

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

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»
С.В. Медведевских
_____ 2018 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы температуры плавления МР
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 08-241-2018

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в марте 2018 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	13

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы температуры плавления МР Методика поверки	МП 08-241-2018
---	-----------------------

Дата введения в действие: март 2018 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы температуры плавления МР (далее – анализаторы) производства фирмы «Mettler-Toledo GmbH», Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов МР должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 8.558-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 2768-84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия

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			
3.1 Проверка абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2°С/мин с применением стандартных образцов	8.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0°С/мин с применением чистых веществ	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона измерений температуры	8.3.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- термометр сопротивления платиновый эталонный 3-го разряда малогабаритный ТСП-ОМ, диапазон измерений температуры от минус 40 до 420 °С по ГОСТ 8.558;
- измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05 05 с диапазоном измерения температуры в зависимости от R0: - R0=10 Ом (-200 - 962) °С; R0=50 Ом (-200 - 962) °С; R0=100 Ом (-200 - 500) °С и с абсолютной погрешностью измерения температуры в зависимости от R0: R0=10 Ом $\pm(0,015+10^{(-5)}*t)$ °С; R0=50 Ом $\pm(0,005+10^{(-5)}*t)$ °С; R0=100 Ом $\pm(0,004+10^{(-5)}*t)$ °С;
- стандартный образец температуры плавления бензофенона ГСО 7894-2001 с аттестованным значением температуры плавления в диапазоне от 47,6 до 48,6 °С и с погрешностью аттестованного значения $\pm 0,2$ °С;

- стандартный образец температуры плавления бензойной кислоты ГСО 7896-2001 с аттестованным значением температуры плавления от 122,1 до 122,9 °С и с погрешностью аттестованного значения $\pm 0,2$ °С;

- стандартный образец температуры плавления кофеина ГСО 7895-2001 с аттестованным значением температуры плавления в диапазоне от 235,0 до 237,0 °С и с погрешностью аттестованного значения $\pm 0,3$ °С;

- барометр-анероид метрологический БАММ-1 с диапазоном измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,2$ кПа;

- ацетон высшего сорта по ГОСТ 2768;

- этиленгликоль высшего сорта по ГОСТ 19710;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Условия проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 10 до 35 |
| - относительная влажность воздуха, (при $t = 31$ °С), %, не более | 80 |

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с РЭ.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении анализатора или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение	
	Модификации	MP55
Идентификационное наименование ПО	MP FW	MP FW
Номер версии ПО, не ниже	2.XX	2.XX
Цифровой идентификатор ПО	-	-


8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

8.3.1.1 Проверку абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления провести с использованием термометра сопротивления по п. 4.

Измерения проводят в пяти точках температурного диапазона анализатора, включая крайние точки диапазона измерений.

8.3.1.2 Поместить эталонный термометр в канал измерительной ячейки (эталонный термометр должен коснуться дна канала нагревательной ячейки) и в ручном режиме установить температуру нагрева анализатора согласно РЭ.

8.3.1.3 Войти в окно меню "Домашняя стр", нажать одну из кнопок "Home" , расположенных по обе стороны от сенсорного дисплея анализатора.


8.3.1.4 Активировать последовательно клавиши "Вручную"→"Ручной метод". В поле "Режим измерения" выбрать "Точка плавления", "Точка кипения", "Точка помутнения" или "Точка промежуточного плавления";

Ввести требуемые значения параметров:

- в поле "Нач. температура" ввести значение начальной температуры анализа ($T_i - 1$) °С;
- в поле "Время ожидания" ввести 80 секунд;
- в поле "Скорость нагрева" ввести 0,2 °С/мин при измерении температуры плавления и промежуточной температуры плавления; 1,0 °С/мин при измерении температуры кипения и температуры помутнения;
- в поле "Кон. Температура" ввести значение конечной температуры анализа ($T_i + 1$) °С.
- поле "Критерий окончания" оставить пустым;
- в поле "t (нзо)" ввести значение 0;
- в поле "После анализа" выбрать "Питание печи отключено";
- поле "Коммент. к методу" оставить пустым;
- поле "Печать отчета" оставить пустым.

8.3.1.5 Запустить созданный ручной метод, нажать кнопку "Старт", дождаться появления на сенсорном дисплее сообщения "Достигнута Т нач." и снять показания с измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05 05;

8.3.1.6 Нажать кнопку "Старт" еще раз для запуска, дождаться появления на сенсорном дисплее сообщения "Достигнута Т конеч." и снять показания эталонного термометра.

Во всех случаях для ввода числового значения необходимо пользоваться числовой клавиатурой, которая вызывается активированием кнопки .

8.3.1.7 Значение погрешности определить, как разность между средним значением температуры T нач. и T конеч., и средним из двух показаний эталонного термометра по формуле

$$\Delta_{ij} = \left| \bar{T}_{ij} - \bar{T}_{Aij} \right|, \quad (1)$$

где Δ_{ij} - абсолютная погрешность измерений в i -ой точке диапазона измерений j -ой температуры: температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин); промежуточной температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин); температуры кипения (скорость нагрева 1,0 °С/мин); температуры помутнения (скорость 1 °С/мин), °С;

\bar{T}_{ij} - среднее арифметическое значение между начальным и конечным измеренными значениями в i -ой точке диапазона измерений j -ой температуры, °С;

\bar{T}_{Aij} - среднее арифметическое значение двух измерений, выполненных с использованием термометра сопротивления и измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05 05 по п. 4, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерений температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин; в режиме измерений температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин; в режиме измерений промежуточной температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин; в режиме измерений температуры помутнения при скорости нагрева 1,0 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов

Проверку абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления провести с использованием стандартных образцов (далее ГСО) температуры плавления по п. 4.

8.3.2.1 Задать начальную температуру плавления и скорость нагрева 0,2 °С/мин, выполнить действия согласно требований РЭ.

8.3.2.2 Заполнить измерительную ячейку прибора первым образцом вещества ГСО 7894-2001, действовать в соответствии с РЭ.

8.3.2.3 Выполнить измерение температуры плавления анализатором, действовать в соответствии с РЭ не менее трех раз.

8.3.2.4 Повторить операции по пунктам 8.3.2.1 - 8.3.2.3 для ГСО 7896-2001 и ГСО 7895-2001.

8.3.2.5 Абсолютную погрешность в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин вычисляют как разность между измеренным значением и значением по данным паспорта на ГСО по формуле

$$\Delta_{ki,плав} = |T_{ki,плав} - T_{Ai,плав}|, \quad (2)$$

$\Delta_{ki,плав}$ - абсолютная погрешность в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин для i -го ГСО, °С;

$T_{ki,плав}$ - k -ое измеренное значение температуры плавления на анализаторе для i -го ГСО, °С;

$T_{Ai,плав}$ - аттестованное значение температуры плавления, указанное в паспорте для i -го ГСО, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин с применением чистых веществ

Проверку абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин провести с использованием чистых веществ по таблице 3.

Таблица 3 – Температуры кипения веществ при нормальном давлении 101325 Па¹

№ п/п	Вещество	Температура кипения, °С
1	Ацетон	56,2
2	Вода	100,0
3	Этиленгликоль	198,0

8.3.3.1 Задать начальную температуру плавления и скорость нагрева 1,0 °С/мин, выполнить действия согласно требований РЭ.

8.3.3.2 Заполнить измерительную ячейку анализатора первым образцом вещества по таблице 3, действовать в соответствии с РЭ.

8.3.3.3 Выполнить измерение температуры кипения анализатором, действовать в соответствии с РЭ не менее трех раз.

8.3.3.4 Повторить операции по пунктам 8.3.3.1 - 8.3.3.3 для других веществ по таблице 3.

8.3.3.5 Абсолютную погрешность в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин вычислить как разность между измеренным значением и значением по таблице 3 по формуле

$$\Delta_{i,кип} = |T_{ki,кип} - T_{Ai,кип}|, \quad (3)$$

$\Delta_{i,кип}$ - абсолютная погрешность в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин для *i*-го чистого вещества по таблице 3, °С;

$T_{ki,кип}$ - *k*-ое измеренное значение температуры кипения на анализаторе для *i*-го чистого вещества по таблице 3, °С;

$T_{Ai,кип}$ - значение температуры кипения для *i*-го чистого вещества¹, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

¹ Справочник. Физические величины /А.П. Бабичев, Н.А. Бабушкина, А.М. Братковский и др.; Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с. – ISBN 5-283-04013-5

Таблица 4 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики	
	MP55	MP80
Диапазон измерений температуры плавления, °С	от 25 до 300 включ.	от 25 до 350 включ.
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин, °С, в диапазоне: - от 25 до 200 °С включ. - св. 200 °С		± 0,2 ± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин, °С	-	± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре) при скорости нагрева 0,2°С/мин, °С		± 0,4
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры помутнения при скорости нагрева 1,0 °С/мин, °С	-	± 0,4

8.3.4 Если анализатор используется не во всех диапазонах измерений, допускается периодическую поверку проводить в одном или нескольких диапазонах измерений с указанием этих поддиапазонов измерений в свидетельстве о проверке. В этом случае поверку абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления провести в трех точках используемого поддиапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого поддиапазона измерений).

9 Оформление результатов поверки

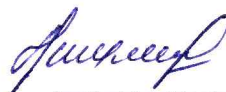
9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на переднюю панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик:

И. о. зам. зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы температуры плавления МР, модель _____, зав № _____
 Документ на поверку: МП 08-241-2018 «ГСИ. Анализаторы температуры плавления МР. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

Значение температуры по показаниям эталонного СИ, °С	№	Значение температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре) по показаниям анализатора, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре), °С	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре), °С
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			

Таблица А.2– Результаты проверки абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов

Аттестованное значение температуры плавления СО, °С	№	Значение температуры плавления по показаниям анализатора, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры плавления, °С	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры плавления, °С
	1			
	2			
	3			

Таблица А.3 – Результаты проверки абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин с применением чистых веществ

Аттестованное значение температуры кипения СО, °С	№	Значение температуры кипения по показаниям анализатора, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры кипения, °С	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры кипения, °С
	1			
	2			
	3			

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазонов измерений температуры плавления, кипения, помутнения, промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____