

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИ-
ЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


Е.И. Соби́на

«03» августа 2022 г.



«ГСИ. Вискозиметры высокого давления VISCOlab
PVT.Методика поверки»

МП 82-251-2021

Екатеринбург
2022 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ Зам. зав. лаб. 251 Е.В. Вострокнудова.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки	5
3 Перечень операций поверки средства измерений	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13 Оформление результатов поверки	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Дата введения в действие «__» август 2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на вискозиметры высокого давления VISCOLab PVT (далее – вискозиметры), изготовленные фирмой «Cambridge Viscosity», США. Вискозиметры подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка вискозиметров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость обеспечивается посредством применения стандартных образцов утвержденного типа с аттестованными значениями динамической вязкости, прослеживаемых к ГЭТ 17-2018 «Государственному первичному эталону единиц динамической и кинематической вязкости жидкости» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 05.11.2019 г. № 2622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей».

1.3 В настоящей методике поверки реализован метод прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки вискозиметров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений динамической вязкости, мПа·с - поршень 0,2-2; - поршень 0,25-5; - поршень 0,5-10; - поршень 1-20; - поршень 2,5-50; - поршень 5-100; - поршень 10-200; - поршень 25-500; - поршень 50-1000; - поршень 100-2000; - поршень 250-5000; - поршень 500-10000	от 0,4 до 2,0 от 0,4 до 5,0 от 0,5 до 10,0 от 1,0 до 20,0 от 2,5 до 50,0 от 5,0 до 100 от 10,0 до 200 от 25,0 до 500 от 50 до 1000 от 100 до 2000 от 250 до 5000 от 500 до 10000
Пределы допускаемой приведенной к нормирующему значению погрешности измерений динамической вязкости ¹⁾ , %: - поршень 0,2-2; - поршень 0,25-5; - поршень 0,5-10; - поршень 1-20; - поршень 2,5-50; - поршень 5-100; - поршень 10-200; - поршень 25-500; - поршень 50-1000; - поршень 100-2000; - поршень 250-5000; - поршень 500-10000	±1,5 ±1,5 ±1,5 ±1,5 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0 ±1,0

¹⁾ - нормирующее значение (D_k , мПа·с) равно верхнему пределу измерений динамической вязкости для поршня

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»;
- Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;
- Приказ Росстандарта № 2622 от 05.11.2019 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей»;
- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 Для поверки вискозиметров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение приведенной к нормирующему значению погрешности измерений динамической вязкости и диапазона измерений динамической вязкости	да	да	11.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка вискозиметра 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, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца вискозиметра или лица, представившего вискозиметр на поверку, допускается проведение поверки в сокращенном объеме (для меньшего числа поршней в соответствии с комплектностью). Данную информацию приводят в сведениях о поверке в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: от +15 до +25;
- относительная влажность, %, не более: 95

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке вискозиметра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на вискозиметр.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 3:

Таблица 3 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Средства поверки, метрологические и технические требования к средствам поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 «Определение метрологических характеристик средства измерений»	Стандартный образец вязкости жидкости: интервал допускаемых аттестованных значений динамической вязкости: от 1,3 до 10300 мПа·с (при $T=20,00\pm 0,01$ °C), границы допускаемой относительной погрешности аттестованных значений $\pm 0,2$ %	ГСО 8586-2004 ГСО 8588-2004 ГСО 8589-2004 ГСО 8592-2004 ГСО 8594-2004 ГСО 8596-2004 ГСО 8597-2004 ГСО 8599-2004 ГСО 8602-2004 ГСО 8603-2004
Раздел 9 «Подготовка к поверке и опробование»	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 до плюс 40 °C с абсолютной погрешностью не более 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» 313, рег. № 22129-09

Примечание: в связи с тем, что большинство пластовых флюидов имеют динамическую вязкость ниже 100 мПа·с преимущественно применяются поршни, пригодные для работы в диапазоне измерений динамической вязкости от 0,4 до 100,0 мПа·с.

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующее свидетельство о поверке, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, а также стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 1.

6.4 При выборе стандартных образцов для первичной и периодической поверки, отличных от тех, что указаны в таблице 3 настоящей методики поверки, необходимо руководствоваться приложением А настоящей методики поверки.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида вискозиметра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений вискозиметра;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, отсутствие механических повреждений корпуса, крепления органов управления и чёткости маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре вискозиметра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или на результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства поверки

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра по таблице 3. Условия окружающей среды при проведении поверки должны соответствовать указанным в разделе 4 настоящей методики поверки.

9.2 В соответствии с рекомендациями РЭ проводят включение жидкостного термостата из комплекта поставки вискозиметра. При необходимости проводят настройку термостата в соответствии с рекомендациями РЭ.

9.3 Устанавливают поршень из комплекта вискозиметра в измерительную ячейку. В ПО вискозиметра выбирают «Choose Range» («Выбрать диапазон») и задают диапазон, соответствующий выбранному поршню.

9.3 При необходимости проводят градуировку вискозиметра по стандартным образцам с аттестованными значениями динамической вязкости (η , мПа·с) (далее – ГСО) в соответствии с рекомендациями РЭ.

9.4 При проведении поверки необходимо использовать ГСО 8586-2004 для поршня 0,2-2, для остальных поршней из комплекта поставки вискозиметра – не менее двух ГСО по п. 6 настоящей методики поверки, находящихся в диапазоне измерений выбранного поршня.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО вискозиметра следующим образом: во вкладке «Configuration» ПО выбрать раздел «About», далее в заголовке появившегося окна отобразится идентификационное наименование и номер версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	VISCOpvt Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже V1.5
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение приведенной к нормирующему значению погрешности измерений

динамической вязкости и диапазона измерений динамической вязкости

11.1.1 В предварительно очищенную и высушенную измерительную ячейку вискозиметра в соответствии с РЭ установить поршень из комплекта поставки. Поместить необходимое количество ГСО (таблица 3) в соответствии с РЭ в измерительную ячейку вискозиметра. ГСО выбирается таким образом чтобы аттестованное значение динамической вязкости в ГСО находилось в диапазоне измерений выбранного поршня (приложение А). Диапазоны измерений динамической вязкости каждого поршня приведены в таблице 1 и приложении А настоящей методики поверки.

11.1.2 Высоковязкие ГСО: РЭВ-100, РЭВ-200, РЭВ-1000, РЭВ-10000 (таблица 3) при необходимости подвергают предварительному вакуумированию для того, чтобы удалить из измерительной ячейки пузырьки воздуха. Вакуумирование проводят в соответствии с РЭ.

11.1.3 После достижения теплового равновесия в системе фиксируют не менее пяти результатов измерений динамической вязкости (η_{ij} , мПа·с, $i \geq 5$) в j -м ГСО (таблица 3) при температуре, при которой установлена его динамическая вязкость согласно паспорту. Режим автоматической температурной компенсации «Auto Adjust Bath Temperature» должен быть отключен. Значение температуры, при которой проводятся измерения, задается вручную в ПО вискозиметра во вкладке «Temperature Setpoint (°C)». Отклонение показаний температуры в ячейке вискозиметра от температуры, при которой установлено аттестованное значение ГСО не должно превышать $\pm 0,1$ °C.

Примечание: *Тепловое равновесие в системе при заданной температуре может достигаться более 4 часов.*

11.1.4 По завершению измерений измерительную ячейку промывают органическим растворителем. В качестве растворителя можно применять циклогексан или хлороформ. Растворитель подается в измерительную ячейку при помощи системы продувки газом в соответствии с РЭ.

11.1.5 Определение диапазона измерений динамической вязкости проводят одновременно с определением приведенной к нормирующему значению погрешности измерений динамической вязкости.

11.1.6 Процедуры, описанные в п. 11.1.1–11.1.5, повторяются для каждого поверяемого поршня из комплекта поставки вискозиметра.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по пп. 11.1.1-11.1.3 настоящей методики поверки рассчитать приведенную к нормирующему значению погрешность измерений динамической вязкости (γ_j , %) по формуле

$$\gamma_j = \frac{n_{ij} - A_j}{D} \cdot 100, \quad (1)$$

где D – нормирующее значение, равное верхнему пределу измерений выбранного поршня (таблица 1), мПа·с;

n_{ij} – i -ый результат измерений динамической вязкости j -ого стандартного образца, мПа·с;

A_j – аттестованное значение динамической вязкости j -го стандартного образца, мПа·с.

12.2 Полученные значения приведенной к нормирующему значению погрешности измерений динамической вязкости должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 За диапазон измерений принимают диапазон измерений динамической вязкости, приведенный в таблице 1, если полученные по формуле (1) значения удовлетворяют требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки вискозиметр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на вискозиметры не предусмотрено. Пломбирование вискозиметров не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки вискозиметр признают непригодным к применению.

13.5 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные количестве и наименовании поршней, которыми комплектуется вискозиметр.

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**



Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Таблица А.1 – Диапазоны измерений динамической вязкости поршней

Диапазоны измерений динамической вязкости поршней, мПа·с					
0,4-2	0,4-5	0,5-10	1-20	2,5-50	5-100
10-200	25-500	50-1000	100-2000	250-5000	500-10000

Таблица А.2 – Наименование ГСО, шифр ГСО, диапазоны аттестованных значений динамической вязкости в ГСО при разных температурах, применяемых при первичной и периодической поверке вискозиметров

Номер ГСО	Индекс ГСО	Интервалы аттестованных значений динамической вязкости при разных температурах, мПа·с				Границы относительной погрешности аттестованных значений, %
		(20,00±0,01) °С	(40,00±0,01) °С	(50,00±0,01) °С	(100,00±0,01) °С	
ГСО 8586-2004	РЭВ-2	1,3-1,8	-	-	-	0,2
ГСО 8587-2004	РЭВ-5	3,0-5,0	-	-	-	0,2
ГСО 8588-2004	РЭВ-10	7,0-10,0	-	-	-	0,2
ГСО 8589-2004	РЭВ-20	15,0-21,0	7,0-10,0	5,0-7,0	1,7-2,8	0,2
ГСО 8590-2004	РЭВ-30	23-31	8,8-12,5	6,0-10,0	2,0-3,0	0,2
ГСО 8591-2004	РЭВ-40	26-40	11,3-16,5	8,0-11,5	2,0-4,0	0,2
ГСО 8592-2004	РЭВ-60	46-79	15,5-24,0	11,0-17,0	3,0-5,0	0,2
ГСО 8593-2004	РЭВ-80	59,0-81,0	20,0-31,0	14,0-21,0	3,0-5,0	0,2
ГСО 8594-2004	РЭВ-100	73,0-104,0	24,0-37,0	15,5-24,0	3,6-5,6	0,2
ГСО 8595-2004	РЭВ-150	111-115	34,0-52,0	23,1-31,6	4,8-6,7	0,2
ГСО 8596-2004	РЭВ-200	148-204	44,7-66,0	27,2-41,8	5,40-8,10	0,2
ГСО 8597-2004	РЭВ-300	225-305	63,5-95,0	37,0-57,5	6,8-10,2	0,2
ГСО 8598-2004	РЭВ-600	452-612	115-173	68,0-102,0	10,0-15,0	0,2
ГСО 8599-2004	РЭВ-1000	757-1024	183-273	100-152	13,3-20,0	0,2
ГСО 8600-2004	РЭВ-2000	1510-2060	350-475	174-263	20,0-30,5	0,2
ГСО 8601-2004	РЭВ-4000	3026-4110	677-925	315-473	35,6-49,1	0,2
ГСО 8602-2004	РЭВ-6000	3030-6170	916-1377	408-625	42,4-61,3	0,2
ГСО 8603-2004	РЭВ-10000	7600-10300	1580-2023	740-1050	67,0-102,0	0,2