

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



В.С. Александров

«25» ноября 2005 г.

АНАЛИЗАТОРЫ ТЕРМИЧЕСКИЕ УНИВЕРСАЛЬНЫЕ МОДЕЛЕЙ SETSYS EVOLUTION, LABSYS И LINE 96

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ МП 2416-004-2005

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

А.Н. Походун

Санкт-Петербург

2005

№ п/п	Наименование операции	Средства поверки	
		Имя	Средство поверки
1	Проверка температуры		
2	Проверка массы		
3	Проверка объема		
4	Проверка давления		
5	Проверка влажности		
6	Проверка скорости		
7	Проверка частоты		
8	Проверка силы		
9	Проверка энергии		
10	Проверка мощности		

ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на анализаторы термические универсальные моделей Setsys evolution, Labsys и Line 96 (далее анализаторы) и устанавливает порядок и способы проведения первичной и периодических поверок.

Анализаторы предназначены для измерений:

- линейных размеров образцов в условиях тепловых и механических нагрузок;
- термодинамических характеристик образцов (температура фазовых переходов, удельная теплоемкость);
- термогравиметрического анализа (измерение изменений массы образца в зависимости от температуры и времени термообработки) твердых и порошкообразных образцов.

Анализаторы применяются в научно-исследовательских институтах, заводских лабораториях стекольной, керамической, огнеупорной, металлургической, электродной промышленности, а также для изучения процессов спекания реакционных порошков используемых для создания сложной керамики или в порошковой металлургии.

Межповерочный интервал 1 год.

Поверка проводится с целью определения пригодности анализаторов к дальнейшей эксплуатации.

Поверка проводится при наличии Руководства по эксплуатации, МП, свидетельства о последней поверке.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, объем и последовательность которых указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	4.1	да	да
2 Опробование	4.2	да	да
3 Проверка электрического сопротивления изоляции	4.3	да	да
4 Проверка электрической прочности изоляции	4.4	да	да
5 Определение потребляемой мощности	4.5	да	нет
6 Определение абсолютной погрешности измерений температуры	4.6	да	да
7 Определение относительной погрешности измерений энтальпии	4.7	да	да
8 Определение относительной погрешности измерений массы	4.8	да	да

додолжение таблицы 1

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
9 Определение относительной погрешности измерений температурного коэффициента линейного расширения.	4.9	да	да
10 Определение относительной погрешности измерений удлинений	4.10	да	да
11 Определение сходимости результатов измерений температуры	4.11	да	да
12 Определение калориметрической чувствительности	4.12	да	да

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

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

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки их основные технические характеристики
4.3	Мегаомметр ЭСО020 2/1Г. Диапазон измерений θ - 1000 МОм.
4.4	Установка пробойная универсальная УПУ -10, U=10 кВ.
4.5	Вольтметр В7-53. Погрешность не более $\pm 0,04\%$. Амперметр Д 5090, кл. 0,2
4.6, 4.7, 4.11	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО №№ 2312-82 / 2316-82 (комплект СОТСФ)
4.8	Гири класса E ₂ по ГОСТ 7328-2001
4.9	Образцовая мера ТКЛР 2-го разряда из монокристаллического оксида алюминия доверительная погрешность результата аттестации меры при P=0,95 для стоградусного интервала температур составляет от $3,0 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ до $10,5 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ Образцовая мера ТКЛР 2-го разряда кварцевого стекла марки КВ доверительная погрешность результата аттестации меры при P=0,95 для стоградусного интервала температур составляет $2,0 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$
4.10	Плоскопараллельные концевые меры длины ГОСТ 9038-90
4.12	Стандартные образцы термодинамических свойств ГСО 149-86, ГСО 886-76, ГСО 1363-78 (СОТС-1, СОТС-2, СОТС-5)

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Указанные средства поверки допускается заменять другими с метрологическими характеристиками не хуже приведенных.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80 "Правила ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей", и "Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" для установок напряжением до 1000В, утвержденные Госэнергонадзором.

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, % 60 ± 20 ;
- атмосферное давление, кПа $101,3 \pm 3$

3.2. К проведению измерений по поверке анализаторов допускаются инженерно-технические работники, изучившие Руководство по эксплуатации анализаторов и имеющие опыт практической работы по проведению измерений на аналогичных установках.

3.3. Подготовку к поверке осуществляют в объеме подготовки к работе анализатора, согласно эксплуатационной документации.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливается общее техническое состояние анализатора, проверяют комплектность, согласно технической документации, а так же отсутствие механических повреждений и других дефектов, влияющих на эксплуатационные свойства анализатора. При обнаружении к. л. внешних дефектов анализатор к дальнейшей поверке не допускается.

4.2. Опробование

При опробовании устанавливают соответствие анализатора функциональным требованиям эксплуатационной документации. После подачи питания и выдержки анализатора в рабочем состоянии в течение 30 мин., производят контроль цифровой и служебной информации на экране монитора.

4.3. Проверка электрического сопротивления изоляции

Электрическое сопротивление изоляции следует проверять на соответствие требованиям ГОСТ 12997-84 при помощи мегаомметра ЭСО020 2/1Г. Испытательное напряжение прикладывается между контактами сетевого разъема и клеммой «заземление», находящейся на корпусе анализатора, при этом выключатель «сеть» должен быть включен. При проверке электрического сопротивления изоляции контакты сетевого разъема должны быть закорочены.

Электрическое сопротивление изоляции токоведущих цепей относительно корпуса анализатора должно быть в нормальных условиях не менее 20 МОм.

4.4 Проверка электрической прочности изоляции

Проверка электрической прочности изоляции производится при отсоединенном кабеле питания анализатора, выключенных приборах, входящих в состав анализатора, включенном положении тумблера «сеть», путем подключения пробойной установки УПУ-10 между предварительно замкнутыми контактами сетевого разъема и клеммой заземления.

Начальное напряжение, подаваемое с регулируемого источника, должно быть 220 В. Дальнейшее увеличение напряжения, до испытательного значения 1500В, следует проводить плавно. Анализатор выдерживается под испытательным напряжением 1500В в течение одной минуты, после чего напряжение плавно снижается до нуля.

Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если не произошло пробоя или перекрытия изоляции. Проявление «короны» или шума при испытании не является признаком неудовлетворительных результатов испытаний.

4.5 Определение потребляемой мощности.

Для определения потребляемой мощности необходимо произвести подключение измерительных приборов в цепь питания анализатора, зафиксировать показания амперметра и вольтметра и произвести расчет потребляемой мощности по формуле:

$$P=U \cdot I$$

где: P - потребляемая мощность, кВт·А

U - значение напряжения, В

I - значение тока, А

Потребляемая мощность не должна превышать значений, указанных в технической документации.

4.6 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

Абсолютную погрешность измерений температуры определяют путем сравнения измеренных значений температуры фазового перехода стандартных образцов с их паспортными значениями. Для этого согласно руководству по эксплуатации в анализатор последовательно помещают, упакованные в чашечки, стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО №№ 2312-82 / 2316-82 (комплект СОТСФ) и проводят измерение температуры фазового перехода в последовательности, регламентированной описанием работы на анализаторе.

Число измерений в каждой поверяемой точке температурного диапазона должно быть не менее 3.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если разность между измеренным и паспортным значением стандартного образца температур и теплот фазовых переходов не превышает $\pm(2+0,01t)$ °С, где t – значение температуры поверяемой точки.

4.7 Определение относительной погрешности измерений энтальпии

Относительную погрешность измерений энтальпии определяют как отношение разности, между измеренным и паспортным значением энтальпии к паспортному значению энтальпии плавления стандартного образца. Для этого согласно руководству по эксплуатации в анализатор последовательно помещают взвешенные и упакованные в чашечки стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО №№ 2312-82 / 2316-82 (комплект СОТСФ) и проводят измерение энтальпии плавления в последовательности, регламентируемой SOFT «измерение энтальпии».

Число измерений в каждой поверяемой точке температурного диапазона должно быть не менее 3.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если отношение разности, между измеренным и паспортным значением энтальпии к паспортному значению энтальпии плавления стандартного образца не превышает $\pm 5\%$

4.8 Определение относительной погрешности измерений массы

Относительную погрешность измерений массы определяют в точках, соответствующих 0, 25, 50, 75, 100% диапазона измерений. Число измерений в каждой поверяемой точке диапазона измерений массы равно 3.

Относительную погрешность измерений массы определяют следующим образом:

- поместить в анализатор, согласно руководству по эксплуатации, образцовую меру массы, соответствующую 100% диапазона изменяемой величины;

- зафиксировать показания анализатора

- рассчитать по формуле относительную погрешность измерений массы γ_p

$$\gamma_p = [(P_m - P_{изм}) / P_m] \times 100\%$$

P_m – значение массы образцовой меры по паспорту

$P_{изм}$ – измеренное значение массы образцовой меры

Аналогичные действия произвести для всех поверяемых точек диапазона.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если относительная погрешность измерений массы γ_p , в каждой выбранной точке диапазона, не превышает $\pm 0,2\%$ для анализаторов модели Labsys и $\pm 0,1\%$ для анализаторов моделей Setsys evolution и Line 96.

4.9 Определение относительной погрешности измерений температурного коэффициента линейного расширения.

Относительную погрешность измерений температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) определяют с помощью образцовых мер ТКЛР 2^{-го} разряда. Для этого на анализаторе, в соответствии с руководством по эксплуатации, выполняют по три измерений (ТКЛР) двух образцовых мер ТКЛР 2^{-го} разряда из монокристаллического оксида алюминия и

варцевого стекла марки KB, в интервалах, соответствующих свидетельствам на данные меры.

По результатам каждого из трех измерений определяют среднее значение ТКЛР образцовой меры в выбранном интервале температуры $\bar{\alpha}_{\text{изм}}$.

Относительную погрешность измерений ТКЛР (γ_{α}), для каждого выбранного интервала температуры, вычисляют по формуле:

$$\gamma_{\alpha} = [(\alpha_m - \bar{\alpha}_{\text{изм}}) / \alpha_m] \times 100\%$$

где: α_m - значение ТКЛР образцовой меры для выбранного интервала температуры, приведенное в свидетельстве на меру;

$\bar{\alpha}_{\text{изм}}$ - среднее арифметическое значение результатов трех измерений ТКЛР образцовой меры для выбранного интервала температуры.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если относительная погрешность измерений ТКЛР (γ_{α}) не превышает $\pm (2,0 \div 10) \%$.

4.10 Определение относительной погрешности измерений удлинений

Относительную погрешность измерений удлинений определяют с помощью набора плоскопараллельных концевых мер длины без динамических, механических и термических нагрузок, в точках, соответствующих 0, 25, 50, 75, 100% диапазона измеряемой величины. В каждой точке проводятся по три измерения.

На анализатор, в соответствии с руководством по эксплуатации установить концевую меру, размер которой соответствует 100% диапазона измеряемых линейных изменений. Зафиксировать показания измерителя линейных приращений.

Рассчитать относительную погрешность измерений удлинений γ_L по формуле:

$$\gamma_L = [(L_m - L_{\text{изм}}) / L_m] \times 100\%$$

L_m - длина концевой меры по свидетельству;

$L_{\text{изм}}$ - среднеарифметическое значение измеренной длины концевой меры;

Аналогичные действия проводятся для всех выбранных точек диапазона измеряемой величины.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если относительная погрешность измерений удлинения (γ_L) не превышает $\pm 2\%$ для анализаторов модели Line 96 и Labsys и $\pm 1\%$ для анализаторов модели Setsys evolution.

4.11 Определение сходимости результатов измерений температуры

Сходимость результатов измерений температуры определяют путем сравнения полученных, при однотипных измерениях, значений температур плавления стандартных образцов. Число однотипных измерений в серии должно быть не менее пяти. Согласно руководству по

эксплуатации, в анализатор помещают упакованные в чашечки стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО №№ 2312-82 / 2316-82 (комплект СОТСФ) и проводят измерения температуры фазовых переходов в последовательности, регламентированной SOFT «измерение температуры». Измерения проводятся во всем температурном диапазоне анализатора с шагом не менее 100К.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если расхождения между полученными, при однотипных измерениях, значениями температуры плавления стандартных образцов, во всей рабочей области температуры анализатора, не превышает $\pm 5\text{К}$ для анализаторов моделей Setsys evolution и Labsys, и $\pm 20\text{К}$ анализаторов модели Line 96.

4.12 Определение калориметрической чувствительности

Для определения калориметрической чувствительности (чувствительности к тепловому потоку) проводят измерения теплового потока в последовательности, регламентированной SOFT «измерение теплового потока» с использованием стандартных образцов термодинамических свойств ГСО 149-86, ГСО 886-76, ГСО 1363-78 (СОТС-1, СОТС-2, СОТС-5). За величину калориметрической чувствительности принимают отклонение показаний анализатора от постоянного нулевого значения. Измерение проводят в необходимой области температурного диапазона, или с шагом не менее 100К. Число измерений в каждой точке температурного диапазона не менее 3.

Анализатор считается выдержавшим испытание, если отклонение показаний анализатора от постоянного нулевого значения во всем диапазоне значений температуры находится в интервале от 0,02 мкВ/мВт до 3 мкВ/мВт.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Поверку средства измерений проводит метрологическая служба совместно с работниками подразделения, эксплуатирующего анализатор.

5.2. По результатам поверки составляется протокол по форме, установленной метрологической службой, проводящей поверку.

5.3. Положительные результаты поверки анализатора оформляют свидетельством о поверке по форме, установленной органом метрологической службы

5.4. При отрицательных результатах поверки анализатор, к применению не допускается и подлежит ремонту и повторной поверке.

5.5. Результаты испытаний хранятся до следующей поверки.