

**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

м.п. « 05 » июля 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Термоанализаторы синхронные STA

**Методика поверки**

МП 2416-0049-2021

Руководитель лаборатории государственных  
эталонов и научных исследований в области  
измерений теплофизических величин  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ Т.А. Коман

Научный сотрудник лаборатории  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ С.В. Кондратьев

Санкт-Петербург  
2021 г.

## 1 Общие положения

Данная методика поверки распространяется на термоанализаторы синхронные STA (далее – термоанализаторы), предназначенные для измерений температуры фазовых переходов, удельной теплоты и изменения массы твердых и порошкообразных материалов, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость термоанализаторов к государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С (ГЭТ 34-2020), государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости (ГЭТ 60-2019), государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) (ГЭТ 3-2020).

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

- прямые измерения – при поверке температуры фазовых переходов, удельной теплоты;

- непосредственное сличение - при поверке изменения массы.

Термоанализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Методикой поверки не предусмотрена поверка на меньшем числе поддиапазонов измерений и отдельных автономных блоков.

## 2 Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа о поверке	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
Внешний осмотр	7	да	да
Опробование	8.4	да	да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	9	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений	10	да	да

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

### 3 Требования к условиям проведения поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °С

от +15 до +25;

- относительная влажность воздуха, %

от 30 до 80.

### 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к работе в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к термоанализаторам.

## 5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

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
10	Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2312-82/ГСО 2316-82, абсолютная погрешность измерений температуры плавления от $\pm 0,06$ до $\pm 0,26$ К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты $\pm 0,25$ кДж/кг.

	ГСО 1363-78 Стандартный образец термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5), абсолютная погрешность измерений температуры плавления от $\pm 0,6$ °С, относительная погрешность измерений удельной теплоты $\pm 0,5$ %. Набор гирь (10 мг – 500 г) класса точности М1 по ГОСТ OIML R111-1-2009. Весы аналитические МУА 21.4У, рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 72360-18, диапазон измерений от 0,001 до 21 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,0005$ г.
--	---

5.1 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, эталоны - действующие свидетельства об аттестации.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых термоанализаторов с требуемой точностью.

## 6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

### 6.1 При поверке должны необходимо соблюдать требования:

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации;
- «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правила ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей»;
- в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки достаточно одного специалиста.

## 7 Внешний осмотр средства измерений

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие термоанализатора следующим требованиям:

- соответствие внешнему виду СИ описанию типа СИ;
- четкость и хорошая различимость маркировок на корпусе термоанализатора;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- термоанализаторы не должны иметь дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и на результаты поверки.

## 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Убедитесь, что все составные части термоанализатора правильно соединены друг с другом.

8.2 Проверьте электропитание термоанализатора.

8.3 Включите термостат и измерительный блок клавиша «on/off» и дайте прогреться прибору 45 мин.

8.4 Опробование

8.4.1 Опробование термоанализатора должно осуществляться в следующем порядке:

8.4.1.1 С помощью ПО «Pygis» задайте начальные и конечные температуры опыта, убедитесь в наличии соответствующей индикации на дисплее (меню, графики), а также в функционировании режимов: запись программы, вызов программы из памяти, удаление сохраненных программ. Выполните согласно ЭД пробный опыт по определению теплоты плавления любого из трех ГСО.

8.4.1.2 Убедитесь, что измерительная информация поступает и корректно отображается, сообщения об ошибках – отсутствуют.

## 9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Запустите ПО «Pygis», в пункте меню «Help» содержатся сведения о версии ПО и ее разработчике.

9.2 Термоанализатор считается прошедшим проверку по данному пункту с положительными результатами, если проверяемые параметры ПО соответствуют данным, представленным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Pygis
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 11.0

10 Определение метрологических характеристик средства измерений  
 Определение абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов, относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов

10.1.1 Подготовьте к работе и включите термоанализатор в соответствии с ЭД.

10.1.2 Проведите измерение температуры и удельной теплоты фазовых переходов для комплекта СОТСФ ГСО 2312-82/ГСО 2316-82 (галлий, индий, олово, цинк, сурьма), а также для стандартного образца термодинамических свойств ГСО 1363-76 (хлористый калий) в соответствии с руководством по эксплуатации. Массу используемой навески определите при помощи весов аналитических МУА 21.4У.

10.1.3 Вычислите абсолютную погрешность измерений температуры плавления  $\Delta T$ , °С, по формуле:

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{ГСО}}$$

где  $T_{\text{изм}}$  – измеренное значение температуры плавления, °С;

$T_{\text{ГСО}}$  – значения температуры плавления ГСО 2312-82...ГСО 2316-82 и ГСО 1363-78, указанные в паспортах комплекта СОТСФ и СОТС-5, °С.

10.1.4 Результаты считаются положительными, если абсолютная погрешность по каналу измерений температуры фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:  
 $\Delta T \leq \pm 2$  °С.

10.1.5 Вычислите относительную погрешность измерений удельной теплоты плавления  $\Delta Q$ , %, по формуле:

$$\delta Q = \frac{Q_{\text{изм}} - Q_{\text{ГСО}}}{Q_{\text{ГСО}}} \cdot 100 \%$$

где  $Q_{\text{изм}}$  – измеренное значение удельной теплоты плавления, кДж/кг;

$Q_{\text{ГСО}}$  – значения удельной теплоты плавления ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, указанные в паспорте комплекта СОТСФ, кДж/кг.

10.1.6 Результаты считаются положительными, если относительная погрешность по каналу измерений удельной теплоты фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:

$$\delta Q \leq \pm 5 \%$$

10.2 Определение относительной погрешности измерений изменений массы

10.2.1 Проверку относительной погрешности измерения массы термоанализатором осуществляют при комнатной температуре при последовательном размещении в тигель для образцов (нагрузении весов) эталонных гирь с номинальным значением 10, 20, 200, 500 мг.

10.2.2 За относительную погрешность измерения массы термоанализатором принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным усредненным показанием термоанализатора в каждой поверяемой точке:

$$\delta M_i = \frac{M_i - m_i}{m_i} \cdot 100 \%$$

где  $M_i$  - среднее из 5-ти измерений массы эталонной гири, мг,

$m_i$  - действительное значение массы эталонной гири, мг.

10.2.3 Результаты считаются положительными, если относительная погрешность по каналу измерений изменения массы во всех выбранных точках не превышает

$$\delta M_i \leq \pm 0,2 \%$$

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям  
Процедура обработки результатов, полученных при определении метрологических характеристик, приведена в пп. 10.1.3, 10.1.5, 10.2.2.

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений п. 10.1.4, 10.1.6, 10.2.3 настоящей методики поверки.

## 12 Оформление результатов поверки

12.1 Сведения о результатах поверки термоанализаторов передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки при необходимости наносится на свидетельство о поверке.

12.2 Протокол оформляется по запросу.

12.3 В процессе поверки пломбировка не нарушается.