

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И.Ханов  
«08» апреля 2013 г.


**Термоанализаторы синхронные STA**  
**модификаций STA 409 PC, STA 449 C, STA 409 CD, STA 449 F1, STA 449 F3, TG 209**  
**F3, TG 209 F1**  
**фирмы " NETZSCH-Gerätebau GmbH", Германия**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
**МП\_2413-0029-2013**

Руководитель НИО  
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ  
им.Д.И.Менделеева

 А.И.Походун

Ст.научный сотрудник

 В.И.Кулагин

Санкт-Петербург  
2013 г.

Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы синхронные STA модификаций STA409 PC, STA449 C, STA409 CD, STA449 F1, STA449 F3, TG209F3, TG 209 (далее Термоанализатор) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок

Интервал между поверками

- 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		первичной поверки	периодической поверки
Внешний осмотр	5.1	+	+
Опробование	5.3	+	+
Проверка электрического сопротивления изоляции	5.2	+	+
Определение метрологических характеристик теплофизических свойств	5.4	+	+
Определение относительной погрешности измерения массы	5.5		
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.6	+	+

1.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

2.1.1. Мегаомметр М4100/3

2.1.2. Государственные стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов (далее ГСО):

- галлий ГСО 2312-82 ;  $T_{пл}=303,1\text{K}$  ,  $\delta_T=0,15\text{K}$ ,  $H_{пл}=80,2\text{ Дж/г}$   $\delta_H=0,30\text{ Дж/г}$
- индий ГСО 2313-82;  $T_{пл}=429,7\text{K}$   $\delta_T=0,1\text{K}$  ,  $H_{пл}=28,6\text{ Дж/г}$   $\delta_H=0,15\text{ Дж/г}$
- цинк ГСО 2315-82;  $T_{пл}=692,7\text{K}$   $\delta_T=0,4\text{ K}$ ,  $H_{пл}=107,5\text{ Дж/г}$  ,  $\delta_H=3,2\text{ Дж/г}$
- сурьма ГСО 2316-82;  $T_{пл}=904,5\text{K}$  ,  $\delta_T=0,4\text{ K}$

2.1.3. Государственный стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд.

2.1.4. Весы аналитические с характеристиками не хуже: дискретность 0.01 мг, НПВ 20 г, 1 класс точности по ГОСТ Р53228-2008 ;

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Примечание: Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

### 3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия, приведенные ниже:

температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25;
относительная влажность, %	от 40 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106.
напряжение питания сети, В	230

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ Р 52319 .

4.2. По способу защиты человека от поражения электрическим током прибор должен соответствовать классу 0, при работе с встроенными источниками питания и классу 0 при подключении блока питания к электросети, по ГОСТ 12.2.007.0.

### 5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 5.1. Внешний осмотр

5.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие Термоанализатора следующим требованиям:

комплектность и маркировка должны соответствовать паспорту на данный Термоанализатор ;

изделия, входящие в состав Термоанализатора , не должны иметь механических повреждений;

Термоанализатор , не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

#### 5.2. Проверка электрического сопротивления изоляции Термоанализатора.

5.2.1. Электрическое сопротивление изоляции проверяют между входными цепями питания измерителя и корпусом с помощью мегомметра с номинальным напряжением 500 В.

5.2.2. При проверке электрического сопротивления изоляции входной сетевой фидер должен быть отключен от измерителя.

5.2.3. Сопротивление изоляции при температуре окружающего воздуха  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  и относительной влажности от 30 до 80 % должно быть не менее 20 МОм.

#### 5.3. Опробование

5.3.1. При опробовании выполняют следующие операции:

проверяют работоспособность Термоанализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него, для этого:

-убедитесь, что все составные части Термоанализатора правильно соединены друг с

другом;

-включите термостат и измерительный блок клавиша «on/off» и дайте прогреться прибору 45 мин;

-с помощью ПО “Proteus” задаются начальные и конечные температуры опыта, убеждаются в наличии соответствующей индикации на дисплее(меню, графики) а также в функционировании режимов: запись программы, вызов программы из памяти, удаление сохраненных программ. Выполняют согласно Руководству по эксплуатации пробный опыт по определению теплоты плавления любого из трех ГСО.

Если после опробования на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается успешной.

#### 5.4. Определение метрологических характеристик теплофизических свойств.

5.4.1. Абсолютную погрешность измерения температуры и относительную погрешность определения удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) галлия, индия, олова, цинка и сурьмы, а относительную погрешность измерения удельной теплоемкости – измерением удельной теплоемкости. ГСО 149-86 корунда

5.4.2. Значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления определяют в следующей последовательности:

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 60 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 20 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева «Rate» –10 °С/мин;

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места чашечки с запрессованными соответствующими ГСО и запускают измерение.

По окончании измерения с помощью команды “Onset” на зарегистрированном графике определяется температура плавления ГСО  $T_{\text{изм}}$ .

е) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления ( $\Delta_T$ ) по формуле

$$\Delta_T = T_{\text{изм}} - T_{\text{дейст}}, \text{ } ^\circ\text{C} \quad (1),$$

где  $T_{\text{дейст}}$  – температура плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.3. Значение относительной погрешности измерения удельной теплоты определяют в следующем порядке:

а) выполняют пп.5.4.2.а...5.4.2.д

б) с помощью команды «Integration» определяют значение удельной теплоты плавления ГСО индия и олова  $H_{\text{изм}}$ ;

в) значение относительной погрешности измерения удельной теплоты  $\Delta H$  рассчитывают по формуле

$$\Delta H = (H_{\text{изм}} - H_{\text{ст}}) / H_{\text{ст}} * 100\% \quad (2),$$

где

$H_{\text{ст}}$  – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.4. Относительную погрешность измерения удельной теплоемкости определяют путем сравнения измеренных значений теплоемкости ГСО 149-86 и ГСО 1363-78 с их паспортными значениями. Для этого согласно инструкции по эксплуатации в Термоанализатор помещают взвешенный и упакованный в чашечки ГСО 149-86 и проводят измерения теплоемкости с интервалом 50 К в последовательности, регламентированной SOFT «измерение теплоемкости».

Значение относительной погрешности измерения удельной теплоемкости рассчитывают по формуле

$$\delta c = (C_{\text{изм}} - C_{\text{ст}}) / C_{\text{ст}} * 100 \quad (3),$$

где

$C_{\text{ст}}$  – удельная теплоемкость эталонной меры, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.4. Каждое из полученных значений абсолютной погрешности измерения температуры и относительной погрешности измерения удельной теплоты и удельной теплоемкости не должны превышать пределов допускаемых погрешностей, установленных для данного прибора

## 5.5 Определение относительной погрешности измерения массы

5.5.1. Значение относительной погрешности измерения массы Термоанализатора в рабочем интервале температур определяют в следующем порядке:

а) размещают в экспериментальный тигель для образцов корунд (ГСО149-86П) в количестве примерно 50 мг и с помощью аналитических весов выполняют его точное взвешивание;

б) задают начальную и конечную температуру сканирования

в) задают скорость прогрева «Rate» – 10 °C/мин;

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО ;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места тигель с взвешенным корундом и запускают измерение.

Операции по пп. а) – д) повторяют для веса, равного 50% от НПВ и для максимального веса корунда, который можно разместить в экспериментальном тигле.

Значение относительной погрешности измерения массы рассчитывают по формуле

$$\delta M = \Delta m_{\text{изм}} / M * 100 \quad (4),$$

где  $\Delta m_{\text{изм}}$  – максимальное зарегистрированное Термоанализатором отклонение

показаний от значений массы  $M$ , полученного взвешиванием на аналитических весах.

Рассчитанное максимальное значение относительной погрешности измерения массы не должно превышать пределов допускаемой погрешности, установленных для данного прибора.

## 5.6. Подтверждение соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации

5.6.1 При поверке калориметра проверяют соответствия ПО данному типу СИ.

Идентификационный номер метрологически значимой части ПО (прошивки микроконтроллера) является оригинальным для каждого экземпляра СИ и присваивается заводом изготовителем на основании заводского номера СИ (например, STA409 PC 227 2 503 H), как в представленном для испытаний СИ). Идентификатор может быть считан и отображается в окне «Options» меню «Instruments» ПО «Proteus» поставляемого с прибором. Кроме того данный номер вписан на табличке прикрепленной к прибору. В данном идентификационном номере первая часть серийного номера являются идентификатором метрологически значимой части ПО и не меняются от прибора к прибору.

## 6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки оформляют протоколом по форме, приведенной в приложение 1.

6.2. Положительные результаты периодической поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке установленного образца.

6.3. При отрицательных результатах поверки прибор бракуют, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

Приложение 1.

« 03»июня 20 г.

Санкт-Петербург

### Протокол поверки №1

**Средство измерения** термоанализатор синхронный

модель STA

**заводской №** 00000000

**принадлежащий** \_\_\_\_\_

**Поверка осуществляется в соответствии с** \_\_\_\_\_ **наименование методики**  
поверки

Результаты определения погрешности измерения температуры фазовых переходов представлены в табл.1

Таблица1

№ опыта	Измеряем. ГСО	Измеренное $T_{пл}$	Номинальное $T_{пл}$	$\Delta T$
1	In		429,7	
2	In		429,7	
3	In		429,7	
5	Zn		692,6	
6	Zn		692,6	
7	Sb		904,5	
8	Sb		904,5	

Среднее отклонение от номинального составляет

Максимальное отклонение от номинального

Установленный предел допустимой абсолютной погрешности

Приложение :

термограммы опытов

Прибор годен (не годен)к применению

Ф.И.О  
поверителя