

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



ДИРЕКТОРА
К.В. Гоголинский

11.05.2016
«01» июня 2016 г.

Дилатометры модификации

DIL801, DIL802, DIL803, DIL801L, DIL802L, DIL803L

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0031-2016

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

А.И. Походун

Санкт-Петербург
2016 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее МП) дилатометров модификации DIL801, DIL802, DIL803, DIL801L, DIL802L, DIL803L (далее дилатометры), изготовленных фирмой «TA Instruments», США.

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

1.3. Первичная поверка дилатометров производится при вводе в эксплуатацию и после ремонта.

1.4. Периодическая поверка дилатометров 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.

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Дилатометры предназначены для измерения температуры, абсолютного удлинения и теплового коэффициента линейного расширения (ТКЛР) образцов из твердых и пастообразных материалов в условиях тепловых нагрузок в диапазоне температуры от минус 160 °С до 2300 °С.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки дилатометров 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
Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений температуры	9.3.	да	да*)

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений абсолютного удлинения	9.4	да	да*)
Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений ТКЛР	9.5	да	да*)

*)Операция проводится по заявке заказчика поверки

Допускается поверка в более узком диапазоне измерений в соответствии с заявкой заказчика поверки с обязательным указанием проверенного диапазона в свидетельстве о поверке согласно приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» от 02.07.2015 г. (зарегистрирован в Минюсте России 4 сентября 2015 г. № 38822).

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.	Преобразователь термоэлектрический платинородий- платиновый типа ППО рабочий эталон первого разряда по ГОСТ 8.558-2009
9.3	Преобразователь термоэлектрический платинородий- платинородиевый типа ПРО рабочий эталон первого разряда по ГОСТ 8.558-2009
9.3	Эталонные термометры сопротивления ЭТС 100, рабочие эталоны 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009
9.3	Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений -300.....300 мВ предел допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm(5 \cdot 10^{-5} \cdot U + 2)$ мкВ
9.3	Пирометр инфракрасный модели IS 12 рабочий эталон первого разряда по ГОСТ 8.558-2009
9.4 и 9.5	Государственный рабочий эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне от $0,05 \times 10^{-6}$ до $27,00 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ в диапазоне температуры от 90 до 2800 К (Номер в гос реестре 3.1.ZZB.0158.2016).

Все применяемые средства поверки должны быть поверены или аттестованы в качестве государственных эталонов 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 дилатометра и допущенные к работе в качестве поверителей СИ в области теплофизики.

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», Приказа Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № от 25 марта 2014 года N 116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением».

7.2. Все подключения к анализатору производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

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

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Внешний осмотр.

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

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

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

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

9.2 Опробование (Проверка функционирования дилатометра)

9.2.1 При опробовании выполняют следующие операции:

проверяют работоспособность дилатометра в соответствии с эксплуатационной документацией на него.

Для этого:

- убедитесь, что все составные части дилатометра 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 дилатометра с персонального компьютера;

- выполните согласно инструкции по эксплуатации пробный опыт по определению ТКЛР при непрерывном нагреве до $400 \text{ }^\circ\text{C}$ любого из четырех рабочих эталонов 2-го разряда – меры температурного коэффициента линейного расширения;

Если после опробования (инициализации дилатометра) 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 дилатометра, 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 «WinTA 10.0» 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\WinTA100\WinTA100.exe"` и нажимаем Enter для запуска ПО «WinTa 10.0»
- 3) В главном меню выбираем вкладку «Info».

9.3 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений температуры.

9.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от минус 160 °С до 300 °С.

9.3.1.1 Абсолютную погрешность дилатометра определяют с помощью эталонных термометров сопротивления ЭТС 100 по ГОСТ 8.558-2009 (далее термометры), которые размещаются таким образом, что бы их чувствительные элементы находились как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары дилатометра. Выводы от термометров подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.1.2 Включить дилатометр в режим охлаждения и зафиксировать показания измерительной термопары дилатометра ($T_{изм}$) и эталонного термометра ($T_{эт}$) в контрольных точках минус 160 °С, минус 100 °С, минус 60 °С, минус 20 °С, 20 °С, 100 °С и 300 °С.

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

$$\delta_i = T_{изм} - T_{эт} \quad (1)$$

где: $T_{изм}$ – показание измерительной термопары анализатора в контрольной точке;

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

γ_t – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от 300 °С до 1500 °С

9.3.2.1 Абсолютную погрешность измерений температуры определяют с помощью преобразователей термоэлектрических платиnorodий-платинового эталонного первого разряда типа ППО (далее термопара типа ППО) и платиnorodий-платиnorodиевый рабочего эталона первого разряда типа ПРО (далее термопара типа ПРО), которые размещаются в рабочей камере дилатометра, таким образом, что бы их чувствительные элементы находились как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары дилатометра. Выводы от термопар типа ППО и типа ПРО подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.2.2 Включить dilatometer в режим нагрева и зафиксировать показания измерительной термопары dilatometer ($T_{изм}$) и термопары типа ППО ($T_{эт}$) в контрольных точках 500 °С, 700 °С, 900 °С, 1100 °С и 1500 °С.

9.3.2.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры δ_i в каждой точке по формуле:

$$\delta_i = T_{изм} - T_{эт} \quad (1)$$

где: $T_{изм}$ – показание измерительной термопары анализатора в контрольной точке;

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

γ_t – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.3 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от 1500 °С до 2300 °С

9.3.3.1 Абсолютную погрешность измерений температуры определяют с помощью пирометра инфракрасного модели IS 12 (далее эталонный пирометр), который размещается как можно ближе к измерительному пирометру dilatometer.

9.3.3.2 Включить dilatometer в режим нагрева и зафиксировать показания измерительного пирометра dilatometer ($T_{изм}$) и эталонного пирометра ($T_{эт}$) в контрольных точках 1700 °С, 1900 °С, 2100 °С и 2300 °С.

9.3.3.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры δ_i в каждой точке по формуле:

$$\delta_i = T_{изм} - T_{эт} \quad (1)$$

где: $T_{изм}$ – показание измерительной термопары анализатора в контрольной точке;

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

γ_t – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.4 Dilatometer считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений температуры δ_i во всех контрольных точках не превышает $\pm 3,0$ °С

9.4 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений абсолютного удлинения

9.4.1 Относительную погрешность измерений абсолютного удлинения определяют с помощью государственного рабочего эталона единицы ТКЛР - меры температурного коэффициента линейного расширения (далее мера ТКЛР) без механических нагрузок.

9.4.2 В dilatometer установить меру ТКЛР.

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

9.4.4 Выполнить измерения абсолютного удлинения меры ТКЛР во всем диапазоне меры через каждые 20 °С.

9.4.5 Действия по пп. 9.4.3-9.4.4 выполняются три раза.

9.4.6 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).

9.4.7 Операции по пп. 9.4.2-9.4.6 выполнить с использованием любых двух мер ТКЛР в соответствующем для данной меры ТКЛР диапазоне температуры.

9.4.8 Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если:

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

где:

λ_m - значение изменения абсолютного удлинения меры для выбранного интервала температуры, приведенное в свидетельстве о поверке меры;

γ_{λ} - относительная погрешность измерений абсолютного удлинения;

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

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

9.5.1 Абсолютную погрешность измерений ТКЛР вычисляют по формуле:

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

где:

λ_m - значение ТКЛР меры для интервала температуры (20± t_i) °С, приведенное в свидетельстве о поверке меры;

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

$\Delta L_{изм}$ - измеренное абсолютное удлинение меры ТКЛР для интервала температуры (20± t_i) °С (см. пункт 9.4);

$L_{0,m}$ – длина меры ТКЛР при температуре 20 °С;

9.5.2 Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если абсолютная погрешность измерений ТКЛР не превышает $\pm 3 \cdot 10^{-7} \cdot K^{-1}$.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

10.2. Положительные результаты поверки дилатометра оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на дилатометр, или выдают свидетельство о поверке согласно приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» от 02.07.2015 г. (зарегистрирован в Минюсте России 4 сентября 2015 г. № 38822).

10.3. При отрицательных результатах поверки дилатометр к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Дилатометр направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности с указанием причин согласно приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» от 02.07.2015 г. (зарегистрирован в Минюсте России 4 сентября 2015 г. № 38822). После ремонта дилатометр подлежит повторной поверке.

10.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в виде голографической наклейки и (или) оттиска поверительного клейма.

Разработчик методики поверки:

Руководитель лаборатории эталонов и
научных исследований в области дилатометрии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Т.А. Компан

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

Заданная температура, °С	$T_{эт}$ °С	$T_{изм}$ °С	Абсолютная погрешность измерений δ_i , °С

5. Результаты определения относительной погрешности измерений абсолютного удлинения

Температура t_i , °C	Действительное значение абсолютного удлинения меры в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °C, $\lambda \times 10^{-6}$, м	Измеренное значение абсолютного удлинения меры в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °C, $\lambda \times 10^{-6}$, м				Относительная погрешность абсолютного удлинения
		1 определение	2 определение	3 определение	среднее	

6. результаты определения абсолютной погрешности измерений ТКЛР

Температура t_i , °C	Действительное значение ТКЛР меры в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °C, $\lambda \times 10^{-6}$, м	Измеренное значение ТКЛР в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °C, $\lambda \times 10^{-6}$, м				Абсолютная погрешность измерений ТКЛР
		1 определение	2 определение	3 определение	среднее	

Дополнительная информация (Состояние объекта поверки, сведения о ремонте,

юстировке) _____

Поверитель _____ Дата _____

Ф.И.О.

подпись