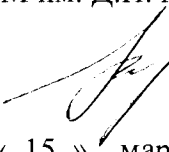


УТВЕРЖДАЮ

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

 Н.И. Ханов  
« 15 » марта 2011 г.

**ДИЛАТОМЕТРЫ ЗАКАЛОЧНЫЕ И ДЕФОРМИРУЮЩИЕ  
DIL 805 A/D**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0020-2011

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

 А.И. Походун

Санкт-Петербург  
2011

СОДЕРЖАНИЕ

|   |   |
|---|---|
| 1 Область применения .....                                  | 3 |
| 2 Нормативные ссылки .....                                  | 3 |
| 3 Общие положения .....                                     | 3 |
| 4 Операции поверки .....                                    | 3 |
| 5 Средства и средства .....                                 | 4 |
| 6 Требования к квалификации поверителя .....                | 5 |
| 7 Требования безопасности .....                             | 5 |
| 8 Условия проведения поверки .....                          | 5 |
| 9 Проведение поверки и обработка результатов измерений..... | 5 |
| 10 Оформление результатов поверки .....                     | 8 |
| Приложение А      Форма протокола поверки .....             | 9 |

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее МП) дилатометров закалочных и деформирующих DIL 805 A/D (далее дилатометры) изготовленных фирмой «Bahr-Thermoanalyse GmbH», Германия».

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, после транспортировки и 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 8.558-93 Государственная система обеспечения единства измерений . Государственная поверочная схема для средств измерений температуры

ГОСТ Р 52314-2005 Преобразователи термоэлектрические платиnorodий-платиновые и платиnorodий-платиnorodиевые эталонные 1, 2 и 3-го разрядов. Общие технические требования

ГОСТ Р 8.625-2006 Государственная система обеспечения единства измерений. Термометры сопротивления из платины, меди и никеля. Общие технические требования и методы испытаний.

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

ГОСТ 9038-90 Меры длины концевые плоскопараллельные. Технические условия.

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

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

ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений.

## 3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Дилатометры предназначены для измерений линейных приращений металлов и сплавов, возникающих в процессе изменения температуры и под воздействием механических нагрузок. В качестве испытываемых материалов могут выступать металлы и сплавы

## 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 |
| 1. Внешний осмотр  | 9.1                           | да                                      | да                    |
| 2. Опробование   | 9.2                           | да                                      | да                    |
| 3. Определение абсолютной погрешности измерений температуры  | 9.3                           | да                                      | да *)                 |
| 4. Определение относительной погрешности измерений линейных приращений                                     | 9.4                           | да                                      | да **)                |
| 5. Определение относительной погрешности измерений температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) | 9.5                           | да                                      | да ***)               |

\*) допускается проводить при температуре 1500 °С, 0 °С и минус 90 °С.

\*\*\*) допускается проводить в точках, соответствующих 50 и 100 % диапазона измеряемой величины.

\*\*\*\*) допускается проводить по одному из перечисленных в табл.2 средству поверки. Средство поверки (меру ТКЛР) подбирают таким образом, чтобы значения ее ТКЛР были максимально приближены к значениям ТКЛР материалов, измеряемых с использованием поверяемого дилатометра

4.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается

4.3 Операции по пп. 9.3 и 9.5 допускается проводить одновременно.

## 5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 –Средства поверки

| Номер пункта МП | Наименование средства поверки и его основные метрологические характеристики   |
|-----------------|---|
| 9.3             | <p>-Преобразователь термоэлектрический платинородий-платиновый эталонный первого разряда типа ППО по диапазон температуры от 300 °С до 1100 °С по ГОСТ Р 52314-2005</p> <p>-Преобразователь термоэлектрический платинородий-платинородиевый эталонный первого разряда типа диапазон температуры от 600 °С до 1800 °С по ГОСТ Р 52314-2005</p> <p>- Эталонный платиновый термометр сопротивления ЭТС-100 3 разряда ГОСТ Р 8.625-2006 . диапазон температуры от минус 195 °С до 0,01 °С ГОСТ Р 8.625-2006</p> <p>- Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений -300..0...300 мВ предел допускаемой основной абсолютной погрешности <math>\pm(5 \cdot 10^{-5} \cdot  U  + 2) \text{ мкВ}</math>.</p> |

| Номер пункта МП | Наименование средства поверки и его основные метрологические характеристики   |
|-----------------|---|
|                 | -Мост постоянного тока «Super-thermometer 1590» погрешность измерений не более $\pm 0,25$ мК  |
| 9.4             | Меры длины концевые плоскопараллельные (0,5-100) мм. ГОСТ 9038.   |
| 9.5             | Рабочие эталоны 2-го разряда - меры ТКЛР твердых тел по ГОСТ 8.018<br>- Мера ТКЛР из молибдена. Диапазон рабочей температуры от минус 180 °С до 400 °С. $\delta^*$ составляют $4,0 \times 10^{-8} \text{ К}^{-1}$ в диапазоне температуры от минус 180 °С до 400 °С.<br>- Мера ТКЛР из поликристаллического алюминия. Диапазон рабочей температуры от 20 °С до 400 °С, $\delta^*$ составляют $10,0 \times 10^{-8} \text{ К}^{-1}$ в диапазоне температуры от 20 °С до 400 °С.<br>- Мера из сплава «интерметаллид» Ni <sub>3</sub> Al Диапазон рабочей температуры от 20 °С до 1100 °С. $\delta^*$ составляют от $11,5 \times 10^{-8}$ до $23,5 \times 10^{-8} \text{ К}^{-1}$ в диапазоне температуры от 20 °С до 1100 °С |

<sup>\*)</sup> $\delta$  Доверительные границы абсолютной погрешности  $\delta$ , усредненной в интервале температуры 100 К при трех независимых измерениях, при доверительной вероятности 0,95 (без учета знака)

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке дилатометра допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ дилатометра и имеющие опыт практической работы по проведению измерений на аналогичных установках.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 При подготовке и проведении работ по поверке дилатометра необходимо соблюдать общие требования безопасности по ГОСТ 12.3.019, “Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей” и “Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей” для установок напряжением до 1000 В, утвержденные Госэнергонадзором.

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:  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- 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 устанавливают:

- комплектность дилатометра;
- отсутствие механических повреждений и других дефектов, влияющих на эксплуатационные свойства дилатометра;

9.1.2 Дилатометр, не соответствующий требованиям п. 9.1.1, к дальнейшей поверке не допускается.

### 9.2 Опробование (Проверка функционирования дилатометра)

9.2.1 При опробовании проверяют работоспособность дилатометра в соответствии с эксплуатационной документацией. Для этого устанавливают целостность передающей системы держателя образца и измерительной термопары. После подачи питания и выдержки дилатометра в рабочем состоянии в течение 30 мин устанавливают наличие цифровой индикации и служебной информации на дисплее ПК.

### 9.3 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

9.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений в диапазоне температуры от 300 °С до 1100 °С

9.3.1.1 Абсолютную погрешность измерений в диапазоне температуры от 300 °С до 1100 °С определяют с помощью преобразователя термоэлектрического платинородий-платинового эталонного первого разряда типа ППО (далее термопара типа ППО), который размещается в рабочей камере дилатометра, таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары дилатометра. Выводы от термопары типа ППО подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.1.2 Включить дилатометр в режим нагрева и зафиксировать показания измерительной термопары дилатометра ( $T_{изм}$ ) и термопары типа ППО ( $T_{эт}$ ) в 300 °С, 700 °С и 1100 °С.

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

$$\gamma_t = T_{пр} - T_{эт} \quad (1)$$

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

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

$\gamma$  – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.2 Определение абсолютной погрешности измерений в диапазоне температуры от 600 °С до 1500 °С

9.3.2.1 Абсолютную погрешность измерений в диапазоне температуры от 600 °С до 1500 °С определяют с помощью преобразователя термоэлектрического платинородий-платинородиевого эталонного первого разряда типа ПРО (далее термопара типа ПРО), который размещается в рабочей камере дилатометра, таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары дилатометра. Выводы от термопары типа ПРО подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.2.2 Включить дилатометр в режим нагрева и зафиксировать показания измерительной термопары дилатометра ( $T_{изм}$ ) и термопары типа ПРО ( $T_{эт}$ ) в 600 °С

и 1500 °С.

9.3.2.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры в каждой точке по формуле (1)

9.3.3 Определение абсолютной погрешности измерений в диапазоне температуры от 0 °С до минус 90 °С.

9.3.3.1 Абсолютную погрешность измерений в диапазоне температуры от 0 °С до минус 90 °С определяют с помощью эталонного платинового термометра сопротивления ЭТС-100 (далее ЭТС-100), который размещается в рабочей камере дилатометра, таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термопары дилатометра. Выводы от ЭТС-100 подключить к мосту постоянного тока «Super-thermometer».

9.3.3.2 Включить дилатометр в режим охлаждения и зафиксировать показания измерительной термопары дилатометра ( $T_{изм}$ ) и ЭТС-100 ( $T_{эт}$ ) в 0 °С, минус 50 °С и минус 90 °С.

9.3.3.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры в каждой точке по формуле (1)

Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если абсолютная погрешность измерений температуры ( $\gamma$ ) не превышает  $\pm 0,05t$ , где  $t$  - значение измеряемой температуры, °С

9.4 Определение относительной погрешности измерений линейных приращений

9.4.1 Относительную погрешность измерений линейных приращений определяют с помощью набора концевых мер длины без динамических, механических и термических нагрузок,

9.4.2 В дилатометр установить концевую меру, размер которой соответствует 100% диапазона измеряемых линейных приращений. Зафиксировать показания измерителя линейных приращений.

9.4.3 Рассчитать относительную погрешность измерений линейных приращений  $\gamma_L$  по формуле.

$$\gamma_L = \frac{|L_{изм} - L_m|}{L_m} \times 100$$

где:  $L_m$  – длина концевой меры по свидетельству;

$L_{изм}$  – измеренное значение длины концевой меры;

9.4.4 Аналогичные действия проводятся в точках, соответствующих 25, 50 и 75 % диапазона измеряемой величины.

Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если относительная погрешность измерений линейных приращений ( $\gamma_L$ ) для всех измерений не превышает  $\pm 3 \%$

9.5 Определение относительной погрешности измерений ТКЛР

9.5.1 Относительную погрешность ТКЛР определяют с помощью рабочих эталонов 2-го разряда - мер ТКЛР.

9.5.2 На дилатометр в соответствии с дополнением к РЭ «Измерительная альфа-головка» установить рабочий эталон 2-го разряда меры ТКЛР из поликристаллического алюминия и выполнить три серии измерений  $\alpha_i$  меры ТКЛР при изменении температуры от 20 °С до 400 °С.

9.5.3 Измерения  $\alpha_i$  проводить через каждые 20 °С в динамическом температурном режиме при скорости изменения температуры не более 0,5 °С/мин,

9.5.4 По результатам трех измерений определяют среднее значение  $\alpha_i$  ме-

ры и оценивают случайную составляющую погрешности измерений в выбранном интервале температуры.

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{n-1}}$$

где:  $\alpha_i$  - результат  $i$ -го единичного измерения меры для выбранного интервала температуры,  $K^{-1}$

$\bar{\alpha}$  - среднее арифметическое значение результатов измерений меры для выбранного интервала температуры,  $K^{-1}$

$S$ - среднее квадратическое отклонение результатов единичных измерений для выбранного интервала температуры не должно превышать утроенного значения величины доверительной границы абсолютной погрешности рабочего эталона 2-го разряда.

9.5.5 Относительная погрешность измерений ТКЛР, для каждого интервала температуры, вычисляют по формуле:

$$\Delta = \frac{|\bar{\alpha} - \alpha_m|}{\alpha_m} \times 100 \%$$

где:  $\alpha_m$  - значение ТКЛР меры для выбранного интервала температуры, приведенное в свидетельстве о поверке меры,  $K^{-1}$ .

9.5.6 Операции по пп. 9.5.2-9.5.5 произвести для рабочих эталонов 2-го разряда мер ТКЛР из молибдена (в диапазоне температуры от минус 180 °С до 400 °С) и меры ТКЛР из сплава «интерметаллид»  $Ni_3Al$  (в диапазоне температуры от 20 °С до 1100 °С).

Результаты испытаний считают положительными, если относительная погрешность измерений ТКЛР для каждой меры и каждого интервала температуры, не превышает  $\pm 5\%$ .

## 10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1. Результаты поверки dilatометра вносят в протокол, форма которого приведена в приложении А.

10.2. Положительные результаты поверки dilatометра оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на dilatометр, или выдают свидетельство о поверке по ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»

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 по ПР 50.2.006-94 После ремонта dilatометр подлежит повторной поверке.



ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(обязательное)  
Форма протокола поверки

НИО (НИЛ) № \_\_\_\_\_

ПРОТОКОЛ Поверки

№ \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

*Наименование прибора,  
тип*

*Заводской номер*

*Заказчик*

*Дата предыдущей поверки*

*Методика поверки*

*Средства поверки*

*Условия проведения поверки* температура окружающего воздуха, °С  
-относительная влажность воздуха, %  
-атмосферное давление, кПа

**Результаты поверки**

1. Результаты осмотра внешнего вида
2. Результаты опробования
3. Результаты определения абсолютной погрешности измерений температуры  
Таблица АЗ Определение абсолютной погрешности измерений в температуры

| Температура за-<br>дания, °С | Результаты измерений температуры, °С |   | Абсолютная погреш-<br>ность измерений тем-<br>пературы $\gamma_t$ , °С |  |
|------------------------------|--------------------------------------|---|--|--|
|                              | показания<br>Зав. №                  | ППО<br>измеренное значение<br>температуры |  |  |
|                              |                                      |   |  |  |
|                              |                                      |   |  |  |
|                              |                                      |   |  |  |

Поверитель

4. Результаты определения относительной погрешности измерений линейных приращений

Таблица А4 Результаты измерений длины концевой меры

| Действительная длина концевой меры по свидетельству, мм; | Измеренное значение длины концевой меры, мм | Относительная погрешность измерений линейных приращений ( $\gamma_L$ ), % |
|--|---|---|
|  |   |   |
|  |   |   |
|  |   |   |

5 Результаты определения относительной погрешности измерений ТКЛР

Таблица А5.1- Результаты измерений меры ТКЛР

| Температура $t_i$ , °С              | ТКЛР меры в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °С, $\alpha_{cp} \times 10^6$ , К <sup>-1</sup> | Измеренное значение ТКЛР меры в диапазоне $(20 \pm t_i)$ °С, $\alpha_{cp} \times 10^6$ , К |               |               |         | СКО результатов единичных измерений $S \times 10^7$ , К <sup>-1</sup> . | Относительная погрешность измерений ТКЛР, % |
|-------------------------------------|--|--|---------------|---------------|---------|---|---|
|                                     |  | 1 определение  | 2 определение | 3 определение | среднее |   |   |
|                                     |  |  |               |               |         |   |   |
|                                     |  |  |               |               |         |   |   |
|                                     |  |  |               |               |         |   |   |
| Температура окружающего воздуха, °С |  |  |               |               |         |   |   |
| Относительная влажность воздуха %   |  |  |               |               |         |   |   |
| Атмосферное давление, кПа           |  |  |               |               |         |   |   |

Поверитель

