

УТВЕРЖДАЮ

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

Н.И. Ханов

2014 г.



Анализаторы температуры плавления
MP50, MP70, MP90

Методика поверки

МП № 2411 - 0109а - 2014

Руководитель отдела Государственных эталонов и научных исследований в области теплофизических и температурных измерений ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 А.И. Походун

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы температуры плавления MP50, MP70, MP90 (далее – анализаторы), изготовленные фирмой «Mettler-Toledo AG», Швейцария, предназначенные для определения температуры плавления веществ в лабораторных условиях.

Метод поверки основан на непосредственном сличении значений воспроизведенной анализатором температуры с аттестованными значениями температуры плавления стандартных образцов или со значениями эталонного термометра сопротивления.

Интервал между поверками – 2 года.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют следующие операции:

- 1.1 Внешний осмотр (п.6.1);
- 1.2 Опробование (п. 6.2);
- 1.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения (п.6.3);
- 1.4 Определение метрологических характеристик (п.6.4).

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие основные и вспомогательные средства поверки:

2.1.1 Стандартные образцы температуры плавления: бензофенона ГСО 7894-2001 $T_{\text{плав.}}$: 47,6 – 48,6 °С, с границами абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,2$ °С, бензойной кислоты ГСО 7896-2001 $T_{\text{плав.}}$: 122,1 – 122,9 °С, с границами абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,2$ °С, кофеина ГСО 7895-2001 $T_{\text{плав.}}$: 235,0 – 237,0 °С, с границами абсолютной погрешности при $P=0,95 \pm 0,3$ °С.

2.1.2 Термометр сопротивления платиновый эталонный 3-го разряда малогабаритный ТСП-ОМ, диапазон измерений температуры от минус 40 до 420 °С по ГОСТ 8.558-2009;

2.1.3 Преобразователь сигналов ТС и ТП «Теркон» в режиме измерения сопротивления, диапазон от 0 до 2000 Ом, погрешность $\pm(0,02$ % от показаний $+0,005$ % от диапазона) Ом;

2.1.4 Все основные средства измерений, применяемые при поверке должны иметь действующие свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм.

Допускается применять вновь разработанные или находящиеся в обращении другие средства измерений, удовлетворяющие по точности требованиям настоящей методики и имеющие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

- 3.1 Правил безопасности, изложенных в Руководстве по эксплуатации анализатора.
- 3.2 При эксплуатации необходимо выполнять «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором.
- 3.3 Правил безопасности по РД-39-0147103-354-89 при работе в аналитической лаборатории.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении испытаний должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|--|-------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 2 ; |
| - относительная влажность, % | 65 ± 15 ; |
| - атмосферное давление, кПа | $101,3 \pm 4,0$; |
| - напряжение питания, В | 230 ± 23 ; |
| - частота питания переменного тока, Гц | 50 ± 1 . |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1.1 Проверка наличия паспортов, свидетельств поверки метрологическими органами всех средств поверки.

5.1.2 Подготовка средств поверки к работе по соответствующим инструкциям по эксплуатации.

5.1.3 Подготовка к работе поверяемого прибора в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие комплектности и маркировки анализатора требованиям технической документации;

- отсутствие на анализаторе и на изделиях, входящих в состав поверяемого анализатора, механических повреждений и дефектов покрытий, ухудшающих его внешний вид и мешающих работе.

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

6.2 Опробование.

При опробовании выполняют следующие операции:

- проверить правильность соединений составных частей прибора;
- включить анализатор и выдержать в течение 45 мин;
- проверить возможность управления прибором с панели управления и регистрации температуры при нагреве.

Результат опробования считают положительным, если индикация чисел и символов соответствует режимам переключения согласно руководству по эксплуатации.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Для проведения идентификации ПО анализаторов следует последовательно активировать клавиши «Установки» → «Общие настройки» → «Система» → «Идентификация оборудования», где в информационном окне программы отображены тип прибора, версия, заводской номер (Приложение В).

Результат проверки считается положительным, если номер версии не ниже, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры плавления с помощью стандартных образцов температуры плавления.

6.4.1.1 Задают начальную температуру плавления и скорость нагрева 1,0 °С/мин, выполняя действия согласно требований Руководства по эксплуатации прибора.

6.4.1.2 Заполняют измерительную ячейку прибора первым образцом вещества ГСО 7894-2001, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6.4.1.3 Выполняют измерение температуры плавления прибором, действуя в соответствии с Руководством по эксплуатации не менее трех раз.

6.4.1.4 Повторяют операции по пунктам 6.4.2.1 - 6.4.2.3 для ГСО 7896-2001 и ГСО 7895-2001.

6.4.1.5 Абсолютную погрешность вычисляют как разность между измеренным значением и значением по данным паспорта на ГСО.

Результат поверки считается положительным, если значения погрешности не превышают пределов указанных в таблице 1.


Таблица 1.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 1,0 °С/мин	
до 200 °С (включительно)	± 0,4 °С
свыше 200 °С	± 0,7 °С

6.4.2 Определение абсолютной погрешности при измерении температуры с помощью термометра сопротивления.

Измерения проводят в пяти точках температурного диапазона прибора T_i , включая крайние точки диапазона воспроизведения.

6.4.2.1 Поместить эталонный термометр в канал измерительной ячейки (эталонный термометр должен коснуться дна канала нагревательной ячейки) и в ручном режиме установить температуру нагрева анализатора согласно РЭ:

6.4.2.2 Войти в окно меню "Домашняя стр", нажав одну из кнопок "Home" , расположенных по обе стороны от сенсорного дисплея анализатора;


6.4.2.3 Активировать последовательно клавиши "Вручную" → "Ручной метод". В поле "Режим измерения" выберите "Точка плавления";

6.4.2.4 Введите требуемые значения параметров:

- В поле "Нач. температура" ввести значение начальной температуры анализа ($T_i - 1$) °С;
- В поле "Время ожидания" ввести 80 секунд для измерения температуры плавления;
- В поле "Скорость нагрева" ввести 1,0 °С/мин для измерения температуры плавления;
- В поле "Кон. Температура" ввести значение конечной температуры анализа ($T_i + 1$) °С.
- Поле "Критерий окончания" оставить пустым;
- В поле "t (изо)" ввести значение 0;
- В поле "После анализа" выбрать "Питание печи отключено";
- Поле "Коммент. к методу" оставить пустым;
- Поле "Печать отчета" оставить пустым;

6.4.2.5 Запустить созданный ручной метод, нажав кнопку "Старт", дождаться появления на сенсорном дисплее сообщения "Достигнута T нач." и снять показания эталонного термометра с преобразователя «Теркон»;

6.4.2.6 Нажать кнопку "Старт" еще раз для запуска, дождаться появления на сенсорном дисплее сообщения "Достигнута T конеч." и снять показания эталонного термометра.

Во всех случаях для ввода числового значения необходимо пользоваться числовой клавиатурой, которая вызывается активированием кнопки .

6.4.2.7 Значение погрешности определяют как разность между средним значением температуры $T_{нач.}$ и $T_{конеч.}$, и средним из двух показаний эталонного термометра.

Результат поверки считается положительным, если значения погрешности не превышают пределов указанных в таблице 1.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки оформляют протоколом (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении). При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке установленного образца. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

Форма протокола поверки приведена в приложении А.

ПРОТОКОЛ № _____

Поверки анализатора

Тип _____
 Зав.№ _____
 Год выпуска _____
 Предоставлен _____
 Место проведения поверки _____

Метод поверки: МП 2411 - 0109а - 2014 «Анализаторы температуры плавления МР50, МР70, МР90. Методика поверки»

Значения влияющих факторов:
 Температура окружающей среды __ °С
 Относительная влажность __ %
 Атмосферное давление __ кПа

Поверка проведена с применением эталонных СИ:

Результаты внешнего осмотра: _____

Подтверждение соответствия программного обеспечения: _____

РЕЗУЛЬТАТЫ

определения абсолютной погрешности при воспроизведении температуры

Наименование СИ	Аттестованное значение температуры плавления СИ, °С	Значение температуры по показаниям анализатора, °С	Абс. погрешность, °С
Бензофенон	48		
Бензойная кислота	122,5		
Кофеин	236		

Значение температуры по показаниям эталонного СИ, °С	Значение температуры по показаниям анализатора, °С	Абс. погрешность, °С
25		
50		
100		
200		
300 (350; 400)		

Выводы: абсолютная погрешность находится в пределах, указанных в описании типа.

Должность, подпись, И. О. Фамилия поверителя _____

Дата проведения поверки «__» _____ 201_ г.

Идентификация программного обеспечения

