, то принимают решение о соответствии комплекса эталонного ЭК KB13 обязательным метрологическим требованиям.

11.2.2 Если хотя бы одно значение относительной погрешности измерений кинематической вязкости, рассчитанное в соответствии с пунктом 10.5.8.3 настоящей методики, не удовлетворяет требованиям пункта 11.1, и/или не выполнены требования хотя бы одного из пунктов 7 – 10 настоящей методики, то принимают решение о несоответствии комплекса эталонного ЭК KB13 обязательным метрологическим требованиям.

12. Оформление результатов поверки

12.1 На основании положительных результатов подтверждения соответствия по пунктам разделов 7 – 11 сведения о результатах поверки в целях подтверждения соответствия комплекса передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии запроса от лица, предоставившего комплекс в поверку, оформляют свидетельство о поверке по форме и содержанию, удовлетворяющее требованиям Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке, путем оттиска поверительного клейма (при его оформлении).

12.2 В случае, если установлено несоответствие поверяемого комплекса по какому-либо из пунктов разделов 7 – 11, то комплекс считают непригодным для применения. Сведения о результатах поверки в целях подтверждения поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, при наличии запроса от лица, предоставившего комплекс в поверку, оформляют извещение о непригодности по форме и содержанию, удовлетворяющее требованиям Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510, с указанием причин непригодности.

12.3 В ходе поверки оформляют протокол поверки, отражающий выполнение процедур по пунктам разделов 7 – 11 и их результаты. Протокол первичной/периодической поверки оформляют по форме, представленной в Приложении А.

**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
КОМПЛЕКСА ЭТАЛОННОГО ЭК КВ13**

Протокол первичной/периодической поверки
комплекса эталонного ЭК КВ13

№ _____ от «__» _____ 20__ года

Наименование средства измерений	
Обозначение	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской, серийный, инвентарный или номенклатурный номер	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и юридический адрес)	

Методика поверки: _____

Средства поверки:

Наименование	Характеристики

Условия поверки:

Наименование параметра	Требования НД	Измеренные значения
температура окружающего воздуха	от +18 °С до +22 °С	
относительная влажность воздуха	от 30 % до 80 %	
атмосферное давление воздуха	от 84,0 до 106,7 кПа	
температура градуировочной жидкости (компаратора) при проведении поверки, °С		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр

2. Проверка комплектности и сведений о поверке средств измерений из состава комплекса

2.1 Комплектность ЭК КВ13 соответствует/ не соответствует.

2.2 Диапазон измерений кинематической вязкости представленного в поверку комплекса составляет _____ мм²/с при температуре ____ °С.

2.3 Сведения о поверке средств измерений из состава ЭК КВ13

Наименование средства измерений	Заводской номер	Номер свидетельства о поверке, поверка действительна до

3. Опробование

4. Определение нестабильности установления и поддержания температуры и относительной погрешности комплекса при измерении кинематической вязкости

4.1 Нестабильность установившегося значения температуры в течение часа

Термостат	Значение температуры, °C	Временной интервал, мин				Соответствует/ не соответствует
		15	30	45	60	
		значение нестабильности, °C				
Термостат «Термотест-вязкость», заводской номер						
Термостат жидкостный ВИС-Т-06-01, заводской номер						
Термостат жидкостный ВИС-Т-11 серии Мастер						

Нестабильность установившегося значения температуры в течение часа не превышает/превышает $\pm 0,01$ °C.

4.2 Определение доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости

Индекс градуировочной жидкости (компаратора)	Температура измерений вязкости градуировочной жидкости (компаратора), °C	Значение кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора), полученное на ГЭТ 17-2018, мм ² /с	Значение кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора), полученное на ЭК КВ13, мм ² /с	Относительное отклонение кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) от среднего арифметического измеренного значения на ГЭТ 17-2018, %	Границы относительной погрешности измерений кинематической вязкости градуировочной жидкости (компаратора) на ЭК КВ13, %

Полученные значения доверительной относительной погрешности измерений кинематической вязкости на комплексе эталонном ЭК КВ13 (заводской номер ЦСМРБ2) не превышают/превышают значения, указанные в описании типа и п. 6.1 Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.11.2019 № 2622.

Заключение:

Поверитель _____ Подпись _____