



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»

А.Д. Меньшиков



"30" сентября 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**ПРИБОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТОЧКИ ПЛАВЛЕНИЯ
ПОРОШКООБРАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Методика поверки

РТ-МП-733-442-2021

г. Москва
2021 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на приборы для измерения точки плавления порошкообразных материалов (далее – приборы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого прибора к государственному первичному эталону ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С.

1.3 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого прибора к государственному первичному эталону единиц величин при выборе средств поверки необходимо соблюдать требования п.п. 5.3, 5.4 и 5.5.

1.4 В настоящей методике поверки используются методы:

- непосредственного сличения с эталонным средством поверки;
- прямых измерений на эталонном средстве поверки.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций поверки

Наименование операции	Номер раздела методики поверки	Необходимость выполнения 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 средства измерений	10		
- определение абсолютной погрешности измерений температуры в нагревателе прибора	10.1	Да	Да
- определение абсолютной погрешности измерений температуры плавления	10.2	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С от плюс 15 до плюс 25;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с эксплуатационной документацией на средства поверки и поверяемые приборы;
- обладающие необходимой квалификацией и допущенные к проведению поверки средств измерений в соответствии с действующими нормативными документами;

4.2 Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 2 – Средства поверки

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
	ГСО 11071-2018 Стандартный образец температуры плавления бензойной кислоты (СО С ₇ H ₆ O ₂)
	ГСО 7895-2001 Стандартный образец температуры плавления кофеина
	ГСО 11070-2018 Стандартный образец температуры плавления бензофенона (С ₆ H ₅ COOH)
	Датчик температуры КТХА, диапазон измерений температуры от +50 °С до +360 °С, класс допуска 1 по ГОСТ Р 8.585-2001, длина рабочей части не менее 500 мм, диаметр 1,1 ± 0,1 мм (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 57177-14) (далее – датчик температуры)
	Термопреобразователь сопротивления платиновый эталонный ПТСВ-12-3, диапазон измерений температуры от -50 до +450 °С, 3-й разряд по ГОСТ 8.558-2009, доверительные границы абсолютной погрешности измерений температуры при доверительной вероятности Р=0,95 не более ±0,04 °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 65421-16) (далее – эталонный термометр)
9	Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры преобразователями термоэлектрическими ±0,05 °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 19736-11) (далее – МИТ 8.15)
	Термостаты переливные прецизионные ТПП, диапазон воспроизведения температуры от +50 до +300 °С, нестабильность поддержания температуры не более ±0,01 °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 33744-07) (далее – термостат)
	Калибратор температуры JOFRA, модификация АТС-650В в комплекте с штатным платиновым термометром сопротивления углового типа, диапазон воспроизведения температуры от +50 до +650 °С, погрешность воспроизведения температуры ±0,11 °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 46576-11) (далее – калибратор температуры)
	Прибор комбинированный Testo 622, диапазон измерений температуры от минус 10 °С до плюс 60 °С, предел допускаемой погрешности измерений температуры Δt±0,4 °С, диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 95 %, предел допускаемой погрешности измерений относительной влажности ±3 %

5.2 Допускается применение других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими передачу единицы величины поверяемому средству измерений с требуемой точностью.

5.3 Средства измерений, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа и иметь действующую поверку.

5.4 Эталоны единиц величин, используемые при поверке, должны быть утверждены и иметь действующую аттестацию в соответствии с Положением об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений,

утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 23 сентября 2010 г. № 734.

5.5 Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа с действующим (не истекшим) сроком годности.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать:

– общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;

– правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– указания по технике безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на средства поверки.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре прибора проверяется:

– соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа и эксплуатационной документации на приборы;

– отсутствие видимых повреждений корпуса прибора, которые могут повлиять на метрологические характеристики или отсчет результатов измерений;

– наличие серийного/заводского номера, имеющего цифровое обозначение.

Приборы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Приборы должны предварительно выдерживаться в нерабочем состоянии при температуре окружающего воздуха, указанной в п. 3, не менее двух часов.

8.2 Подготовку прибора и стандартных образцов к работе проводить в соответствии с эксплуатационной документацией на них.

8.3 Перед выполнением п.10.1 настоящей методики поверки необходимо предварительно определить значения поправок (провести индивидуальную градуировку) на датчик температуры (далее – ДТ), с помощью которого будет проводиться проверка абсолютной погрешности измерений температуры в нагревателе прибора.

8.3.1 Поправку определять в следующих контрольных точках:

- плюс 50 °С;
- плюс 200 °С;
- плюс 300 °С;
- плюс 360 °С.

8.3.2 В случае применения ДТ, удовлетворяющего требованиям Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры, при передаче единицы величины к поверяемому прибору, поправку допускается не определять.

8.3.3 Значение поправки $\Delta_{\text{дт}}$, °С, рассчитывать по формуле:

$$\Delta_{\text{дт}} = t_{\text{эт}} - \bar{t}_{\text{дт}}, \quad (1)$$

где $\bar{t}_{\text{дт}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений ДТ, °С;

$t_{\text{эт}}$ – эталонное значение температуры, °С.

8.3.4 Значение поправки на датчик температуры ДТ определять:

8.3.4.1 Методом непосредственного сличения с эталонным термометром в термостате (рекомендуется в точках плюс 50 °С и плюс 200 °С). За эталонное значение температуры в данном случае принимать результат измерений эталонного термометра. Погружение эталонного термометра и ДТ в термостат осуществлять таким образом, чтобы их чувствительные элементы находились в максимальной близости друг к другу. Отсчет результатов измерений эталонного термометра и ДТ производить после выхода термостата на установленное значение температуры и стабилизации их показаний.

8.3.4.2 Методом непосредственных измерений в калибраторе температуры (рекомендуется в точках плюс 300 °С и 360 °С). За эталонное значение температуры в данном случае принимать результат измерений калибратора температуры. Установку ДТ в калибратор температуры производить в соответствии с его эксплуатационной документацией. Отсчет результатов измерений ДТ проводить после выхода калибратора на установленное значение температуры и стабилизации его показаний.

8.3.5 Свободные концы ДТ подключать к медным проводам, гидроизолировать и термостатировать в сосуде Дьюара с льдо-водяной смесью. Медные провода подключать к МИТ 8.15. Компенсацию свободных концов в МИТ 8.15 не подключать.

8.3.6 Отсчет показаний МИТ 8.15 проводят с экрана ПК, с не менее чем 3 знаками после запятой. В каждой контрольной точке выполнять не менее 10 измерений ДТ. За результат измерений $\bar{t}_{\text{ДТ}}$, °С, принять среднее арифметическое значение.

8.3.7 Доверительные границы погрешности при нанесении поправки в каждой контрольной точке рассчитывать в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 «ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

8.3.7.1 При определении поправки методом непосредственного сличения с эталонным термометром в термостате учитывать следующие источники неисключенной систематической погрешности:

- доверительные границы абсолютной погрешности эталонного термометра;
- нестабильность поддержания температуры в термостате;
- неравномерность температурного поля в рабочей зоне термостата (при расположении чувствительных элементов эталонного термометра и ДТ в термостате на расстоянии менее 1 см допускается не учитывать);
- погрешность измерений температуры преобразователями термоэлектрическими на МИТ 8.15.

8.3.7.2 При определении поправки методом непосредственных измерений в калибраторе температуры учитывать следующие источники неисключенной систематической погрешности:

- погрешность воспроизведения температуры в калибраторе температуры;
- погрешность измерений температуры преобразователями термоэлектрическими на МИТ 8.15.

8.4 При опробовании приборов проверить:

- работоспособность органов управления и регулирования – нажатие кнопок, отображение информации и подсветки экрана прибора;
- корректное отображение результата измерений температуры.

Результат поверки считать отрицательным в случае неработоспособности прибора или отсутствия результата измерений температуры при включении прибора.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Идентификация версии ПО проводится при включении прибор – в момент загрузки версия ПО отображается на экране.

9.2 Результат проверки считать положительным, если версия ПО соответствует указанной в описании типа на поверяемый прибор.

9.3 В случае несоответствия версии ПО дальнейшую поверку не проводить.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в нагревателе прибора

10.1.1 Абсолютную погрешность измерений температуры в нагревателе определять методом сличения результатов измерений прибора и ДТ (п. 8.3) в следующих контрольных точках:

- плюс 50 °С;
- плюс 200 °С;
- плюс 300 °С или плюс 360 °С (в зависимости от диапазона работы поверяемого прибора).

10.1.2 ДТ разместить в адаптере нагревателя прибора вместо капиллярной трубки.

10.1.3 Свободные концы ДТ подключить к медным проводам, гидроизолировать и термостатировать в сосуде Дьюара с льдо-водяной смесью. Медные провода подключить к МИТ 8.15. Компенсацию свободных концов в МИТ 8.15 не подключать. Для считывания показаний МИТ 8.15 подключить к ПК.

10.1.4 Задать на поверяемом приборе выбранную контрольную точку. После подачи прибором звукового сигнала зарегистрировать два показания МИТ 8.15 с экрана ПК, с не менее чем 3 знаками после запятой. Рассчитать среднее арифметическое значение. Повторить измерения еще один раз.

Обработку результатов измерений выполнить в соответствии с п. 11.1.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры плавления

10.2.1 Определение выполнить методом прямых измерений на любом государственном стандартном образце (ГСО) температуры плавления, указанном в п. 5. Измерения температуры плавления ГСО проводить в соответствии с эксплуатационной документацией на прибор. Скорость нагрева установить минимально возможную.

10.2.2 Обработку результатов измерений выполнить в соответствии с п. 11.2.

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в нагревателе прибора

11.1.1 По результатам, полученным в п. 10.1, для каждой контрольной точки вычислить абсолютную погрешность измерений температуры $\Delta t_{\text{изм}}$, °С, по формуле:

$$\Delta t_{\text{изм}} = t_{\text{изм}} - t_{\text{дт}} + \Delta_{\text{дт}}, \quad (2)$$

где $t_{\text{изм}}$ – измеренное значение температуры с помощью поверяемого прибора, °С;

$t_{\text{дт}}$ – среднее арифметическое значение температуры, измеренное с помощью ДТ, п. 10.1.4, °С;

$\Delta_{\text{дт}}$ – значение поправки в контрольной точке ДТ, полученное в соответствии с п. 8.3, °С

11.1.2 Результаты считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры, рассчитанные по формуле (2), не превышают предельных допускаемых значений, указанных в описании типа, для всех контрольных точек, указанных в п. 10.1.1.

11.1.3 При получении отрицательных результатов обработки измерений повторяют действия по п. 10.1.4 еще три раза и проводят их обработку согласно п. 11.1.

11.1.4 В случае проведения дополнительных измерений согласно п. 11.1.3 результаты считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры, рассчитанные по формуле (2) для каждого измерения, не превышают предельных допускаемых значений, указанных в описании типа, для всех контрольных точек, указанных в п. 10.1.1.

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры плавления

11.2.1 По результатам, полученным в п. 10.2, вычислить абсолютную погрешность измерений температуры плавления $\Delta t_{\text{пл}}$, °С, по формуле:

$$\Delta t_{\text{пл}} = t_{\text{изм}} - t_{\text{ГСО}}, \quad (3)$$

где $t_{\text{ГСО}}$ – температура плавления ГСО в соответствии с паспортом, °С.

11.2.2 Сравнить полученный по формуле (3) результат с допусκαемым значением по формуле:

$$\Delta t_{\text{пл}} \leq 1,1 \cdot \sqrt{\Delta_{\text{доп}}^2 + \Delta_{\text{ГСО}}^2}, \quad (4)$$

где $\Delta_{\text{доп}}$ – допускаяемая абсолютная погрешность измерений температуры поверяемого прибора, °С;

$\Delta_{\text{ГСО}}$ – границы допускаяемой погрешности аттестованного значения температуры плавления в соответствии с описанием типа на ГСО, °С.

11.2.3 Результат считать положительным, если значение абсолютной погрешности измерений температуры, рассчитанное по формуле (3), удовлетворяет требованию формулы (4).

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.2 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

12.3 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

12.4 Требования к оформлению протокола поверки не предъявляются.

Начальник лаборатории № 442



Д.А. Подобрянский