

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»**

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



Е.П. Соби́на
" *ds* " 2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы температуры плавления МР/ДР**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 100-241-2021**

**Екатеринбург
2021**

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Медведевских М.Ю.
- 3 Согласована** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в декабре 2021 г.

Дата введения в действие: декабрь 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы температуры плавления МР/DP производства фирмы «Mettler-Toledo GmbH», Швейцария (далее - анализаторы).

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34-2020 согласно государственной поверочной схеме по ГОСТ 8.558-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры».

1.3 Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованием настоящей методики. Периодичность поверки – один раз в год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы следующие ссылки:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения предоставления содержащихся в нём документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

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

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

ГОСТ 427-75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 2768-84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1. Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7	да	да
Подготовка к поверке и опробование	8		
Проверка программного обеспечения	9	да	да
Проверка допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры фазовых переходов:	10.2		

Проверка допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), кипения, помутнения, каплепадения-размягчения с использованием термометра	10.2.1	да	нет
Проверка абсолютной погрешности в режиме измерений температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), помутнения, каплепадения-размягчения с применением ГСО	10.2.2	да	да
Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения (только для модели МР80)	10.2.3	да	да

3.2 Допускается проведение периодической поверки анализаторов в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца анализатора, оформленного в произвольной форме.

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

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25,
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

4.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать вибрация и сильные потоки воздуха, мешающие нормальной работе анализаторов.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Стандартные образцы температуры плавления	Стандартный образец температуры плавления бензофенона, ГСО 11070-2018, аттестованное значение температуры плавления от 47,6 до 48,6 °С, абс. погрешность $\pm 0,2$ °С, Стандартный образец температуры плавления бензойной кислоты, ГСО 11071-2018, аттестованное значение температуры плавления от 122,1 до 122,9 °С, абс. погрешность $\pm 0,2$ °С, Стандартный образец температуры плавления кофеина ГСО 7895-2001, аттестованное значение температуры плавления от 235,0 до 237,0 °С, абс. погрешность $\pm 0,3$ °С
Термометр сопротивления платиновый эталонный малогабаритный ТСП-ОМ	Рабочий эталон 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009 диапазон измерений температуры от минус 40 до 420 °С, диаметр погружаемой части не более 1,5 мм

Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05	Диапазон измерения температуры (от -200 до + 500) °С при R0=100 Ом и с абс. погрешность измерения температуры $\pm(0,004+10^{-5}\cdot t)$ °С
Гигрометр Rotronic HygroPalm	Диапазон измерений температуры от минус 50 до +100 °С, абс. погрешность $\pm 0,1$ °С диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, абс. погрешность ± 1 %
Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144
Ацетон	высшего сорта по ГОСТ 2768
Этиленгликоль	высшего сорта по ГОСТ 19710

5.2. Эталоны, применяемые для поверки, должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа, средства измерений - поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

5.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н, требования ГОСТ 12.2.007.0.

6.2 Поверитель перед проведением поверки должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор (далее – РЭ) и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре должны быть установлены:

- соответствие комплектности анализатора (за исключением запасных и других частей, не влияющих на метрологические характеристики);
- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений и дефектов, ухудшающих внешний вид анализатора и препятствующих его применению;
- наличие и исправность заземления, знаков безопасности и необходимой маркировки.

При установлении дефектности, препятствующей нормальному использованию анализатора, его бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовка к проведению поверки

Перед проведением поверки анализатор следует выдержать в помещении не менее 2 часов, затем во включенном в сеть состоянии – не менее 30 минут.

Анализатор следует выставить по уровню (при наличии уровня в конструкции прибора) и подготовить к поверке в соответствии с Руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

8.2 Опробование

При опробовании проверяют соответствие функционирования всех узлов анализатора, функциональных клавиш и программного обеспечения требованиям, изложенным в РЭ.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

Идентификационные данные ПО отображаются на дисплее при включении анализаторов или могут быть выведены на дисплей анализатора при обращении к соответствующему подпункту меню.

Номера версий ПО должны быть не ниже приведенных в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций						
	MP30	MP55	MP70	MP80	MP90	DP70	DP90
Идентификационное наименование ПО	MP FW					DP FW	
Номер версии ПО, не ниже	4.00						
Цифровой идентификатор ПО	-						

10 Проверка метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка метрологических характеристик анализатора при измерении температур фазовых переходов проводится тремя способами:

- при измерении температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), кипения, помутнения, каплепадения-размягчения, кипения с использованием термометра сопротивления эталонного 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009;

- при измерении температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), помутнения, каплепадения-размягчения при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов утвержденного типа;

- при измерении температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин с применением чистых веществ.

10.2.1 Определение абсолютной погрешности при температуре фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), кипения, помутнения, каплепадения-размягчения, кипения

10.2.1.1 Определение абсолютной погрешности при измерении температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), кипения, помутнения, каплепадения-размягчения, кипения провести с использованием термометра сопротивления эталонного.

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

10.2.1.2 Поместить эталонный термометр в канал измерительной ячейки (эталонный термометр должен коснуться дна канала нагревательной ячейки) и в ручном режиме установить температуру нагрева анализатора при измерении температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин) согласно РЭ анализатора.

10.2.1.3 Дождаться появления на дисплее анализатора сообщения о достигнутой заданной начальной температуре и снять показания с измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05.

10.2.1.4 Запустить дальше анализ в ручном режиме, дождаться появления на сенсорном дисплее о достигнутой заданной конечной температуре и снять показания с измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05.

10.2.1.5 Провести измерения и считать полученные результаты по п. 10.2.1.3 – 10.2.1.4 для измерений следующих фазовых переходов: промежуточной температуры плавления (скорость нагрева 0,2 °С/мин); температуры кипения (скорость нагрева 1,0 °С/мин).

10.2.2 Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры фазовых переходов: плавления, плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения), помутнения, каплепадения-размягчения при скорости нагрева 0,2 °С/мин с применением стандартных образцов.

Проверка абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления провести с использованием стандартных образцов (далее ГСО) температуры плавления.

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

10.2.2.2 Заполнить измерительную ячейку прибора первым образцом вещества ГСО 11070-2018, в соответствии с РЭ.

10.2.2.3 Выполнить измерение температуры плавления анализатором не менее трех раз, записать полученные результаты в протокол поверки.

10.2.2.4 Повторить операции по п. 10.2.2.1 - 10.2.2.3 для ГСО 11071-2018 и ГСО 7895-2001.

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

Определение абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения при скорости нагрева 1,0 °С/мин провести с использованием чистых веществ по таблице 4.

Таблица 4 – Температуры кипения веществ при нормальном давлении 101,325 Па¹

Вещество	Температура кипения, °С
Ацетон	56,2
Вода	100,0
Этиленгликоль	198,0

10.2.3.1 Задать начальную температуру плавления и скорость нагрева 1,0 °С/мин.

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

10.2.3.3 Выполнить измерение температуры кипения анализатором не менее трех раз.

10.2.3.4 Повторить операции по 10.2.3.1 – 10.2.3.3 для других веществ по таблице 4.

11 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов при измерении температуры плавления, кипения, помутнения и промежуточной температуры плавления (температуры плавления в открытом капилляре), полученных с применением эталонного термометра сопротивления.

11.2 Значение погрешности определить как разность между средним значением температуры T нач. и T конеч., полученным на анализаторе и средним из двух показаний эталонного термометра по формуле

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

где Δ_{ij} - абсолютная погрешность измерений в i -ой точке диапазона измерений j -ой температуры, °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 эталонного и измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 2.05, °С.

Полученные значения должны удовлетворять требованиям Приложения А.

11.3 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;

¹ Справочник. Физические величины /А.П. Баби́чев, Н.А. Бабу́шкина, А.М. Братковский и др.; Под ред. И.С. Григорьевы, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с. – ISBN 5-283-04013-5

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

$\Delta_{ki,плав}$ - 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.

Полученные значения должны удовлетворять требованиям Приложения А.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

12.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

12.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 № 2510.

12.4 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г. № 2906.

Зав. лабораторией 241 УНИИМ–
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



М.Ю.Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Метрологические характеристики анализаторов температуры плавления МР/DP

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификаций							
	MP30	MP55	MP70	MP80	MP90	DP70	DP90	
Диапазон измерений температуры фазовых переходов, °С	от +25 до +300		от +25 до +350		от +25 до +400		от +25 до +400	от -20 до +400
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления*, °С, в диапазонах измерений: - до +300 °С включ. - св. +300 °С	± 0,6 ± 1,0							
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температур каплепадения-размягчения*, °С, в диапазонах измерений: - от -20 до +25 °С включ. - св. +25 до +300 °С включ. - св. +300 до +400 °С включ.	-					± 0,6 ± 1,0	± 0,6 ± 1,0	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры кипения**, °С	-			± 0,5	-			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры плавления в открытом капилляре (промежуточной температуры плавления, температуры скольжения)*, °С	-	± 0,6	-	± 0,6	-			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности в режиме измерения температуры помутнения*, °С	-			± 0,6	-			
Дискретность измерения температуры, °С	0,1							
Примечания к таблице * при скорости нагрева 0,2 °С/мин ** при скорости нагрева 1,0 °С/мин								