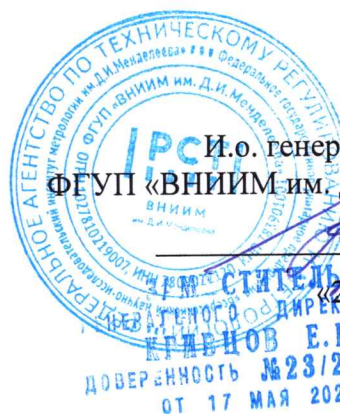


Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
«25» октября 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕРА ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ РЕПЕРНОЙ ТОЧКИ ПАЛЛАДИЯ
Методика поверки

МП 2411-0188-2021

Заместитель руководителя
лаборатории термометрии

В.М. Фуксов В.М. Фуксов

Санкт-Петербург
2021

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на меру температуры плавления реперной точки палладия (далее – мера), предназначенную для реализации реперной точки температурной шкалы МТШ-90 – фазового перехода плавления палладия и использования в качестве рабочего эталона 0-го разряда по ГОСТ 8.558-2009, часть 2, при передаче единицы температуры средствам измерений 1-го и 2-го разрядов. Мера изготовлена Западно – Сибирским филиалом ФГУП «ВНИИФТРИ», г. Новосибирск.

1.2 Методика поверки должна обеспечивать прослеживаемость меры к государственному первичному эталону единицы температуры ГЭТ 34 – 2020.

1.3 Метод поверки основан на сличении температуры плавления меры с значением 1554,8 °С эталона-копии.

1.4 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.

Нормативные документы:

ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры, часть 2.

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 меры	7	Да	Да
2 Определение метрологических характеристик меры	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	от +15 до +25
- относительная влажность, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	101,1±3,0

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

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

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Номер пункта документа по поверке	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 %, от 90 до 98 % ± 3 %, температуры $\pm 0,3$ °С, атмосферного давления $\pm 2,5$ гПа
10	Государственный вторичный эталон единицы температуры (эталон-копия) в диапазоне от минус 189,3442 °С до +1768,2 °С
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 При проведении поверки необходимо соблюдать:

- требования безопасности, которые предусматривают «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» ПОТ РМ-016-2001;
- указания по технике безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на эталонные средства измерений и средства поверки;
- указания по технике безопасности, приведенные в эксплуатационной документации поверяемых СИ.

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

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Внешний вид, комплектность, маркировка, упаковка должны удовлетворять требованиям представленному комплекту документации, ГОСТ 18390-73 «Проволока из палладия и его сплавов. Технические условия».

Результат внешнего осмотра считают положительным, если выполняются вышеуказанные требования.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 В соответствии с эксплуатационной документацией подготовить средства поверки для проведения измерений, проверить соблюдение требований п.3.1.

8.2 Опробование не требуется

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение поправки к значению температуры, воспроизводимой с помощью меры, относительно значения температуры плавления палладия по МТШ-90.

9.1.1 Определение значения температуры плавления меры выполняют с помощью аппаратуры эталона-копии температуры в диапазоне от 0,01 °С до 1768,1 °С. В качестве эталонных СИ

используют платинородий-платинородиевые термопреобразователи и высокотемпературную печь с регулируемой температурой, в качестве навески – отрезок проволоки меры. Температуру полости высокотемпературной печи устанавливают в области ± 2 °С от предполагаемого значения температуры плавления палладия, исходя из документа Консультативного комитета по термометрии по вторичным реперным точкам МТШ-90 (Metrologia 1996, №33, стр.133-154). Температуру полости изменяют с шагом 0,5-1,0 °С. Каждое значение определяют неконтактным методом и регистрируют соответствующее ему показание ТЭДС платинородий-платинородиевого термопреобразователя. ТЭДС платинородий-платинородиевого термопреобразователя при плавлении палладия методом малых навесок определяют в предварительном эксперименте. Значение температуры плавления палладия определяют исходя из равенства значений ТЭДС, которые получены при плавлении палладия методом малых навесок (п.9.4.3 ГОСТ Р 8.779-2012), и в полости печи при соответствующем значении температуры.

9.1.2 Поправку к значению температуры плавления палладия определяют как разность между полученным значением и значением, приписанным по МТШ-90.

9.1.3 Результат определения считают положительным, если значение поправки к значению температуры плавления палладия находится в пределах $\pm 0,5$ °С

9.2 Определение среднеквадратического отклонения (СКО) суммарной погрешности значения температуры плавления палладия.

9.2.1 СКО суммарной погрешности определения значения температуры включает СКО суммарной погрешности определения температуры в полости печи (неконтактным способом) (S_{Π}), СКО суммарной погрешности определения ТЭДС платинородий-платинородиевого термоэлектрического преобразователя при плавлении навески (S_T) и СКО суммарной погрешности прибора для измерений ТЭДС (S_{np}).

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\Pi}^2 + S_T^2 + S_{np}^2}$$

9.2.2 Результат определения считают положительным, если значение СКО суммарной погрешности значения температуры плавления палладия не более 0,5 °С.

9.2.3 Доверительную погрешность воспроизведения температуры с использованием меры при доверительной вероятности 0,95 вычисляют по формуле:

$$\delta = 2 \cdot S_{\Sigma}$$

9.2.4 Результат считают положительным, если значение доверительной погрешности не более 1,0 °С.

10 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Для подтверждения соответствия метрологических характеристик меры температуры плавления реперной точки палладия обязательным метрологическим требованиям используют значение суммарного СКО сличения с эталоном – копией при температуре 1554,8 °С, определенное в соответствии с пунктом 9.2 настоящей методики.

10.2 Алгоритм принятия решения о соответствии метрологических характеристик меры температуры плавления реперной точки палладия 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 При температуре плавления палладия суммарное СКО результата сличений с эталоном – копией при трех независимых измерениях должно быть: не более 0,5 °С.

10.2.3 Если значения суммарного СКО всех результатов сличений с эталоном -копией, определенные в соответствии с пунктом 9.2, удовлетворяют требованию пунктов 10.2.1 и 10.2.2, выполнены требования пунктов 4, 7, 9 настоящей методики, то принимают решение о соответствии меры температуры плавления реперной точки палладия обязательным метрологическим требованиям.

Если хотя бы одно из значений суммарного СКО результата сличений с эталоном-копией, полученные по пункту 9.2, не удовлетворяют требованиям пунктов 10.2.1 и 10.2.2 и/или требования пунктов 4, 7, 9 настоящей методики не выполнены, то принимают решение о несоответствии меры температуры плавления реперной точки палладия обязательным метрологическим требованиям.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

По заявлению владельца меры или лица, представившего ее на поверку при положительных результатах поверки и при наличии сведений о результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений, 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 (в случае его оформления) и (или) в паспорт.

ПРОТОКОЛ № _____
первичной (периодической) поверки

Наименование прибора, тип	Мера температуры плавления реперной точки палладия
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер	№ 232216, моток № 684
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	ИНН
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	

Место проведения поверки _____

Вид поверки Периодическая (первичная)

Методика поверки МП 2411-0188-2021 «ГСИ. Мера температуры плавления реперной точки палладия. Методика поверки», согласованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 25.10.2021 г.

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер	Метрологические характеристики	

Условия поверки

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °C		
Относительная влажность воздуха, %		

Результаты поверки

1 Внешний осмотр _____

2 Результаты определения метрологических характеристик

Таблица 1 - Определение значения температуры плавления поверяемого образца Pd

Номер площадки плавления Pd	ТЭДС, (мВ)	T, (°C)	СКО (°C)
1			
2			
3			
Среднее знач.			

Таблица 2 - Определение поправки к значению температуры, воспроизводимой поверяемым образцом Pd относительно значения по МТШ-90

Реперная точка, (°C)	Значение поправки температуры, воспроизводимой поверяемым образцом Pd, относительно 1554,8 °C по МТШ-90, (°C)	Доверительная погрешность при доверительной вероятности P=0,95, (°C)
Pd		

Вывод: мера температуры плавления реперной точки палладия признана пригодной к применению в составе рабочего эталона единицы температуры 0-го разряда по ГОСТ 8.558 – 2009, часть 2. Результаты измерений прослеживаются к Государственному первичному эталону единицы температуры.

Поверитель _____
Дата проведения поверки « ____ » _____ 2021 г.