

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

ЗАМЕСТИТЕЛЬ
ГЕНЕРАЛЬНОГО
ДИРЕКТОРА
КРИВЦОВ П.П.
ДОВЕРЕННОСТЬ
ОТ 17 МАРТА
2021 Г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Преобразователи термоэлектрические платиnorodий-платиновые эталонные

ППО

Методика поверки

МП2411-0184 -2021

Заместитель руководителя
лаборатории термометрии

В.М. Фуксов

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на преобразователи термоэлектрические платинородий-платиновые эталонные ППО (далее - ППО), заводские номера 044 и 046, предназначенные для измерений температуры жидких и газообразных сред при поверке и калибровке средств измерений температуры и являются рабочими эталонами единицы температуры 0-го разряда согласно ГОСТ 8.558-2009.

Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость преобразователей термоэлектрических платинородий-платиновых эталонных ППО к государственному первичному эталону единицы температуры ГЭТ 34 – 2020.

Метод поверки основан на непосредственном сличении поверяемого ППО с эталонным термопреобразователем термоэлектрическим при температуре, воспроизводимой с помощью основных реперных точек металлов МТШ-90.

Нормативные документы:

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

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

При проведении первичной и периодической поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2.1

Таблица 2.1

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр ППО	7	Да	Да
2 Определение метрологических характеристик ППО	9	Да	Да
3 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10	Да	Да
4 Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С $+20 \pm 5$
- относительная влажность, %, не более 80
- атмосферное давление, кПа 101 ± 3

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на ППО, имеющие необходимую квалификацию в области теплофизических измерений и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства измерений, указанные в таблице 5.1
Таблица 5.1

№ пункта методики	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.1	термогигрометр ИВА-6Н-Д, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 46434-11 Диапазон измерений относительной влажности, от 0 до 98 %, температуры от -20 до +60 °С, атмосферного давления от 700 до 1100 гПа; погрешность измерений относительной влажности при (+23,0)°С, от 0 до 90 % ±2 %, св. 90 до 98 % ±3 %, температуры ±0,3 °С, атмосферного давления ±2,5 гПа
9	Государственный вторичный эталон единицы температуры (эталон-копия) в диапазоне от минус 189,3442 °С до 1768,2 °С, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 2.1.ZZB.0029.2013 в составе:
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания цинка (<i>Zn</i>). Значение воспроизводимой температуры +419,527 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 1,0 мК
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания алюминия (<i>Al</i>). Значение воспроизводимой температуры +660,323 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 1,5 мК
	Ампула для реализации реперной точки затвердевания меди (<i>Cu</i>). Значение воспроизводимой температуры +1084,62 °С; СКО суммарной погрешности реализации температуры 20,0 мК
	Установка для реализации реперных точек плавления (затвердевания) металлов, включающая печь с рабочим объемом для размещения ампул и системой регулирования температуры. Перепад температуры не более 0,01°С по высоте металла в термометровом канале ампулы при температуре около фазового перехода (плавления, затвердевания) металла. Дискретность задания температуры печи не более 0,1 °С. Нестабильность поддержания заданного значения температуры не более: ±0,05 °С – для ампул с цинком; ± 0,1 °С – для ампулы с алюминием, ± 0,4 °С – для ампулы с медью
	преобразователь термоэлектрический платинородий-платиновый эталонный ППО, эталон-копия по ГОСТ 8.558-2009
	Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 19736-11; диапазон измерений напряжения постоянного тока ± 1200 мВ, погрешность ± (0,0010 + 3·10 ⁻⁵ ·U), погрешность в температурном эквиваленте ±0,05 °С;
	Пробирки для свободных концов ППО из стекла длиной (200±15) мм, наружным диаметром (8±2) мм, толщиной стенки (1,0±0,5) мм Сосуд Дьюара заполненный льдо-водяной смесью или термостат нулевой ТН-3М ДЦШ 2.998.004 ТУ
Примечание: допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью	

5.2 Указанные средства поверки должны иметь действующие документы о поверке или аттестации.

5.3 Работа с указанными средствами измерений должна проводиться в соответствии с документацией по их эксплуатации.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Во время проведения поверки необходимо соблюдать меры предосторожности от получения ожогов от соприкосновения с корпусами печей и термопреобразователей ППО при извлечении их из печи.

6.3 Средства поверки, вспомогательные средства поверки и оборудование должны соответствовать требованиям безопасности, изложенным в их эксплуатационной документации.

6.4 При поверке должны соблюдаться требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на ППО.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении внешнего осмотра необходимо убедиться:

- в соответствии комплектности, маркировки, упаковки требованиям, указанным в эксплуатационной документации;
- в целостности ППО (отсутствие видимых повреждений элементов конструкции);
- спай на рабочем конце ППО должен иметь форму, близкую к форме шара, и гладкую блестящую поверхность без раковин;
- электрическая цепь ППО не должна быть нарушена;
- в наличии не более одной точки сварки по длине свободных концов ППО.

Результат внешнего осмотра считают положительным, если выполняются вышеуказанные требования. При наличии дефектов ППО подлежит ремонту или бракуется.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Проверить наличие всех средств измерений и вспомогательных средств, необходимых для поверки, согласно разделу 5 и нормативным документам, устанавливающим методику их эксплуатации.

8.2 Проверить соответствие условий поверки требованиям раздела 3.

8.3 Подготовить к работе средства измерений и вспомогательные средства согласно эксплуатационным документам на них.

8.4 Перед началом измерений оборудование включают в электросеть и выводят на заданный температурный режим. Измерительные установки прогреваются в течение времени, указанного в ТД.

8.5 Для термостатирования свободных концов ППО используют сосуды Дьюара. Термостатирование выполняют при 0 °С. Сосуд Дьюара заполняют льдо-водяной смесью, помещают в него термометр, для контроля температуры и стеклянные пробирки для удлинительных проводов ППО. Глубина погружения пробирок должна быть не менее 120 мм, расстояние между пробирками не менее 10 мм.

8.6 У поверяемых ППО освобождают холодные концы для подключения к измерительному прибору. К контактам, соблюдая полярность, подсоединяют удлинительные провода. Свободные концы удлинительных проводов скручивают с медными проводами и места скруток помещают в термостатированные стеклянные пробирки, свободные концы медных проводов подключают к измерительному прибору.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение нестабильности

9.1.1 Нестабильность ППО при первичной поверке определяют по изменению ТЭДС при температуре реперной точки затвердевания меди (номинальное значение $t_{Cu} = 1084,62$ °С) после отжига в трубчатой печи в течение $(2,5 \pm 0,5)$ ч при температуре (1100 ± 20) °С и глубине погружения (300 ± 5) мм. Значение нестабильности $\Delta E_{НСТ}$ определяют по формуле

$$\Delta E_{HCT} = E_2(t_{CU}) - E_1(t_{CU}), \quad (1)$$

где $E_1(t_{CU})$ – ТЭДС при температуре реперной точки затвердевания меди, измеренная до отжига, мВ

$E_2(t_{CU})$ – ТЭДС при температуре реперной точки затвердевания меди, измеренная после отжига, мВ.

9.1.2 Допускаемая нестабильность после отжига при температуре $(1100 \pm 20)^\circ\text{C}$ в течение $(2,5 \pm 0,5)$ ч - ± 3 мкВ.

9.1.3 Нестабильность термопреобразователей при периодической поверке определяют, как разность между значением ТЭДС, полученным в реперной точке меди и значением из свидетельства о предыдущей поверке.

Изменение значений ТЭДС термопреобразователей в реперной точке меди за межповерочный интервал не должно превышать ± 3 мкВ.

9.2 Определение неоднородности

9.2.1 Неоднородность ППО определяют по изменению ТЭДС при температуре $(1100 \pm 10)^\circ\text{C}$ при глубине погружения (250 ± 5) мм и (300 ± 5) мм между одноименными термоэлектродными эталонного и поверяемого ППО.

Значение неоднородности ΔE_{HCO} определяют по формуле:

$$\Delta E_{HCO} = \Delta E_{300} - \Delta E_{250}, \quad (2)$$

где ΔE_{300} и ΔE_{250} – разность между значениями отклонений ТЭДС термоэлектрода поверяемого преобразователя от эталонного преобразователя ($\Delta E_{300(250)} = \overline{\Delta e_{P10}} - \overline{\Delta e_{ПЛТ}}$), мВ

9.2.2 Допускаемая неоднородность при температуре $(1100 \pm 10)^\circ\text{C}$ при глубине погружения (250 ± 5) мм и (300 ± 5) мм - ± 3 мкВ.

9.3 Определение градуировочной характеристики ППО и суммарного среднеквадратического отклонения (СКО) сличения с эталоном - копией

9.3.1 Градуировку ППО проводят при температуре реперных точек металлов – меди $(+1084,620^\circ\text{C})$, алюминия $(+660,323^\circ\text{C})$, цинка $(+419,527^\circ\text{C})$, при температуре свободных концов - 0°C .

9.3.2 ППО помещают в капсулу с металлом установки для реализации реперной точки после того, как зафиксировано начало фазового перехода, через 15 мин начинают измерять ТЭДС ППО.

9.3.3 Выполняют не менее 10 отсчетов ТЭДС ППО на площадке фазового перехода, результаты записывают в протокол. За измеренное значение ТЭДС в реперной точке принимают среднее арифметическое из результатов 10 отсчетов.

9.3.4 При первичной поверке ППО проводят не менее 3-х серий измерений при каждой температуре, при периодической поверке допускается одна серия измерений. Разность результатов измерений ТЭДС, полученных в разных сериях измерений при одной и той же температуре не должна превышать $\pm 0,002$ мВ в точке затвердевания меди и $\pm 0,0015$ мВ в точках затвердевания алюминия и цинка. Если разность результатов измерений ТЭДС, полученных в разных сериях измерений при одной и той же температуре превышает указанные допуски, проводят до 2-х дополнительных серий измерений, оценивая разность результатов измерений между последними двумя сериями. Если после 4-х серий измерений при первичной поверке или 3-х серий измерений при периодической поверке разность результатов измерений ТЭДС, полученных в разных сериях измерений при одной и той же температуре по-прежнему превышает допуски, ППО бракуют.

9.3.5 Суммарное СКО вычисляют для каждой точки градуировки по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \frac{(E_i - E_{cp})^2}{N(N-1)} + \frac{\Delta E_{HCO}^2}{3} \cdot \frac{E_{cp}^2}{E_{Cu}^2} + \frac{\delta_V^2}{4} + \frac{D_V^2}{3} + C_0^2 \frac{\delta_{Tc}^2}{3} + C_1^2 \frac{\delta_T^2}{4}} \quad (3)$$

где E_i – ТЭДС при температуре реперной точки полученная в i -м, измерении, мВ,
 E_{cp} – среднее ТЭДС при температуре реперной точки, мВ,
 N – число измерений,
 $\Delta E_{неод}$ – неоднородность термопреобразователя в реперной точке меди, мВ,
 E_{cu} – среднее ТЭДС при температуре 1084,62 °С, мВ,
 δ_V – погрешность измерения ТЭДС электроизмерительным мостом, мВ,
 D_V – дискретность измерения ТЭДС электроизмерительным мостом, мВ,
 C_0 – коэффициент чувствительности термопреобразователя при 0 °С, мВ/°С,
 δT_c – погрешность измерения температуры холодного спая, °С,
 C_I – коэффициент чувствительности термопреобразователя при температуре реперной точки меди, алюминия или цинка °С, мВ/°С,
 δT – погрешность воспроизведения температуры реперной точки, °С.

9.3.6 Результат поверки считают положительным, если значения ТЭДС и суммарное СКО не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Температура рабочего конца, °С	Номинальное значение ТЭДС при температуре свободных концов, равной 0 °С, мВ	Допускаемые значения суммарного среднеквадратического отклонения (СКО) сличения с эталоном - копией, °С, не более
419,527	3,447±0,014	0,2
660,323	5,860±0,017	0,25
1084,62	10,574±0,030	0,3

10 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Для подтверждения соответствия метрологических характеристик преобразователей термоэлектрических платинородий-платиновых эталонных ППО обязательным метрологическим требованиям используют значения суммарного СКО сличения с эталоном – копией в точках температуры: 419,527 °С; 660,323 °С и 1084,62 °С, определенные в соответствии с пунктом 9.3.5 настоящей методики.

10.2 Алгоритм принятия решения о соответствии метрологических характеристик преобразователей термоэлектрических платинородий-платиновых эталонных ППО обязательным метрологическим требованиям:

10.2.1 Метрологические характеристики должны соответствовать требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам единицы температуры 0-го разряда, согласно ч. 2 Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры (ГОСТ 8.558-2009).

10.2.2 В диапазоне температуры от 0 °С до 1084,62 °С суммарное СКО результата сличений с эталоном – копией при трех независимых измерениях должно быть:

не более 0,4 °С в точке 419,527 °С и не более 0,7 °С в точке 1084,62 °С – при использовании эталонных термоэлектрических преобразователей.

10.2.3 Если значения суммарного СКО всех результатов сличений с эталоном -копией, определенные в соответствии с пунктом 9.3.5, удовлетворяют требованию пунктов 10.2.1 и 10.2.2, выполнены требования пунктов 4, 7, 8.6 и 9 настоящей методики, то принимают решение о соответствии преобразователей термоэлектрических платинородий-платиновых эталонных ППО обязательным метрологическим требованиям.

Если хотя бы одно из значений суммарного СКО результата сличений с эталоном-копией в точках температуры 419,527; 660,323 и 1084,62 °С, полученные по пункту 9.3.5, не удовлетворяют требованиям пунктов 10.2.1 и 10.2.2 и/или требования пунктов 4, 7, 8.6 и 9 настоящей методики не выполнены, то принимают решение о несоответствии преобразователей термоэлектрических платинородий-платиновых эталонных ППО обязательным метрологическим требованиям.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Результаты поверки оформляют протоколом на ППО (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1). При положительных или отрицательных результатах поверки осуществляется передача сведений в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

По заявлению владельца ППО или лица, представившего их на поверку при положительных результатах поверки, выдается свидетельство о поверке установленной формы и (или) в паспорт вносится запись о проведенной поверке. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности к применению.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и (или) в паспорт.

Протокол поверки

№ _____ от «___»._____.2021 г.

Наименование прибора, тип	Преобразователь термоэлектрический платиnorodий-платиновый эталонный ППО
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	XXXXXX-21
Заводской номер	XXX
Изготовитель	АО НПП «Эталон», г.Омск ИНН 5504087401
Заказчик	ФБУ «Новосибирский ЦСМ», г.Новосибирск ИНН 5407108720
Серия и номер знака предыдущей поверки	XXXXXXXXX от «___»._____.202 г.
Дата предыдущей поверки	

Вид поверки: периодическая

Методика поверки: МП 2411-0184-2021 «ГСИ. Преобразователи термоэлектрические платиnorodий-платиновые эталонные ППО. Методика поверки».

Средства поверки: Государственный вторичный эталон единицы температуры (эталон-копия) в диапазоне от минус 189,3442 °С до 1768,2 °С (ГВЭТ 34-29-2009), регистрационный номер 2.1.ZZB.0029.2013, свидетельство об аттестации государственного эталона _____

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	+20±5	
Относительная влажность воздуха, %, не более	80	
Атмосферное давление, кПа	101±3	

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр _____

2 Результаты градуировки

Значение температуры в реперной точке, °С	Номинальные значение ТЭДС при 0 °С свободных концов, мВ	Среднее значение ТЭДС поверяемого ППО, мВ	Отклонение ТЭДС от номинального значения, мВ
419,527	3,447		
660,323	5,860		
1084,62	10,574		

3 Суммарное СКО сличения с эталоном – копией преобразователя ППО № _____

Значение температуры реперной точки, °С	+419,527	+660,323	+1084,62
S_{Σ} , °С			

Вывод: Преобразователь термоэлектрический платиnorodий-платиновый эталонный ППО №____, признан пригодным к применению в качестве рабочего эталона единицы температуры 0-го разряда по ГОСТ 8.558 - 2009.

Результаты измерений прослеживаются к Государственному первичному эталону единицы температуры.

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № от «___»._____.202 г.

извещение о непригодности №

Причина непригодности _____

Поверку провел _____

ФИО

подпись

Дата