

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



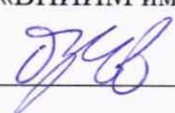
«20» апреля 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений  
АНАЛИЗАТОРЫ ДИНАМИЧЕСКИЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ DMA  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 2416-0047-2020

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  
2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы динамические механические DMA (далее – анализаторы), предназначенные для измерений изменений линейных размеров образцов из твердых, жидких и пастообразных материалов в условиях тепловых и механических нагрузок, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Методикой поверки предусмотрена периодическая поверка для меньшего числа измерительных каналов, с обязательным занесением данной информации в свидетельство о поверке.

## 1. Операции поверки

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа о поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	+	+
Опробование	6.2	+	+
Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	+	+
Определение метрологических характеристик при измерении линейных размеров	6.4	+	+
Определение метрологических характеристик при измерении температуры образцов	6.5	+	+
Определение метрологических характеристик при измерении нагрузки	6.6	+	+
Определение метрологических характеристик при измерении частоты *)	6.7	+	+

\*) Операция не выполняется для модификации DMA Discovery 850

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

## 2. Средства поверки

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	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
6.4	рабочий эталон 4-го разряда единицы длины по государственной поверочной схеме для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2840 от 29.12.2018 г. - меры длины концевые плоскопараллельные, класс точности 2
6.5	рабочий эталон 3-го разряда единицы температуры по ГОСТ 8.558-2009 – эталонный термометр сопротивления
6.6	рабочий эталон 3-го разряда единицы массы по государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29.12.2018 г. – гири класса точности $M_1$ ; рабочий эталон 2-го разряда единицы силы по государственной поверочной схеме для средств измерений силы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2498 от 22.10.2019 г. – динамометры
6.7	рабочий эталон 1 разряда единицы линейного ускорения по ГОСТ 8.577-2002 – эталонный акселерометр

2.1. Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны должны иметь действующее свидетельство об аттестации.

2.2. Допускается применение аналогичных средств поверки обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

3. Требования к квалификации поверителей и требования безопасности.

3.1. К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к анализаторам, а так же ЭД на эталоны и другие средства поверки.

3.2. При проведении поверки должны соблюдаться:

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.

4. Условия поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

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

5. Подготовка к поверке

5.1. Проверить комплектность анализатора.

5.2. Проверить электропитание анализатора.

5.3. Подготовить к работе и включить анализатор согласно ЭД. Перед началом поверки анализатор должен работать не менее 40 мин.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр

6.1.1. Анализатор не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.

6.1.2. Соединения в разъемах питания анализатор должны быть надежными.

6.1.3. Маркировка анализатор должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.

6.1.4. Результаты внешнего осмотра считают положительными, если анализатор не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка анализатор целая, соединения в разъемах питания датчика надежные.

6.1.5. Знак утверждения типа должен быть нанесен на титульный лист руководства по эксплуатации.

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование анализатора производится одновременно с определением метрологических характеристик.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.3.1. Идентификация ПО осуществляется путем проверки номера версии ПО.

6.3.2. Номер версии встроенного ПО анализаторов DMA Discovery 850 отображается на ЖК дисплее прибора при его включении.

6.3.3. 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.

6.3.4. Номер версии ПО «WinTest» анализаторов DMA Electroforce 3200/3300 отображается во вкладке «Tools» пункт «About WinTest».

6.4. Определение метрологических характеристик при измерении линейных размеров образцов.

6.4.1. В держатель образца анализатора установить меру длины концевую плоскопараллельную с номинальной длиной 1,000 мм.

6.4.2. Запустить процесс измерения длины меры.

6.4.3. После регистрации значения измеренной длины, не вынимая меру из держателя образца, принять это положения держателя за нулевое.

6.4.4. Извлечь меру с номинальной длиной 1,000 мм из держателя образца и установить в держатель меру с номинальной длиной 1,005 мм (для модификаций DMA Discovery 850) и 1,01 мм (для модификаций DMA Electroforce 3200 и DMA Electroforce 3300).

6.4.5. Запустить процесс измерения длины меры.

6.4.6. Извлечь меру из держателя образца, первоначальное положение держателя принять за нулевое и установить в держатель меру с номинальной длиной 25,0 мм (для модификаций DMA Discovery 850) и 35,0 мм (для модификаций DMA Electroforce 3200 и DMA Electroforce 3300).

6.4.7. Запустить процесс измерения длины меры.

6.4.8. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений линейных размеров образцов ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|L_{эм} - L_{изм}|}{L_{эм}} \times 100\% \quad (1), \text{ для мер с номинальной длиной 1,000 мм, 25,000 мм и 35,000 мм,}$$

$$\delta = \frac{|0,005 - L_{изм}|}{0,005} \times 100\% \quad (2), \text{ для меры с номинальной длиной 1,005 мм}$$

и

$$\delta = \frac{|0,01 - L_{изм}|}{0,01} \times 100\% \quad (3), \text{ для меры с номинальной длиной 1,01 мм}$$

где  $L_{ат}$  - значение длины меры длины концевой плоскопараллельной, приведенное в сертификате калибровки;

$L_{изм}$  - измеренное значение длины меры длины концевой плоскопараллельной.

Расхождения между измеренными значениями длин мер длины концевых плоскопараллельных, полученными в результате ее измерения на испытываемом анализаторе и данными в сертификате калибровки превышать  $\pm 3\%$ .

## 6.5 Определение метрологических характеристик при измерении температуры.

6.5.1 Включить анализатор в режим охлаждения до минус 150 °С с последующим нагревом до 600 °С и зафиксировать показания анализатора ( $T_{изм}$ ) и термометра сопротивления ( $T_{эт}$ ) в контрольных точках минус 150 °С, 0 °С, плюс 150 °С, плюс 300 °С, и плюс 600 °С (для модификаций DMA Discovery 850) или плюс 350 °С (для модификаций DMA Electroforce 3200 и DMA Electroforce 3300).

6.5.2. Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры  $\Delta i$  в каждой точке по формуле:

$$\Delta i = T_{изм} - T_{эт} \quad (4),$$

где  $T_{изм}$  - показание анализатора в контрольной точке;

$T_{эт}$  - показание термометра сопротивления в контрольной точке;

$\Delta i$  - абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

6.5.3. Расхождения между показаниями измерительной термопары анализатора и термометра сопротивления  $\Delta i$  во всех контрольных точках не должны превышать  $\pm 2,0$  °С.

## 6.6 Определение метрологических характеристик при измерении нагрузки

6.6.1. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений нагрузки для анализатора модификации DMA Discovery 850 в диапазоне измерений от 0,0005 Н до 10 Н производится следующем порядке:

6.6.1.1 Зафиксировать подвижную часть держателя образца и установить на неё гирю с номинальной массой 50 мг

6.6.1.2 Запустить процесс измерения зависимости положения подвижной части держателя образца от подаваемой на неё нагрузки.

6.6.1.3 Зарегистрировать нагрузку ( $F_{изм.}$ ), подаваемую на подвижную часть держателя образца в момент изменения положения держателя образца.

6.6.1.4 Выполнить действия по пп. 6.6.1.1 – 6.6.1.3 для гирь с номинальной массой 100 г и 500 г

6.6.1.5 По результатам всех измерений определить относительную погрешность измерений нагрузки ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|F_{гэт} - F_{изм}|}{F_{гэт}} \times 100\% \quad (5),$$

где  $F_{изм}$  – измеренное значение силы тяжести гири;  
 $F_{гэт}$  – значение силы тяжести гири, рассчитанное по формуле:

$$F_{гэт} = m_{эт} \cdot g \quad (6),$$

где  $m_{эт}$  значение массы гири, приведенное в свидетельстве о поверке гири;  
 $g$  – ускорение свободного падения.

Расхождения между измеренными значениями силы тяжести гири, полученными в результате ее измерения на поверяемом анализаторе и значениями, рассчитанными по формуле (5) не должны превышать  $\pm 3\%$ .

6.6.2. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений нагрузки для анализатора модификации DMA Discovery 850 в диапазоне измерений от 10 Н до 16 Н производится в следующем порядке:

6.6.2.1 Установить в держатель образца анализатора динамометр.

6.6.2.2 Подать на чувствительный элемент динамометра силу 10 Н.

6.6.2.3 Зарегистрировать значение силы, измеренное динамометром.

6.6.2.4 Выполнить действия по пп. 6.6.2.1 – 6.6.2.3 для силы 13 Н и 18 Н.

6.6.2.5 По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений нагрузки ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|F_{эт} - F_{изм}|}{F_{эт}} \times 100\% \quad (7),$$

где  $F_{эт}$  – значение силы, зафиксированное динамометром;

$F_{изм}$  – значение силы, приложенной анализатором на динамометр.

6.6.3 Анализатор считается выдержавшим испытание, если относительная погрешность измерений нагрузки не превышает  $\pm 3,0\%$ .

6.6.4 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений нагрузки для анализаторов модификации DMA Electroforce 3200 в диапазоне измерений от 0,001 Н до 10 Н и для анализаторов модификации DMA Electroforce 3300 в диапазоне измерений от 3 Н до 10 Н производится в следующем порядке:

6.6.4.1 Положить на чувствительную часть держателя образца гирию с номинальной массой 100 мг (для анализаторов модификации DMA Electroforce 3200) и 300 г (для анализаторов модификации DMA Electroforce 3300)

6.6.4.2 Запустить процесс измерения силы тяжести гири.

6.6.4.3 Выполнить действия по пп. 6.6.4.1 – 6.6.4.2 для гирь с номинальной массой 100 г и 500 г (для анализаторов модификации DMA Electroforce 3200) и 400 г и 500 г (для анализаторов модификации DMA Electroforce 3300)

6.6.4.4. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений нагрузки ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|F_{гэт} - F_{изм}|}{F_{гэт}} \times 100\% \quad (8),$$

где  $F_{изм}$  – измеренное значение силы тяжести гири;

$F_{гэт}$  – значение силы тяжести гири, рассчитанное по формуле:

$$F_{гэт} = m_{эт} \cdot g \quad (9),$$

где  $m_{эт}$  значение массы гири, приведенное в свидетельстве о поверке гири;  
 $g$  – ускорение свободного падения.

Расхождения между измеренными значениями силы тяжести гири, полученными в результате ее измерения на поверяемом анализаторе и значениями, рассчитанными по формуле (8) не должны превышать  $\pm 3\%$ .

6.6.5 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений нагрузки для анализаторов модификации DMA Electroforce 3200 и DMA Electroforce 3300 в диапазоне измерений от 10 Н до 500 Н (до 1000 Н для DMA Electroforce 3300) производится в следующем порядке:

6.6.5.1 Установить в держатель образца анализатора динамометр.

6.6.5.2 Подать на чувствительный элемент динамометра силу 10 Н.

6.6.5.3 Зарегистрировать значение силы, измеренное динамометром.

6.6.5.4 Выполнить действия по пп. 6.6.5.1 – 6.6.5.2 для силы 100 Н и 500 Н (1000 Н для DMA Electroforce 3300).

6.6.5.5 По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений нагрузки ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|F_{эт} - F_{изм}|}{F_{эт}} \times 100\% \quad (10),$$

где  $F_{эт}$  – значение силы, зафиксированное динамометром;

$F_{изм}$  – значение силы, приложенной анализатором на динамометр.

6.6.6 Расхождения между значениями нагрузки, заданной анализатором и показаниями динамометра не должны превышать  $\pm 3,0\%$ .

## 6.7 Определение метрологических характеристик при измерении частоты

Первичная и периодическая поверка осуществляется на месте эксплуатации в следующем порядке:

6.7.1. Диапазон измерений и относительную погрешность измерений частоты определяют в следующем порядке:

6.7.1.1. Зафиксировать в держателе образца эталонный акселерометр.

6.7.1.2. Подавать на подвижный элемент держателя образца анализатора частоту 1 Гц в амплитудой 20 мм в течении 10 секунд.

6.7.1.3. Зарегистрировать значения линейного ускорения эталонным акселерометром.

6.7.1.4. Используя специализированное ПО PowerGraph: <http://www.powergraph.ru>, выполнить Фурье преобразование, определить основную гармонику с максимальной амплитудой и для неё определить значение частоты колебания эталонного акселерометра.

6.7.1.5. Выполнить действия по пп. 6.7.1.2 – 6.7.1.4 для частот 1 Гц, 10 Гц и 100 Гц (для модификаций DMA Electroforce 3200) и 40 Гц (для модификаций DMA Electroforce 3300)

6.7.1.6. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений частоты ( $\delta$ ):

$$\delta = \frac{|v_{эт} - v_{изм}|}{v_{эт}} \times 100\% \quad (11),$$

где  $v_{эт}$  – значение частоты, зафиксированное эталонным акселерометром;

$v_{изм}$  – заданное значение частоты, воспроизводимое анализатором.

Расхождения между значениями частоты, заданной анализатором и показаниями эталонного акселерометра не должно превышать  $\pm 1\%$ .

## 7 Оформление результатов поверки

7.1 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство установленной формы.

7.2 Анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, к эксплуатации не допускается, и на него выдается извещение о непригодности установленной формы.

7.3 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.