

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

Зам. дир.
Е.П. Кривов
Доверенн
от 11 мая 2016



«1» июня 2016 г.

АНАЛИЗАТОРЫ ДИНАМИЧЕСКИЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ МОДИФИКАЦИЙ RSA-G2 и DMA Q800

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0035-2016

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) анализаторов динамических механических модификаций RSA-G2 и DMA Q800 (далее - анализаторы), изготовленных фирмой «TA Instruments», США.

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

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

1.4. Интервал между поверками – 1 год.

1.5. По письменному обращению владельца экземпляра СИ возможна поверка аппарата в ограниченном диапазоне температур и ограниченном диапазоне линейных приращений.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ OIML R111-1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E₁, E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃ и M₃ Часть 1. Метрологические и технические требования

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

- ГОСТ 8.577-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений линейных ускорений и плоского угла при угловом перемещении твердого тела

- ГОСТ 8.558-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры

- ГОСТ 8.640-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений силы.

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

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

- ГОСТ 30679-99. Термометры сопротивления платиновые эталонные 1-го и 2-го разрядов. Общие технические требования

- ГОСТ Р 55223-2012 Динамометры. Общие метрологические и технические требования

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 Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № от 25 марта 2014 года N 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. Анализаторы динамические механические модификаций RSA-G2 и DMA Q800 (далее - анализаторы) предназначены для измерения температуры и линейных размеров различных материалов под воздействием статической или динамической нагрузки.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки анализаторов 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
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры	9.3	да	да**)
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений линейных размеров образцов	9.4	да	да**)
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений силы	9.5	да	да**)
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений частоты*)	9.6	да	да**)

*) Операция проводится только для модификации RSA-G2

***) Операция проводится по заявке заказчика поверки

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.	Эталонный 3-го разряда платиновый термометр сопротивления, диапазон температуры от минус 195 °С до 600 °С по ГОСТ 8.558.
9.3	Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений от 0 до 300 Ом, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm(1 \cdot 10^{-5} \cdot R + 1 \cdot 10^{-3})$ Ом
9.4	Меры длины концевые плоскопараллельные, в диапазоне от 0,5 до 100 мм по ГОСТ 9038;
9.5	Набор гирь класса точности М1 (1мг-5г) и набор гирь класса точности М ₁ (1г-500г) по ГОСТ OIML R111-1; Динамометр электронный 2-го разряда по ГОСТ 8.640, ГОСТ Р 55223 с диапазоном измерений от 10Н до 100Н
9.6	Государственный рабочий эталон 1 разряда единицы линейного ускорения в диапазоне от минус 1000 до 1000 м/с ² по ГОСТ 8.577

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.

Допускается поверка в более узком диапазоне измерений в соответствии с заявкой заказчика поверки.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке прибора допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ анализатора и допущенные к работе в качестве поверителей СИ в области теплофизики.

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 Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № 116 от 25 марта 2014 года «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 анализатору производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

- температура окружающего воздуха: $(23 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$;
- 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 должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать технической документации на данную модификацию прибора;
- изделия, входящие в состав термоанализатора, не должны иметь механических повреждений;

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

9.2. Опробование (Проверка функционирования анализатора).

9.2.1. При опробовании проверяют работоспособность анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него.

Для этого:

- убедитесь, что все составные части анализатора правильно соединены друг с другом;
- включите термостат и измерительный блок и дайте прогреться прибору 45 мин;
- включите на прогрев контроллер и компьютер за 30 мин. до начала опробования;
- установите один из зажимов из комплектации анализатора;
- запустите программу инициализации анализатора с персонального компьютера (в процессе инициализации анализатор определяет начальное положение зажима).

Если после опробования (инициализации анализатора) 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 анализатора, представленного на испытание, с идентификационным данным, приведенным в технической документации:

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

Для определения номера версии ПО «TRIOS» выполняют следующую последовательность действий:

1) Из меню Start выбираем команду Run и набираем в появившемся окне "cmd" (без кавычек)

2) В появившемся окне командного интерпретатора вводим команду `cd "c:\Program Files\TA Instruments TRIOS\TRIOS.exe` и нажимаем Enter для запуска ПО «TRIOS»

3) В верхней части главного окна отображается номер текущей версии ПО.

9.3. Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

9.3.1. Абсолютную погрешность измерений температуры определяют с помощью эталонного платинового термометра сопротивления ЭТС 100 (далее - термометр), который размещается в рабочей камере анализатора, таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительного термометра сопротивления анализатора. Выводы от термометра подключить к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.2. Включить анализатор в режим охлаждения до минус 150 °С с последующим нагревом до 600 °С и зафиксировать показания измерительного термометра сопротивления анализатора ($T_{изм}$) и термометра ($T_{эт}$) в контрольных точках минус 150 °С, 0 °С, плюс 150 °С, плюс 300 °С, плюс 450 °С и плюс 600 °С.

9.3.3. Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры δ_i в каждой точке по формуле:

$$\delta_i = T_{изм} - T_{эт} \quad (1),$$

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

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

δ_i – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.4. Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений температуры δ_i во всех контрольных точках не превышает $\pm 1,0$ °С.

9.4. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений линейных размеров.

9.4.1. Диапазон измерений и относительную погрешность измерений линейных размеров определяют с помощью мер длины концевых плоскопараллельных без механических нагрузок.

9.4.1.1. В держатель образца анализатора установить меру длины концевую плоскопараллельную номиналом 1,000 мм.

9.4.1.2. Запустить процесс измерения длины меры.

9.4.1.3. После регистрации значения измеренной длины, не вынимая меру из держателя образца, принять это положения держателя за нулевое.

9.4.1.4. Извлечь меру номиналом 1,000мм из держателя образца и установить в держатель меру с номиналом 1,005мм.

9.4.1.5. Запустить процесс измерения длины меры.

9.4.1.6. Извлечь меру номиналом 1,005мм из держателя образца первоначальное положение держателя принять за нулевое и установить в держатель меру с номиналом 1,5мм.

9.4.1.7. Запустить процесс измерения длины меры.

9.4.1.8. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений линейных размеров образцов (Δ):

$$\Delta = \frac{|l_{эт} - l_{изм}|}{l_{эт}} \times 100\% \quad (2), \text{ для мер номиналом 1,000мм и 1,500 мм}$$

$$\Delta = \frac{|0,005 - L_{изм}|}{0,005} \times 100\% \quad (3), \quad \text{для меры номиналом 1,005мм}$$

где $L_{ат}$ - значение длины эталонной меры длины концевой плоскопараллельной, приведенное в свидетельстве о поверке меры;

$L_{изм}$ – измеренное значение длины меры длины концевой плоскопараллельной.

Расхождения между измеренными значениями длин эталонных мер длины концевых плоскопараллельных, полученными в результате ее измерения на испытываемом анализаторе и данными свидетельства о поверке данной меры не должно превышать $\pm 3\%$.

9.5. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений силы.

9.5.1. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений силы для анализатора модификации RSA-G2

9.5.1.1. Диапазон измерений и относительную погрешность измерений силы определяют с помощью набора гирь без механических нагрузок.

9.5.1.2. Подвесить за чувствительную часть держателя образца гирю номиналом 50мг.

9.5.1.3. Запустить процесс измерения силы тяжести гири.

9.5.1.4. Выполнить действия по пп. 9.5.2-9.5.3 для гирь номиналом 500 г, 1 кг и 2 кг

9.5.1.4.1. Для определения максимального значения диапазона измерений силы необходимо взвесить подвешенные одновременно гири номиналом 500 г, 1 кг и 2 кг

9.5.1.5 По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений силы (Δ):

$$\Delta = \frac{|F_{гэт} - F_{изм}|}{F_{гэт}} \times 100\% \quad (4),$$

где $F_{изм}$ – измеренное значение силы тяжести гири;

$F_{гэт}$ - значение силы тяжести гири эталонной, рассчитанное по формуле:

$$F_{гэт} = m_{эт} \cdot g \quad (5),$$

где $m_{эт}$ значение массы гири эталонной, приведенное в сертификате калибровки гири; g – ускорение свободного падения.

Расхождения между измеренными значениями силы тяжести гири эталонной, полученными в результате ее измерения на испытываемом анализаторе и значениями рассчитанными по формуле (5) не должны превышать $\pm 3\%$.

9.5.2. Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений силы для анализатора модификации DMA Q800.

9.5.2.1. Определение относительной погрешности измерений силы в диапазоне измерений силы от 0,0005Н до 10Н.

9.5.2.1.1. Относительной погрешности измерений силы определяют с помощью набора гирь без механических нагрузок.

9.5.2.1.2. Зафиксировать подвижную часть держателя образца и установить на неё гирю номиналом 50мг.

9.5.2.1.3. Запустить процесс измерения зависимости положения подвижной части держателя образца от подаваемой на неё силы.

9.5.2.1.4. Зарегистрировать силу ($F_{изм}$), подаваемую на подвижную часть держателя образца в момент изменения положения держателя образца.

9.5.2.1.5. Выполнить действия по пп. 9.5.2.1.2 – 9.5.2.1.4 для гирь номиналом 100г и 500г.

9.5.2.1.6. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений силы (Δ):

$$\Delta = \frac{|F_{гэт} - F_{изм}|}{F_{гэт}} \times 100\% \quad (6),$$

где $F_{изм}$ – измеренное значение силы тяжести гири;

$F_{гэт}$ - значение силы тяжести гири эталонной, рассчитанное по формуле:

$$F_{гэт} = m_{эт} \cdot g \quad (7),$$

где $m_{эт}$ – значение массы гири эталонной, приведенное в сертификате калибровки гири;
 g – ускорение свободного падения;

Расхождения между измеренными значениями силы тяжести гири эталонной, полученными в результате ее измерения на испытываемом анализаторе и значениями, рассчитанными по формуле (7) не должны превышать $\pm 3 \%$.

9.5.2.2. Определение относительной погрешности измерений силы в диапазоне измерений силы от 10Н до 18Н

9.5.2.2.1. Относительной погрешности измерений силы определяют с помощью динамометра 2-го разряда.

9.5.2.2.2. Установить в держатель образца анализатора динамометр.

9.5.2.2.3. Подать на чувствительный элемент динамометра силу 10Н.

9.5.2.2.4. Зарегистрировать значение силы, измеренное динамометром.

9.5.2.2.5. Выполнить действия по пп. 9.5.2.2.3 – 9.5.2.2.4 для силы 14Н и 18Н.

9.5.2.2.6. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений силы (Δ):

$$\Delta = \frac{|F_{эт} - F_{изм}|}{F_{эт}} \times 100\% ,$$

где $F_{эт}$ – значение силы, зафиксированное динамометром 2-го разряда;

$F_{изм}$ – значение силы, приложенной анализатором на динамометр.

Расхождения между значениями силы, приложенной анализатором на динамометр и показаниями динамометра 2-го разряда не должно превышать $\pm 3 \%$.

9.5.3. Анализатор считается выдержавшим испытание, если относительная погрешность измерений силы не превышает $\pm 3,0 \%$

9.6 Определение диапазона измерений и относительной погрешности измерений частоты.

9.6.1. Диапазон измерений и относительную погрешность измерений частоты определяют с помощью государственной рабочей эталона 1 разряда единицы линейного ускорения в диапазоне-1000 ... 1000м/с²(далее - акселерометр).

9.6.1.1. Зафиксировать в держателе образца акселерометр.

9.6.1.2. Подавать на подвижный элемент держателя образца анализатора частоту 1Гц в течении 10 секунд.

9.6.1.3. Зарегистрировать значение частоты, измеренное акселерометром.

9.6.1.4. Выполнить действия по пп. 9.6.1.2 – 9.6.1.3. для частот 1Гц, 10Гц и 100Гц

9.6.1.5. По результатам всех измерений определяют относительную погрешность измерений частоты (Δ):

$$\Delta = \frac{|v_{эт} - v_{изм}|}{v_{эт}} \times 100\% ,$$

где $v_{эт}$ – значение частоты, зафиксированное акселерометром;

$v_{изм}$ – значение частоты, заданное анализатором.

Расхождения между значениями частоты, заданной анализатором и показаниями акселерометра не должно превышать $\pm 1 \%$.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

10.2. Положительные результаты поверки анализатора оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на корпус анализатора, 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 анализатор к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке

аннулируют. Анализатор 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 анализатор подлежит первичной поверке.

10.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в виде голографической наклейки и (или) оттиска поверительного клейма.

Разработчик методики поверки:

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



Т.А. Компан

Младший научный сотрудник



Н.Ф. Пухов

**Приложение А
(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 температуры

Результаты измерений Тэт.	Результаты измерений, T_i , °С	Абсолютная погрешность измерений температуры δ_i , °С

4. Результаты определения относительной погрешности измерений линейных размеров образцов

Результаты измерений Lэт.	Результаты измерений, L_i , мм	Относительная погрешность измерений линейных размеров δ_i , %

5. Результаты определения относительной погрешности измерений силы

Результаты измерений Fэт.	Результаты измерений, F_i , мм	Относительная погрешность измерений силы δ_i , %

