


**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
(ФГУП «УНИИМ»)**

**Утверждаю**  
**Директор ФГУП «УНИИМ»**  
**С.В. Медведевских**  
\_\_\_\_\_ 2018 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**  
**Анализаторы температуры плавления МР**  
**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
**МП 08-241-2018**

**Екатеринбург**

**2018**

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М.П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА ФГУП «УНИИМ» в марте 2018 г.**

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.....</b>	<b>6</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>7</b>
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК .....	7
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....</b>	<b>11</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>13</b>

Дата введения в действие: март 2018 г.

## **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы температуры плавления МР (далее – анализаторы) производства фирмы «Mettler-Toledo GmbH», Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов МР должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

## **2 Нормативные ссылки**

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 2768-84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия

### 3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик			
3.1 Проверка абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2°С/мин с применением стандартных образцов	8.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0°С/мин с применением чистых веществ	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона измерений температуры	8.3.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

### 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- термометр сопротивления платиновый эталонный 3-го разряда малогабаритный ТСП-ОМ, диапазон измерений температуры от минус 40 до 420 °С по ГОСТ 8.558;
- измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05 05 с диапазоном измерения температуры в зависимости от R0: - R0=10 Ом (-200 - 962) °С; R0=50 Ом (-200 - 962) °С; R0=100 Ом (-200 - 500) °С и с абсолютной погрешностью измерения температуры в зависимости от R0: R0=10 Ом  $\pm(0,015+10^{(-5)}*t)$  °С; R0=50 Ом  $\pm(0,005+10^{(-5)}*t)$  °С; R0=100 Ом  $\pm(0,004+10^{(-5)}*t)$  °С;
- стандартный образец температуры плавления бензофенона ГСО 7894-2001 с аттестованным значением температуры плавления в диапазоне от 47,6 до 48,6 °С и с погрешностью аттестованного значения  $\pm 0,2$  °С;

- стандартный образец температуры плавления бензойной кислоты ГСО 7896-2001 с аттестованным значением температуры плавления от 122,1 до 122,9 °С и с погрешностью аттестованного значения  $\pm 0,2$  °С;

- стандартный образец температуры плавления кофеина ГСО 7895-2001 с аттестованным значением температуры плавления в диапазоне от 235,0 до 237,0 °С и с погрешностью аттестованного значения  $\pm 0,3$  °С;

- барометр-анероид метрологический БАММ-1 с диапазоном измерений атмосферного давления от 80 до 106 кПа с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,2$  кПа;

- ацетон высшего сорта по ГОСТ 2768;

- этиленгликоль высшего сорта по ГОСТ 19710;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

## **5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей**

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

## **6 Условия проведения поверки**

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- |   |             |
|---|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С                             | от 10 до 35 |
| - относительная влажность воздуха, (при $t = 31$ °С), %, не более | 80          |

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее - РЭ).

7.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготовить в соответствии с РЭ.

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

### 8.2 Опробование.

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование ПО идентифицируется при включении анализатора или при обращении к соответствующему подпункту меню. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение	
	Модификации	MP55
Идентификационное наименование ПО	MP FW	MP FW
Номер версии ПО, не ниже	2.XX	2.XX
Цифровой идентификатор ПО	-	-


### 8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

8.3.1.1 Проверку абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления провести с использованием термометра сопротивления по п. 4.

Измерения проводят в пяти точках температурного диапазона анализатора, включая крайние точки диапазона измерений.

8.3.1.2 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.

8.3.1.3 Войти в окно меню "Домашняя стр", нажать одну из кнопок "Home" , расположенных по обе стороны от сенсорного дисплея анализатора.


8.3.1.4 Активировать последовательно клавиши "Вручную"→"Ручной метод". В поле "Режим измерения" выбрать "Точка плавления", "Точка кипения", "Точка помутнения" или "Точка промежуточного плавления";

Ввести требуемые значения параметров:

- в поле "Нач. температура" ввести значение начальной температуры анализа ( $T_i - 1$ ) °С;
- в поле "Время ожидания" ввести 80 секунд;
- в поле "Скорость нагрева" ввести 0,2 °С/мин при измерении температуры плавления и промежуточной температуры плавления; 1,0 °С/мин при измерении температуры кипения и температуры помутнения;
- 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.

8.3.1.5 Запустить созданный ручной метод, нажать кнопку "Старт", дождаться появления на сенсорном дисплее сообщения "Достигнута Т нач." и снять показания с измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05 05;

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

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

8.3.1.7 Значение погрешности определить, как разность между средним значением температуры  $T$  нач. и  $T$  конеч., и средним из двух показаний эталонного термометра по формуле

$$\Delta_{ij} = \left| \bar{T}_{ij} - \bar{T}_{Aij} \right|, \quad (1)$$

где  $\Delta_{ij}$  - абсолютная погрешность измерений в  $i$ -ой точке диапазона измерений  $j$ -ой температуры: температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин); промежуточной температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин); температуры кипения (скорость нагрева 1,0 °С/мин); температуры помутнения (скорость 1 °С/мин), °С;

$\bar{T}_{ij}$  - среднее арифметическое значение между начальным и конечным измеренными значениями в  $i$ -ой точке диапазона измерений  $j$ -ой температуры, °С;



$\bar{T}_{Aij}$  - среднее арифметическое значение двух измерений, выполненных с использованием термометра сопротивления и измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05 05 по п. 4, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерений температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин; в режиме измерений температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин; в режиме измерений промежуточной температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин; в режиме измерений температуры помутнения при скорости нагрева 1,0 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов

Проверку абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления провести с использованием стандартных образцов (далее ГСО) температуры плавления по п. 4.

8.3.2.1 Задать начальную температуру плавления и скорость нагрева 0,2 °С/мин, выполнить действия согласно требований РЭ.

8.3.2.2 Заполнить измерительную ячейку прибора первым образцом вещества ГСО 7894-2001, действовать в соответствии с РЭ.

8.3.2.3 Выполнить измерение температуры плавления анализатором, действовать в соответствии с РЭ не менее трех раз.

8.3.2.4 Повторить операции по пунктам 8.3.2.1 - 8.3.2.3 для ГСО 7896-2001 и ГСО 7895-2001.

8.3.2.5 Абсолютную погрешность в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин вычисляют как разность между измеренным значением и значением по данным паспорта на ГСО по формуле

$$\Delta_{ki,плав} = \left| T_{ki,плав} - T_{Ai,плав} \right|, \quad (2)$$

$\Delta_{ki,плав}$  - абсолютная погрешность в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин для  $i$ -го ГСО, °С;

$T_{ki,плав}$  -  $k$ -ое измеренное значение температуры плавления на анализаторе для  $i$ -го ГСО, °С;

$T_{Ai,плав}$  - аттестованное значение температуры плавления, указанное в паспорте для  $i$ -го ГСО, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин с применением чистых веществ

Проверку абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин провести с использованием чистых веществ по таблице 3.

Таблица 3 – Температуры кипения веществ при нормальном давлении 101325 Па<sup>1</sup>

№ п/п	Вещество	Температура кипения, °С
1	Ацетон	56,2
2	Вода	100,0
3	Этиленгликоль	198,0

8.3.3.1 Задать начальную температуру плавления и скорость нагрева 1,0 °С/мин, выполнить действия согласно требований РЭ.

8.3.3.2 Заполнить измерительную ячейку анализатора первым образцом вещества по таблице 3, действовать в соответствии с РЭ.

8.3.3.3 Выполнить измерение температуры кипения анализатором, действовать в соответствии с РЭ не менее трех раз.

8.3.3.4 Повторить операции по пунктам 8.3.3.1 - 8.3.3.3 для других веществ по таблице 3.

8.3.3.5 Абсолютную погрешность в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин вычислить как разность между измеренным значением и значением по таблице 3 по формуле

$$\Delta_{i,кип} = |T_{ki,кип} - T_{Ai,кип}|, \quad (3)$$

$\Delta_{i,кип}$  - абсолютная погрешность в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин для  $i$ -го чистого вещества по таблице 3, °С;

$T_{ki,кип}$  -  $k$ -ое измеренное значение температуры кипения на анализаторе для  $i$ -го чистого вещества по таблице 3, °С;

$T_{Ai,кип}$  - значение температуры кипения для  $i$ -го чистого вещества<sup>1</sup>, °С.

Результат поверки считается положительным, если значения абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин не превышают пределов, указанных в таблице 4.

<sup>1</sup> Справочник. Физические величины /А.П. Бабичев, Н.А. Бабушкина, А.М. Братковский и др.; Под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с. – ISBN 5-283-04013-5

Таблица 4 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики	
	MP55	MP80
Диапазон измерений температуры плавления, °С	от 25 до 300 включ.	от 25 до 350 включ.
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин, °С, в диапазоне: - от 25 до 200 °С включ. - св. 200 °С		± 0,2 ± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин, °С	-	± 0,5
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре) при скорости нагрева 0,2°С/мин, °С		± 0,4
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры помутнения при скорости нагрева 1,0 °С/мин, °С	-	± 0,4

8.3.4 Если анализатор используется не во всех диапазонах измерений, допускается периодическую поверку проводить в одном или нескольких диапазонах измерений с указанием этих поддиапазонов измерений в свидетельстве о проверке. В этом случае поверку абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления провести в трех точках используемого поддиапазона измерений (провести измерения в начале, середине и в конце используемого поддиапазона измерений).

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на переднюю панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

**Разработчик:**

**И. о. зам. зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»**



**М.П. Крашенинина**

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

#### ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы температуры плавления МР, модель \_\_\_\_\_, зав № \_\_\_\_\_  
 Документ на поверку: МП 08-241-2018 «ГСИ. Анализаторы температуры плавления МР. Методика поверки».

#### Информация об использованных средствах поверки:

##### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_
- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

##### Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

Значение температуры по показаниям эталонного СИ, °C	№	Значение температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре) по показаниям анализатора, °C	Абсолютная погрешность измерений температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре), °C	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры плавления/ кипения/ помутнения/ промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре), °C
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			



Таблица А.2– Результаты проверки абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов

Аттестованное значение температуры плавления СО, °С	№	Значение температуры плавления по показаниям анализатора, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры плавления, °С	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры плавления, °С
	1			
	2			
	3			

Таблица А.3 – Результаты проверки абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин с применением чистых веществ

Аттестованное значение температуры кипения СО, °С	№	Значение температуры кипения по показаниям анализатора, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры кипения, °С	Нормируемые значения абс. погрешности результатов измерений температуры кипения, °С
	1			
	2			
	3			

Таблица А.4 – Результаты проверки диапазонов измерений температуры плавления, кипения, помутнения, промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре)

Полученные значения диапазона измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_