

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

СОГЛАСОВАНО



Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

А.Н. Пронин

« 29 » февраля 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Приборы комплексного термического анализа ЛН
Методика поверки**

МП 2416-0056-2024

Руководитель лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Т.А. Компан

Научный сотрудник лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

С.В. Кондратьев

г. Санкт-Петербург
2024 г.

1. Общие положения

Приборы комплексного термического анализа ЛН (далее – приборы ЛН) предназначены для измерений температуры и удельной теплоты фазовых переходов, изменения массы твердых и порошкообразных материалов.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых приборов ІН к государственным первичным эталонам единиц величин:

- Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С (ГЭТ 34-2020) в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253;

- Государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019) в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной теплоемкости и удельной энталпии твердых тел в диапазоне температур от 260 до 870 К, утвержденной приказом Росстандарта от 02.06.2021 г. № 925, и с ГОСТ Р 8.872-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энталпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К»;

- Государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) (ГЭТ 3-2020) в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

- прямые измерения – при поверке температуры фазовых переходов, удельной теплоты;
 - непосредственное сличение - при поверке изменения массы.

Приборы ЖН 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 поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

2.1 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °C от +15 до +25;
 - относительная влажность воздуха, % от 20 до 90.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.

4.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к приборам ЖН.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	СИ температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +25 °C с абсолютной погрешностью не более ±1 °C. СИ относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с абсолютной погрешностью не более ±10 %.	Термогигрометр ИВА-6, мод. ИВА-6Н-Д, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее – рег. №) 82393-21.
п. 10.1 Определение метрологических характеристик при измерении температуры фазовых переходов, удельной теплоты	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа, температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа температуры плавления не более ±0,3 K, ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82, ... абсолютная погрешность измерений температуры плавления от ±0,06 до ±0,26 K, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты ±0,4 %. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические, диапазон измерений от 0,002 до 3 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа температуры плавления не более ±0,3 K, ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82, ... абсолютная погрешность измерений температуры плавления от ±0,06 до ±0,26 K, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты ±0,25 кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические MYA 21.4Y, диапазон измерений от 0,001 до 21 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,0005 г.
п. 10.2 Определение метрологических характеристик при измерении изменения массы	Набор гирь (10 мг – 2 г) класса точности M1 по ГОСТ OIML R111-1-2009.	Набор гирь (10 мг – 500 г) класса точности M1 по ГОСТ OIML R111-1-2009

5.1 Средства поверки должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

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

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.
- в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки достаточно одного специалиста.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Прибор ЖН не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.

7.2 Соединения в разъемах питания прибора ЖН должны быть надежными.

7.3 Маркировка прибора ЖН должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.

7.4 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если прибор ЖН не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка датчика целая, соединения в разъемах питания надежные.

7.5 Внешний вид СИ соответствует приведенному в описании типа средства измерений.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий проведения поверки.

8.1.1 При поверке должны быть проверены условия проведения поверки, указанные в п. 3 настоящей методики поверки.

8.1.2 Для контроля условий поверки используются средства поверки, приведенные в таблице 2.

8.2 Проверить комплектность прибора ЖН.

8.3 Проверить электропитание прибора ЖН.

8.4 Подготовить к работе и включить прибор ЖН согласно ЭД. Перед началом поверки прибор ЖН должен работать не менее 60 мин.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (далее - ПО) производится в следующем порядке:

9.2 Идентификация автономного ПО осуществляется путем проверки номера версии ПО.

9.3 Для идентификации номера версии автономного ПО «TGA» необходимо считать номер версии во вкладке «О программе». Для идентификации номера версии автономного ПО «DSC» необходимо считать номер с файла, запускающего программное обеспечение.

9.4 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если номера версии автономного ПО соответствуют данным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	DSC	TGA
Номер версии (идентификационный номер ПО)*	1.x.x	20yy.zz

* Версия автономного ПО «DSC» имеет значения для «x.x» 0.0 и выше. Версия автономного ПО «TGA» имеет значения для «yy.zz» 22.00 и выше. Метрологически значимая часть автономных ПО приборов ЖН остается неизменной и в версиях ПО «DSC» и «TGA» обозначаются «1.» и «20» соответственно.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:

10.1 Проверка диапазона и определение погрешности при измерениях температуры и удельной теплоты фазовых переходов производится в следующем порядке:

10.1.1 Подготовьте к работе и включите прибор ЖН в соответствии с ЭД.

10.1.2 Проведите поочередно измерение температуры и удельной теплоты фазовых переходов для комплекта СОТСФ ГСО 2313-82/ГСО 2315-82 (индий, олово, цинк) в соответствии с

руководством по эксплуатации. Массу используемой навески определите при помощи весов аналитических.

10.1.3 Вычислите абсолютную погрешность измерений температуры плавления ΔT , °C, по формуле:

$$\Delta T = T_{изм} - T_{ГСО}$$

где $T_{изм}$ – измеренное значение температуры плавления, °C;

$T_{ГСО}$ – значения температуры плавления ГСО 2313-82/ГСО 2315-82, указанные в паспорте комплекта СОТСФ, °C.

10.1.4 Вычислите относительную погрешность измерений удельной теплоты плавления δQ , %, по формуле:

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

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

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

10.1.5 В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критерием пригодности является соответствие абсолютной погрешности измерений температуры и теплоты фазовых переходов для ГСО 2313-82/ГСО 2315-82 следующим условиям:

$$\Delta T \leq \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\delta Q \leq \pm 3 \% \text{ для модификаций JH-STA150, JH-STA350}$$

$$\delta Q \leq \pm 2 \% \text{ для модификаций JH-DSC6, JH-DSC6L, JH-DSC8, JH-DSC8L}$$

10.2 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений изменения массы производится в следующем порядке:

10.2.1 Проверку относительной погрешности измерения изменения массы прибором JH осуществляют при комнатной температуре при последовательном размещении на держателе для образцов (нагружении весов) эталонных гирь с номинальным значением 10 мг, 20 мг, 100 мг, 200 мг, 500 мг, 1000 мг, 5000 мг.

10.2.2 За относительную погрешность измерения изменения массы прибором JH принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным усредненным показанием прибора JH 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 В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критерием пригодности является соответствие относительной погрешности измерений изменения массы во всех выбранных точках следующему условию:

$$\delta M_i \leq \pm 1 \%$$

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

11.2 Протокол оформляется по запросу.