

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

«30» марта 2015 г.



**ТЕРМОАНАЛИЗАТОРЫ ДИНАМИЧЕСКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ
МОДИФИКАЦИИ DMA 242С, DMA 242 D, DMA 242 E**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0029-2015

и.р. 61695-15

Руководитель отдела эталонов и
научных исследований в области термодинамики
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.И. Походун

Санкт-Петербург
2015 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее МП) термоанализаторов динамическо-механической модификации DMA 242 C, DMA 242 D, DMA 242 E (далее термоанализаторы), изготовленных фирмой «NETZSCH – Gerätebau GmbH», Германия.

1.2. Поверка проводится с целью определения пригодности термоанализаторов к дальнейшей эксплуатации, при наличии Паспорта термоанализатора, МП и свидетельства о последней поверке.

1.3. Первичная поверка термоанализаторов производится при вводе в эксплуатацию, после транспортировки и ремонта.

1.4. Периодическая поверка термоанализаторов проводится не реже одного раза в год.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

ПБП-115-88 Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов под давлением»

ПБ10-115-96 «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением»,

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования.

ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Термоанализаторы предназначены для измерения термодинамических характеристик веществ и материалов - температуры, температуры фазовых переходов и физико-химических реакций.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки термоанализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Операции поверки

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	9.1	да	да
Опробование. Идентификация программного обеспечения	9.2	да	да

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Определение абсолютной погрешности термоанализатора	9.3.	да	да

4.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2- Средства поверки

№ пункта методики поверки	Наименование средства поверки и его основные метрологические характеристики
9.3.	ГСО 2312-82/2315-82 СО температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ); ГСО 2312-82 (галлий), температура плавления 303,0 К, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,1 К; ГСО 2313-82 (индий), температура плавления 429,8 К, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,1 К; ГСО 2314-82 (олово), температура плавления 505,1 К, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,1 К; 2315-82 (цинк), температура плавления 692,7 К, абсолютная погрешность аттестованного значения 0,4 К;
9.3	Эталонный платиновый термометр сопротивления ЭТС 100 по ГОСТ 8.558-93
9.3	Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений -300..0...300 мВ предел допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm(5 \cdot 10^{-5} \cdot U + 2)$ мкВ

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке прибора допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ термоанализатора и имеющие опыт практической работы по проведению измерений на аналогичных установках.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 При подготовке и проведении работ по поверке должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019, «Правил ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей», ПБ10-115-96 «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов

под давлением», ПБП-115-88 «Правила безопасности при производстве и потреблении продуктов разделения воздуха»

7.2 Все подключения к термоанализатору производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают нормальные условия в соответствии с ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха: $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха: $(60 \pm 20) \%$;
- атмосферное давление: $101,3 \pm 3$ кПа.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Внешний осмотр.

9.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие термоанализатора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать технической документации на данную модификацию прибора;

- изделия, входящие в состав термоанализатора, не должны иметь механических повреждений;

Термоанализатор, не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

9.2 Опробование (Проверка функционирования термоанализатора)

9.2.1 При опробовании выполняют следующие операции:

проверяют работоспособность термоанализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него.

Для этого:

-убедитесь, что все составные части термоанализатора правильно соединены друг с другом;

-включите термостат и измерительный блок и дайте прогреться прибору 45 мин;

-включите на прогрев контроллер и компьютер за 30 мин. до начала опробования;

-запустите программу инициализации термоанализатора с персонального компьютера;

-выполните согласно инструкции по эксплуатации пробный опыт по определению теплоты плавления любого из четырех ГСО;

Если после опробования (инициализации термоанализатора) на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается успешной.

9.2.2 Идентификация программного обеспечения

9.2.2.1 Идентификация программного обеспечения (далее ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО анализатора, представленного на испытание, с идентификационным данным, приведенным в технической документации:

- Наименование ПО
- Идентификационное наименование ПО
- Номер версии (Идентификационный номер) ПО

Для определения номера версии ПО «NETZSCH-Proteus» выполняют следующую последовательность действий:

- 1) Из меню Start выбираем команду Run и набираем в появившемся окне "cmd" (без кавычек)
- 2) В появившемся окне командного интерпретатора вводим команду `cd "c:\Program Files\Proteus\DMA242.exe` и нажимаем Enter для запуска ПО «NETZSCH-Proteus»
- 3) В главном меню выбираем вкладку «Help» и далее пункт «About NETZSCH Proteus».

9.3 Определение абсолютной погрешности термоанализатора.

9.3.1. Определение абсолютной погрешности термоанализатора в диапазоне температуры от минус 170 °С до 20 °С

9.3.1.1 Абсолютную погрешность термоанализатора определяют с помощью эталонного платинового термометра сопротивления ЭТС 100 (далее термометр), который размещается таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары прибора. Выводы от термометра подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.1.2 Поместить в пробирку, находящуюся в сосуде с жидким азотом термометр и термопару термоанализатора и зафиксировать показания измерительной термопары термоанализатора ($T_{изм}$) и термометра ($T_{эт}$) в минус 170 °С и 0 °С.

9.3.1.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры в каждой точке по формуле:

$$\delta_t = T_{изм} - T_{эт}$$

где: $T_{изм}$ – измеренное значение температуры в контрольной точке, °С;

$T_{эт}$ – показания эталонного СИ в контрольной точке, °С;

δ_t – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке, °С.

9.3.2 Определение абсолютной погрешности термоанализатора в диапазоне температуры от 20 °С до 600 °С.

9.3.2.1 Абсолютную погрешность измерений определяют путем сравнения измеренного значения температуры плавления стандартного образца с его паспортным значением. Для этого в прибор поместить, упакованный в чашечку, стандартный образец ГСО 2312-82, и включить программу нагрева.

Зафиксировать температуру плавления стандартного образца.

9.3.2.2 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры δ_t по формуле:

$$\delta_t = T_i - T_n$$

где: T_n - паспортное значение температуры плавления стандартного образца, °С;

T_i - измеренное значение температуры плавления стандартного образца, °С.

9.3.2.3 Операции по пп. 9.3.2.1 - 9.3.2.2 произвести для стандартных образцов ГСО 2313-82, ГСО 2314-82 и ГСО 2315-82.

9.3.3 Термоанализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность δ_t для всех диапазонов измерений не превышает указанного в Технической документации на данный прибор.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1. Результаты поверки прибора вносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

10.2. Положительные результаты поверки термоанализатора оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на термоанализатор, или выдают свидетельство о поверке по ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»

10.3. При отрицательных результатах поверки термоанализатор к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Термоанализатор направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности с указанием причин по ПР 50.2.006-94. После ремонта термоанализатор подлежит повторной поверке.

Разработчик методики поверки:

Руководитель отдела эталонов и
научных исследований в области термодинамики
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.И. Походун

Младший научный сотрудник



Н.Ф. Пухов

Приложение Б
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

*Наименование прибора,
модель*

Заводской номер

Заказчик

Дата предыдущей поверки

Методика поверки

Средства поверки

*Условия проведения
поверки*

-температура окружающего воздуха, °С
-относительная влажность воздуха, %
-атмосферное давление, кПа
-напряжение питания, В
-частота сети, Гц

Результаты поверки

1. Результаты осмотра внешнего вида
2. Результаты опробования
3. Результаты проверки изоляции электрических цепей
4. Результаты определения абсолютной погрешности измерений температуры

№ ГСО	Паспортное значение температуры плавления		Результаты измерений, T_b , °С	Абсолютная погрешность измерений температуры δ_t , °С
	T_n , К	T_n , °С		

Дополнительная информация (*Состояние объекта поверки, сведения о ремонте,*

юстировке) _____
Поверитель _____ Ф.И.О. _____ подпись _____ Дата _____