

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

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.Н. Пронин




Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИЕ DISCOVERY TMA

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0048-2021

Руководитель лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплофизических величин
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


Т.А. Коман

Старший научный сотрудник лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


Н.Ф. Пухов

Санкт-Петербург
2021 г.

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термомеханические Discovery TMA (далее – анализаторы), предназначенные для измерений абсолютных изменений линейных размеров образцов в условиях тепловых и механических нагрузок, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к ГПЭ единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел ГЭТ 24-2018, государственным первичным эталонам единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34-2020, единицы температуры-кельвина в диапазоне от 0,3 К до 273,16 К ГЭТ 35-2021.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

- непосредственное сличение - при поверке измерительного канала температуры,
- прямые измерения – при поверке измерительного канала абсолютного изменения линейных размеров образцов и измерении ТКЛР образцов.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Методикой поверки предусмотрена поверка отдельных измерительных каналов, так как измерительные каналы являются полностью независимыми. Информация о объемах проведенной поверки заносится в установленном законодательством РФ порядке.

2. Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа о поверке	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	да	да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да
Определение метрологических характеристик измерительных каналов (далее – ИК): - ИК абсолютного изменения линейных размеров образцов; - ИК ТКЛР образцов; - ИК температуры;	10.1	да	да +
	10.2	да +	+ да
	10.3	+ да	+ да

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При поверке допускается соблюдать следующие требования:

- температура воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 40 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 98,3 до 104,3.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.

4.1. К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к анализатору.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

Таблица 2

Номер пункта	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8, 9, 10	Персональный компьютер с терминальной программой.
10.1 и 10.2	Государственный рабочий эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в соответствии с «Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел от $0,01 \cdot 10^{-6}$ до $100 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне температуры от 90 до 3000 К», утвержденная приказом федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2663 от 14 декабря 2018 г.;
10.3	рабочий эталон 3-го разряда единицы температуры по ГОСТ 8.558-2009 – эталонный термометр сопротивления рабочий эталон 1-го разряда единицы температуры по ГОСТ 8.558-2009 – эталонный преобразователь термоэлектрический

5.1. Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны - действующие свидетельства об аттестации.

5.2. Допускается применение аналогичных средств поверки обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых пирометров с требуемой точностью.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки
- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
 - требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.
 - в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки достаточно одного специалиста.
7. Внешний осмотр средства измерений
- 7.1 Анализатор не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.
- 7.2 Соединения в разъемах питания анализатора должны быть надежными.
- 7.3 Маркировка анализатора должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.
- 7.4 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если анализатор не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка анализатора целая, соединения в разъемах питания анализатора надежные.
8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений
- 8.1 Проверить комплектность анализатора.
- 8.2 Проверить электропитание анализатора.
- 8.3 Подготовить к работе и включить анализатора согласно ЭД.
- 8.4 Опробование анализатора должно осуществляться в следующем порядке:
- 8.4.1 Включите анализатор и установите связь с ПК.
 - 8.4.2 Убедитесь, что измерительная информация поступает со всех измерительных каналов, сообщения о ошибках – отсутствуют.
 - 8.4.3 При поверке измеренные значения по соответствующим измерительным каналам фиксируются при помощи терминальной программы на ПК.
9. Проверка программного обеспечения средства измерений
- 9.1 Идентификация ПО осуществляется путем проверки номера версии ПО.
- 9.2 Номер версии встроенного ПО анализаторов отображается на ЖК дисплее прибора при его включении.

9.3 Номер версии ПО «TRIOS» отображается во вкладке «Instrument» меню «Options» пункт «Resources» вкладка «About TRIOS». Такой же номер версии ПО «TRIOS» отображается в верхней части главного окна программы.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений:

10.1 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений абсолютного изменения линейных размеров образцов производится с помощью государственного рабочего эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел – меры ТКЛР без механических нагрузок в следующем порядке:

10.1.1 В держатель анализатора необходимо установить меру ТКЛР.

10.1.2 Включить режим нагрева/охлаждения. Скорость изменения температуры не более 5 °С/мин.

10.1.3 Выполнить измерения линейных приращений меры во всем диапазоне меры в положительной и отрицательной температурной области через каждые 20 °С.

10.1.4 Действия по пп. 10.1.1 - 10.1.3 выполняются три раза.

10.1.5 По результатам трех измерений определяют среднее значение абсолютного удлинения меры и оценивают случайную составляющую погрешности измерений в выбранном интервале температуры.

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\lambda_i - \bar{\lambda})^2}{n-1}}$$

где: λ_i - результат i -го единичного измерения абсолютного удлинения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры,

$\bar{\lambda}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений абсолютного удлинения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры,

S - среднее квадратическое отклонение результатов единичных измерений абсолютного удлинения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры не должно превышать $\pm 0,001 \cdot L$ мм (где L – длина образца при температуре 20 °С в миллиметрах).

10.1.6 Операции по пп. 10.1.1-10.1.5 выполнить с использованием мер ТКЛР из кварцевого стекла марки КВ в диапазоне температуры от минус 150 °С до 800 °С, монокристаллического оксида алюминия в диапазоне температуры от минус 150 °С до 1000 °С и поликристаллического алюминия в диапазоне температуры от минус 150 °С до 400 °С.

10.1.7 Результаты поверки считаются удовлетворительными, если:

$$\gamma_{\lambda} = \frac{\lambda_m - \lambda_{cp}}{\lambda_m} \times 100 \leq \pm 1,0\%$$

где:

λ_m - значение линейного приращения меры для выбранного интервала температуры;

γ_{λ} - относительная погрешность измерений линейного приращения;

λ_{cp} - среднее арифметическое значение результатов измерений линейного приращения меры для выбранного интервала температуры.

10.2 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений теплового коэффициента линейного расширения (далее ТКЛР)

10.2.1 Абсолютную погрешность измерений ТКЛР вычисляют по формуле:

$$\gamma_{\Delta L} = \frac{\lambda_{cp} - L_{0,m}}{L_{0,m}} * \frac{1}{(T_{изм} - 20)} - \lambda_m$$

где:

λ_m - эталонное значение ТКЛР меры для интервала температуры (20± t_i)°С;

$\gamma_{\Delta L}$ - абсолютная погрешность измерений ТКЛР;

$\lambda_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений линейного приращения меры ТКЛР для интервала температуры $(20 \pm t_i)^{\circ}\text{C}$ (см. пункт 10.1.5);

L_{0M} – длина меры ТКЛР при температуре 20°C ;

$T_{\text{изм}}$ – температура меры ТКЛР.

10.2.2 Результаты поверки считаются удовлетворительными, если абсолютная погрешность измерений ТКЛР не превышает $\pm (1 \cdot 10^{-7} + 0,01 \cdot \alpha)$, где α – измеренное значение ТКЛР.

10.3 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры.

10.3.1 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от минус 150°C до плюс 600°C производится с помощью термометра сопротивления эталонного в следующем порядке:

10.3.1.1 Включить анализатор в режим охлаждения до минус 150°C с последующим нагревом до 600°C и зафиксировать показания анализатора ($T_{\text{изм}}$) и термометра сопротивления ($T_{\text{эт}}$) в контрольных точках минус 150°C , 0°C , плюс 150°C , плюс 300°C , и плюс 600°C .

10.3.1.2 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры Δ_i в каждой точке по формуле:

$$\Delta_i = T_{\text{изм}} - T_{\text{эт}} \quad (4),$$

где $T_{\text{изм}}$ – показание анализатора в контрольной точке;

$T_{\text{эт}}$ – показание эталонного СИ в контрольной точке;

Δ_i – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

10.3.1 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от 600°C до 1000°C производится с помощью эталонного преобразователя термоэлектрического (термопара) в следующем порядке:

10.3.2.1 Включить анализатор в режим нагрева 600°C и зафиксировать показания анализатора ($T_{\text{изм}}$) и термопары ($T_{\text{эт}}$) в контрольных точках 800°C и 1000°C .

10.3.2.2 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры Δ_i в каждой точке по формуле:

$$\Delta_i = T_{\text{изм}} - T_{\text{эт}} \quad (4),$$

где $T_{\text{изм}}$ – показание анализатора в контрольной точке;

$T_{\text{эт}}$ – показание эталонного СИ в контрольной точке;

Δ_i – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

10.3.3. Абсолютная погрешность измерений температуры Δ_i во всех контрольных точках не должна превышать $\pm 1,0^{\circ}\text{C}$.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений пп. 10.1.7, 10.2.2, 10.3.3 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.2 Сведения о результатах поверки анализаторов передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки при необходимости наносится на свидетельство о поверке и/или в формуляр.

12.3 Протокол оформляется по запросу.

12.4 В процессе поверки пломбировка не нарушается.