## ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ» (ФГУП «ВНИИМС»)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

но произволственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

2019 г.

# Преобразователи термоэлектрические одноразового применения серии Positherm

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

MΠ 207-034-2019

Настоящая методика распространяется на преобразователи термоэлектрические одноразового применения серии Positherm (далее – ТП), изготовленные ООО «ХЭН Челябинск», Россия, и предназначенные для измерения температуры расплавленного металла путем их кратковременного погружения.

Данная методика устанавливает методику первичной поверки ТП. Периодической поверке ТП не подлежат.

## 1 Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.1 Таблица 1.1

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при поверке
1 Определение ТЭДС ЧЭ	6.1	Да
2 Внешний осмотр ТП	6.2	Да

1.2. После изготовления ТП готовые изделия проверяют выборочно в соответствии с п.6.2 по одноступенчатому выборочному плану для специального контрольного уровня S-1 при приемлемом уровне качества (AQL) равным 4,0 по ГОСТ Р ИСО 2859-1-2007 «Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества».

В зависимости от объема партии, количество представленных ТП выбирается согласно таблице 1.2.

Таблица 1.2

Объем партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число Ас	Браковочное число Re
от 501 до 1200	5	0	1
от 1201 до 3200	5	0	1
от 3201 до 10000	5	0	1
от 10001 до 35000	5	0	1
от 35001 до 150000	8	1	2
от 150001 до 500000	8	1	2

#### 2 Средства поверки

- 2.1 При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, перечень которых приведён в таблице 2.1.
- 2.2 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке или оттиски поверительных клейм. Испытательное оборудование должно быть аттестовано.

Таблица 2.1

Номер	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного			
пункта	средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего техни-			
методики	ческие требования и (или) метрологические и основные технические характеристики			
поверки	средства поверки (или регистрационный $№)^{1)}$			
	Рабочий эталон 1, 2-го разряда по ГОСТ 8.558-2009 - преобразователь термоэлек-			
	трический платинородий-платинородиевый эталонный ПРО (Регистрационный Л			
	41201-09);			
	Рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.558-2009 - преобразователь термоэлектрический эталонный ТППО (Регистрационный № 19254-10);			
6.1	Прецизионный милливольтметр В2-99 (Регистрационный № 22532-02);			
	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05 (Регистрацион-			
	ный № 46432-11);			
	Термометр электронный лабораторный «ЛТ-300» (Регистрационный № 61806-15);			
	Печь высокотемпературная типа ВТП 1600-1;			
	Электрическая печь для градуировки термопар ППТ-1850;			

Номер	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного		
пункта	средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего техни-		
методики	ческие требования и (или) метрологические и основные технические характеристики		
поверки	средства поверки (или регистрационный $\mathfrak{N}_{2}$ )1)		
	Сосуд Дьюара, заполненный льдо-водяной смесью (для термостатирования свобод-		
	ных концов термоэлектродов);		
	Пробирки стеклянные длиной (150±10) мм, с внутренним диаметром (6,5±0,5) мм (для термостатирования свободных концов термоэлектродов); Двухканальные электроизоляционные трубки длиной (500±10) мм, диаметром 3-5		
	мм, диаметр каналов – не менее 0,9 мм;		
	Стандартные образцы свойств термоэлектродных материалов (СОТМ).		
	Платиновая и платинородиевая проволока диаметром 0,5 мм по ГОСТ 10821.		

Примечания

## 3 Требования к квалификации поверителей

3.1 Поверка приборов должна выполняться специалистами, прошедшими обучение в качестве поверителей данного вида средств измерений, ознакомленные с руководством по эксплуатации и освоившими работу с ТП.

### 4 Требования безопасности

- 4.1 При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в следующих документах:
- ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности;
  - «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей»;
  - «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок» ПОТЭУ (2014);
- требования разделов «Указания мер безопасности» эксплуатационной документации на применяемые эталонные средства измерений и средства поверки.

#### 5 Условия поверки и подготовка к поверке

- 5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:
- температура окружающего воздуха: от плюс 15 до плюс 25 °C;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление: от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст);
- частота питающей сети: (50±0,5) Гц.
- 5.2. Из комплектной партии на поверку должны предоставляться по два образца термоэлектродной проволоки длиной не менее 2 м. Образцы проволоки отбираются непосредственно на заводе-изготовителе чувствительных элементов ТП («Heraeus Electro-Nite International N.V.», Бельгия) специалистом лаборатории, проводящей поверку, из представленных катушек термоэлектродной проволоки, из которых будут изготавливаться ТП конкретной комплектной партии.

Образцы термоэлектродных проволок должны иметь маркировку с указанием: номера партии, марки проволоки, градуировки, количества проволоки в погонных метрах и диаметра проволоки.

К образцам проволоки должны прилагаться сертификаты калибровки изготовителя термоэлектродной проволоки и изготовителя ЧЭ («Heraeus Electro-Nite International N.V.», Бельгия), в котором должны быть обязательно отражены данные об отклонении ТЭДС от НСХ при температуре +1553,5 °C (реперная точка плавления палладия шкалы МТШ-90).

5.3. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Допускается применение средств поверки, не приведённых в таблице, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3.1. Образцы маркируются и подвергаются внешнему осмотру непосредственно на заводе-изготовителе чувствительных элементов ТП («Heraeus Electro-Nite International N.V.», Бельгия).

Внешним осмотром должно быть установлено:

- отсутствие крутых изгибов (допускается крупная волна с радиусом кривизны не менее 10 см);
  - отсутствие изломов, заусениц.
- 5.3.2. При неудовлетворительном результате осмотра, отбор образцов производится вторично. При повторном неудовлетворительном результате, проволока бракуется и дальнейшей поверке не подвергается.
- 5.3.3. Термоэлектродную проволоку обезжиривают спиртом и комплектуют в термопары (ЧЭ) с длиной термоэлектродных проволок не менее 2 м. Рабочий спай выполняют скруткой из 3...5 витков и сваривают аргонодуговой сваркой.
- 5.3.4. После этого изготовленные термопары отжигают в течение 30 мин электрическим током на воздухе в соответствии с ГОСТ 8.338-2002 «ГСИ. Преобразователи термоэлектрические. Методика поверки».
- 5.3.5 Часть термопары, погружаемую в печь, армируют чистыми цельными двухканальными электроизоляционными трубками, выполненными из оксида алюминия или из пирометрического фарфора, а концы термоэлектродов, выступающие из электроизоляционной трубки, помещают в гибкие электроизоляционные трубки диаметром до 2,5 мм.
- 5.3.6. Термопары складывают в общий пучок с эталонным термоэлектрическим преобразователем или с однотипными термоэлектродами, аттестованными в качестве стандартных образцов свойств термоэлектродных материалов (СОТМ), выравнивают по длине рабочие концы ЧЭ и обвязывают пучок в двух местах отрезками платинородиевой проволоки. Рабочие концы поверяемых ЧЭ и ЧЭ эталонных ТП вытягивают из электроизоляционных трубок на 12-15 мм и плотно связывают их друг с другом вблизи спаев несколькими витками платинородиевой проволоки, причем электрический контакт между отдельными термоэлектродами должен быть образован вместе их связки. Помещают пучок в пробирку из кварцевого стекла.
- 5.3.7. Оборудование и средства измерений готовят к работе в соответствии с описаниями и руководствами по их эксплуатации.

#### 6 Проведение поверки

- 6.1. Определение ТЭДС ЧЭ при заданных значениях температуры может быть проведено методом прямых измерений или методом поэлектродного сличения.
  - 6.1.1. Метод прямых измерений.

Определение ТЭДС ЧЭ проводят при температурах +1064,18±5 °C и +1553,5±5 °C.

- 6.1.1.1. В рабочее пространство печи вводят кварцевые пробирки с ТП, центрируют их и закрепляют в штативе таким образом, чтобы рабочие концы ЧЭ ТП находились в середине зоны с наименьшим градиентом температуры.
- 6.1.1.2. Проводят операции в соответствии с п.8.2.2 ГОСТ 8.338-2002, далее концы медных проводов подсоединяют к соответствующим клеммам измерительных приборов.
  - 6.1.1.3. ТЭДС ЧЭ ТП определяют в последовательности, указанной ниже.

Нагревают печь до заданного значения температуры, контролируя при этом температуру печи по показаниям эталонного ТП. При проведении измерений ТЭДС ЧЭ ТП температурный ход печи не должен превышать 0,4 °С/мин.

Цикл измерений осуществляют непрерывным отсчетом показаний: в прямой последовательности (от отсчета показаний ЧЭ эталонного ТП до отсчета показаний ЧЭ последнего поверяемого ТП), затем в обратной последовательности (от отсчета показаний ЧЭ последнего поверяемого ТП до отсчета показаний ЧЭ эталонного ТП) и т. д. до получения четырех отсчетов показаний ЧЭ эталонного ТП и ТЭДС ЧЭ каждого поверяемого ТП.

Интервалы времени между отсчетами показаний средств измерений во всем измерительном цикле должны быть примерно одинаковыми.

Результаты измерений вносят в протокол поверки.

По показаниям лабораторного электронного термометра определяют и вносят в протокол поверки значения температуры свободных концов, поверяемых ЧЭ и эталонного ТП, помещенных в термостатированную среду (сосуд Дьюара).

## 6.1.2. Метод поэлектродного сличения

Определение ТЭДС ЧЭ ТП проводят при температуре  $+1553,5\pm5$  °C методом поэлектродного сличения с ЧЭ эталонного ТП (или с однотипными термоэлектродами, аттестованными в качестве стандартных образцов свойств термоэлектродных материалов (СОТМ)) соответствующего типа в последовательности, указанной ниже.

Нагревают печь до заданного значения температуры, контролируя при этом температуру печи по показаниям эталонного ТП. При проведении измерений ТЭДС ЧЭ ТП температурный ход печи не должен превышать 2 °С/мин. Допускается применение печи с вторичной реперной температурной точкой МТШ-90 – точкой затвердевания палладия (+1554,8 °C).

Измеряют сначала ТЭДС ЧЭ эталонного ТП, затем ТЭДС термоэлектродов поверяемых ЧЭ относительно одноименных термоэлектродов ЧЭ эталонного ТП.

ТЭДС каждой пары термоэлектродов измеряют дважды: вначале измерения ведут в прямом порядке, переходя последовательно от ЧЭ первого поверяемого ТП к ЧЭ последнего поверяемого ТП, после чего измерения повторяют в обратном порядке, заканчивая цикл измерением ТЭДС ЧЭ эталонного ТП.

Все отсчеты ТЭДС ЧЭ ТП проводят до 10<sup>-3</sup> мВ. Все измеренные значения вносят в протокол поверки.

По показаниям лабораторного электронного термометра определяют и вносят в протокол поверки значения температуры свободных концов, поверяемых ЧЭ и эталонного ТП, помещенных в термостатированную среду (сосуд Дьюара).

- 6.1.3 Обработку результатов измерений проводят в соответствии с разделом 10 ГОСТ 8.338-2002.
- 6.1.4 При положительных результатах поверки (отклонения ТЭДС поверяемых ЧЭ от НСХ в проверяемых температурных точках не должны превышать допускаемые отклонения в соответствии с классом допуска по МЭК 60584/ГОСТ Р 8.585-2001, но не более  $\pm 2,0$  °C при  $\pm 1064,18\pm 5$  °C и не более  $\pm 3,0$  °C при  $\pm 1553,5\pm 5$  °C) комплектные партии термоэлектродной проволоки, из которых были взяты образцы для поверки, допускаются к изготовлению ТП.

## 6.2. Внешний осмотр ТП

При внешнем осмотре ТП готовых изделий устанавливают:

- соответствие внешнего вида и комплектности ТП данным приведенным в описании типа средства измерений, технической и эксплуатационной документации;
  - наличие заводского номера ТП;
- отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия, влияющих на работоспособность ТП.

Результат проверки положительный, если выполняются все вышеперечисленные требования. При оперативном устранении недостатков, замеченных при внешнем осмотре, поверка продолжается по следующим операциям.

Результаты выборочного контроля распространяются на всю партию ТП. Партию считают соответствующей требованиям настоящей методики, если число дефектных единиц в выборке меньше или равно приемочному числу и не соответствующей, если число дефектных единиц в выборке равно или больше браковочного числа. В случае признания партии несоответствующей требованиям, все ТП из данной партии подлежат индивидуальной поверке в соответствии с п.6.2 настоящей методики.

## 7 Оформление результатов поверки

- 8.1 Результаты первичной поверки ТП, изготовленных из комплектной партии термоэлектродной проволоки, представленной на поверку, оформляются протоколом.
- 8.2 При положительных результатах первичной поверки ТП, изготовленных из комплектной партии термоэлектродной проволоки, допускается дальнейшее изготовление термоэлектрических преобразователей из партии термоэлектродной проволоки, представленной на поверку.
- 8.3 При положительных результатах выборочного контроля партии готовых изделий в соответствии с Приказом № 1815 Минпромторга России от 02 июля 2015г. оформляется свидетельство о поверке на каждую единицу изделий, изготовленных из комплектной партии термоэлектродной проволоки, представленной на поверку, с указанием заводского номера. Свидетельство о поверке может быть оформлено в электронном виде с использованием электронно-цифровой подписи.
- 8.4 При отрицательных результатах поверки комплектная партия термоэлектродной проволоки, из которой были изготовлены термопары, представленные на поверку, к дальнейшему изготовлению термоэлектрических преобразователей не допускается.
- 8.5 При отрицательных результатах выборочного контроля партии готовых изделий в соответствии с Приказом № 1815 Минпромторга России от 02 июля 2015г. выписывается извещение о непригодности.

Разработчики настоящей методики:

Заместитель начальника отдела 207

ФГУП «ВНИИМС»

Е.В. Родионова

Начальник отдела 207 ФГУП «ВНИИМС»

А.А. Игнатов