

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



К.В. Гоголинский

августа 2016 г.

**Дилатометры горизонтальные с толкателем DIL 402 Expedis,
модификации DIL 402 Expedis Classic,
DIL 402 Expedis Select, DIL 402 Expedis Supreme**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0036-2016

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 горизонтальных с толкателем DIL 402 Expedis модификаций DIL 402 Expedis Classic, DIL 402 Expedis Select, DIL 402 Expedis Supreme (далее дилатометры), изготовленных фирмой «NETZSCH-Geratebau», Германия.

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

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

1.4. Интервал между поверками – 1 год.

1.5. Поверка образца СИ проводится в диапазоне работы СИ в соответствии с комплектацией или ограниченном диапазоне температуры и ограниченном диапазоне температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) в соответствии с условиями проводимых измерений.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.018-2007 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне температуры от 90 до 1800 К.

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

ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.

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

Приказ Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Ростехнадзора от 25.03.2014 № 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».

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1. Дилатометры предназначены для измерений линейных приращений и ТКЛР твердых, пастообразных, порошкообразных и жидких материалов.

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 относительной погрешности измерений линейных приращений	9.3	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений ТКЛР	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 эталонов и СИ и их основные метрологические характеристики
9.3	Государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZB.0158.2016. ¹⁾

¹⁾ Перечень мер ТКЛР, из состава государственного рабочего эталона 3.1.ZZB.0158.2016, применяемых при поверке, приведен в приложении А.

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке, рабочие эталоны должны быть аттестованы.

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 теплофизических и температурных измерений.

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 Ростехнадзора от 25.03.2014 № 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 дилатометру производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха (60 ± 20) %;
- атмосферное давление (101,3 ± 3) 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 и других дефектов, влияющих на эксплуатационные свойства дилатометра.

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

9.2. Опробование (Проверка функционирования дилатометра).

9.2.1. При опробовании 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 минут;
- включите на прогрев компьютер за 30 минут до начала опробования;
- запустите программу инициализации дилатометра с персонального компьютера.

Если после опробования (инициализации дилатометра) на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается выполненной успешно.

9.2.2. Идентификация программного обеспечения.

9.2.2.1. Идентификация программного обеспечения (далее ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО дилатометра с идентификационным данным, приведенным в технической документации:

- наименование ПО;
- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.

Для определения номера версии ПО «Proteus (EPROM)» выполняют следующую последовательность действий:

- 1) для запуска ПО «Proteus (EPROM)» открыть файл DIL 402SE on USBc 1;
- 2) в главном меню выбрать вкладку «Help», пункт «About» и считать номер версии ПО.

Результаты поверки считают положительными, если номер версии не ниже 7.1.0.

9.3. Относительную погрешность измерений линейных приращений и абсолютную погрешность измерений ТКЛР определяют одновременно с помощью Государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZV.0158.2016 – мер ТКЛР без механических нагрузок.

9.3.1. В держатель дилатометра необходимо установить одну из мер ТКЛР со значением ТКЛР наиболее близким к значению ТКЛР держателя образца.

9.3.2. Включить режим нагрева/охлаждения. Скорость изменения температуры не более 0,5 °С/мин.

9.3.3. Выполнить измерения линейных приращений и ТКЛР меры в положительной и отрицательной температурной области через каждые 20 °С.

9.3.4. Действия по пп. 9.3.2-9.3.3 выполняются три раза.

9.3.5. По результатам измерений определяют для усредненных значений:

1) относительную погрешность измерений линейных приращений (δ), для каждого выбранного интервала температуры:

$$\delta = \frac{|\delta_{\text{изм}} - \delta_{\text{зм}}|}{\delta_{\text{зм}}} \times 100 \% ,$$

где $\delta_{\text{эт}}$ – эталонное значение линейных приращений меры ТКЛР для выбранного интервала температуры;

$\delta_{\text{изм}}$ – измеренное значение линейных приращений эталонной меры ТКЛР для выбранного интервала температуры.

Расхождения между измеренным значением линейного приращения эталонной меры, полученными в результате ее измерения на испытываемом dilatометре, и данными свидетельства о поверке данной меры для рекомендуемых интервалов температур не должны превышать $\pm 5\%$.

2) абсолютную погрешность измерений ТКЛР (Δ), для каждого выбранного интервала температуры:

$$\Delta = \alpha_{\text{изм}} - \alpha$$

где α – эталонное значение ТКЛР меры ТКЛР для выбранного интервала температуры, приведенное в свидетельстве о поверке меры;

$\alpha_{\text{изм}}$ – измеренное значение ТКЛР меры ТКЛР для выбранного интервала температуры.

Расхождения между измеренным значением ТКЛР меры ТКЛР, полученными в результате ее измерения на испытываемом dilatометре, и данными свидетельства о поверке данной меры для рекомендуемых интервалов температур не должны превышать $\pm (1 \cdot 10^{-7} + 0,01 \cdot \alpha_{\text{изм}}) \text{ K}^{-1}$.

9.3.6. Операции по пп. 9.3.1 - 9.3.5 выполнить с использованием другой меры ТКЛР (значение ТКЛР которой наиболее близко в измеряемому ТКЛР на данном dilatометре) из состава Государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZB.0158.2016 в диапазоне температуры в соответствии с комплектацией dilatометра.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

10.2. Положительные результаты поверки dilatометра оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на корпус dilatометра, или выдают свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

10.3. При отрицательных результатах поверки dilatометр к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Dilatометр направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке». После ремонта dilatометр подлежит первичной поверке.

10.4. Знак утверждения типа наносится на титульный лист Руководство по эксплуатации типографским способом и на корпус dilatометра любым способом, обеспечивающим сохранность знака утверждения типа в течение всего срока службы dilatометра.

Разработчик методики поверки:

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

 Т.А. Компан

Младший научный сотрудник

 Н.Ф. Пухов

Приложение А
(обязательное)Перечень мер ТКЛР, из состава государственного рабочего эталона 3.1.ZZB.0158.2016,
применяемых при поверке

Меры ТКЛР	Диапазон воспроизводимых значений ТКЛР, $\alpha \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$	Диапазон рабочей температуры, К	$*\delta \cdot 10^8, \text{ K}^{-1}$
мера ТКЛР из кварцевого стекла марки КВ	0,5÷0,6	90÷1100	3,0
мера ТКЛР из кварцевого стекла марки КУ	0,01÷0,59	90÷1000	2,8
мера ТКЛР из молибдена	4,0÷8,2	90÷2700	4,0÷30
мера ТКЛР из поликристаллической меди	14÷17	90÷400	9,6
мера ТКЛР из сплава «ПИРОС»	13÷16,5	300÷1100	9,2
мера ТКЛР из поликристаллического алюминия	18÷27	90÷700	10,0
мера ТКЛР из монокристаллического оксида алюминия	3÷9,5	90÷1800	3,0÷10,5
мера ТКЛР из сплава «интерметаллид (Ni3Al)»	12÷16,5	300÷1400	11,5÷ 23,5
мера ТКЛР из кремния монокристаллического	2,6÷3,6	300÷1100	3,0
¹⁾ * δ - допускаемые значения доверительных границ абсолютной погрешности государственного эталона, в стоградусном интервале температуры при трех независимых измерениях, при доверительной вероятности $P=0,95$			

**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 определения абсолютной погрешности измерений ТКЛР

Результаты измерений $\alpha_{эт., K^{-1}}$	Результаты измерений, α_i, K^{-1}	Абсолютная погрешность измерений температуры Δ_i, K^{-1}

4. Результаты определения относительной погрешности измерений линейных приращений

Результаты измерений $L_{эт., мм}$	Результаты измерений, $L_i, мм$	Относительная погрешность измерений линейных приращений $\delta_i, %$

Дополнительная информация _____

Поверитель _____ Дата _____

ф.и.о.

подпись