

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Согласовано:
Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


E.P. Собина
"29" 
2025 г.

**«ГСИ. Термоанализаторы DAMA RAJOUH ARVIN.
Методика поверки»**

МП 28-221-2025

Екатеринбург
2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА: 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»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ: А.М. Непомилуев, старший научный сотрудник УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
А.П. Шипицын, ведущий инженер УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
- 3 СОГЛАСОВАНА: УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	8
3 Перечень операций поверки	8
4 Требования к условиям проведения поверки	9
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	9
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	9
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	11
8 Внешний осмотр средства измерений	11
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	11
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	11
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11
12 Оформление результатов поверки	14
Приложение А (справочное)	15

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы DAMA PAJOUH ARVIN (далее – термоанализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка термоанализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- ГЭТ 34-2020 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне измерений температуры от 0 °C до 3200 °C согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- ГЭТ 35-2021 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне измерений температуры от 0,3 до 273,16 K согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- ГЭТ 60-2019 Государственному первичному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 K и удельной энталпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 K, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 67-2013 Государственному первичному специальному эталону единиц удельной энталпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 K согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 K и удельной энталпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 K, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 79-2020 Государственному первичному специальному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 2 до 300 K согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 K и удельной энталпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 K, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.08.2022 № 2071;

- ГЭТ 3-2020 Государственному первичному эталону единицы массы – килограмма согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622;

- Допускается применение при проведении поверки по температуре стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены методом дифференциальной сканирующей калориметрии с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение стандартных образцов температуры фазовых переходов (термодинамических свойств), прослеживаемых к государственному первичному эталону ГЭТ 34-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- Допускается применение при проведении поверки по массе стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены термогравиметрическим методом с использованием аттестованных методик измерений,

предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методами прямых и косвенных (в случае применения ГСО 11444-2019) измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки термоанализаторов, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами по п.1.2. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155 «Об утверждении Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 К и удельной энталпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

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

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 55134-2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы

Таблица 1 – Метрологические характеристики термоанализаторов модификации DSC

Наименование характеристики	Значение для исполнений							
	DSC 3010	DSC 6011-SLN	DSC 6011-SMC2	DSC 6011-SMC1	DSC 6011-SA	DSC 6012-NC	DSC 6013-SC	DSC 6014-PT
Диапазон измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов*, °C	от +25 до +500	от -170 до +700	от -80 до +600	от -40 до +600	от +25 до +700	от +25 до +1100	от +25 до +1600	от +25 до +1500
Диапазон измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов*, кДж/кг					от 10 до 1000			
Диапазон измерений удельной теплоёмкости*, Дж/(кг·К)					от 100 до 1500			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов, °C, в поддиапазонах измерений: - от +25 °C до +300 °C включ. - св. +300 °C до +600 °C включ. - св. +600 °C до +1400 °C включ. - св. +1400 °C до +1600 °C			±1,0			±1,5 ±2,0 ±4,0 ±5,0		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов, %			±3,0			±4,0		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости, %			±3,0			±4,0		

Таблица 2 – Метрологические характеристики термоанализаторов модификаций TGA и STA

Наименование характеристики	Значение для исполнений									
	TGA 6022	TGA 3022	TGA 3023	TGA 6023	TGA 6024	STA 3033	STA 6033	STA 6034		
Диапазон измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов*, °C	от +25 до +1100		от +25 до +1600		от +25 до +1500		от +25 до +1600			
Диапазон измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов *, кДж/кг	-			-			от 10 до 1000			
Диапазон измерений удельной теплоёмкости*, Дж/(кг·К)	-			-			от 200 до 1500			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов, °C, в поддиапазонах измерений:	<ul style="list-style-type: none"> - от +25 °C до +300 °C включ. - св. +300 °C до +600 °C включ. - св. +600 °C до +1400 °C включ. - св. +1400 °C до +1600 °C 									
					±1,5					
					±2,0					
					±4,0					
					±5,0					
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов, %	-				±4,0					
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости, %	-				±4,0					
Диапазон измерений массы (изменения массы)*, мг	от 1 до 30000									
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) в режиме СДВ в поддиапазонах измерений, мг:	<ul style="list-style-type: none"> - от 1 мг до 1 г включ. - св. 1 до 5 г включ. - св. 5 до 30 г 		±0,1	±0,2	±0,1	±0,2	±0,1			
			±0,5	±1,0	±0,5	±1,0	±0,5			
			±3,0	±6,0	±3,0	±6,0	±3,0			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) в режиме ДДВ для массы навесок от 1 до 100 мг, мг	±0,5		±0,8	±0,5		±0,8	±0,5			
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массы (изменения массы) в режиме ДДВ для массы навесок от 100 мг до 30 г, %	±1,5		±2,0	±1,5		±2,0	±1,5			

*Диапазоны измерений конкретного термоанализатора находятся в пределах, установленных в таблице 2, определяются комплектацией конкретного термоанализатора (тип печи, система охлаждения, весовая система, объём и тип тиглей) и приводятся в паспорте термоанализатора.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9
Проверка программного обеспечения	Да	Да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов	Да	Да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов	Да	Да	11.2
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости	Да	Да	11.3
Проверка диапазона измерений и определение относительной (абсолютной) погрешности измерений массы (изменения массы)*	Да	Да	11.4

* Вариант поверки выбирается поверителем в зависимости от того, в каком режиме (статическом или динамическом) используется термоанализатор.

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, термоанализатор признают непригодным к эксплуатации.

3.3 Проведение первичной и периодической поверок проводится в диапазоне измерений, приведенном в паспорте термоанализатора, с учетом объема и типа тиглей, входящих в комплект термоанализатора в соответствии с Приложением А настоящей методики.

3.4 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин, в диапазоне измерений, приведенном в паспорте термоанализатора, на основании письменного заявления владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с действующим законодательством.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 25
 - относительная влажность, % от 30 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на термоанализаторы и средства поверки, работающие и прошедшие специальное обучение в качестве поверителя в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений температуры и теплофизических величин, а также средств измерений массы.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяются средства поверки, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
9	<p>Средство измерений температуры окружающего воздуха: диапазон измерений от 15 °C до 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °C</p> <p>Средство измерений относительной влажности окружающего воздуха: диапазон измерений от 20 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %</p>	Термогигрометр автономный ИВА-6 модификации ИВА-6А-Д2, рег. № 82393-21
11.1, 11.2	<p>Стандартные образцы температуры и теплоты фазовых переходов:</p> <p>T= от 29,75 °C до 30,05 °C, $\Delta= \pm 0,1$ °C</p> <p>T= от 156,55 °C до 156,85 °C, $\Delta= \pm 0,1$ °C</p> <p>T= от 231,95 °C до 232,15 °C, $\Delta= \pm 0,1$ °C</p> <p>T= от 419,15 °C до 419,95 °C, $\Delta= \pm 0,4$ °C</p> <p>T= от 630,15 °C до 631,05 °C, $\Delta= \pm 0,4$ °C</p> <p>Стандартные образцы температуры и удельной энталпии фазовых переходов:</p> <p>T= от 270,9 °C до 271,9 °C, $\Delta= \pm 0,4$ °C</p> <p>T= от 475,4 °C до 476,4 °C, $\Delta= \pm 0,4$ °C</p> <p>T= от 659,4 °C до 661,4 °C, $\Delta= \pm 1,0$ °C</p> <p>T= от 805,9 °C до 808,9 °C, $\Delta= \pm 1,2$ °C</p> <p>T= от 960,9 °C до 962,9 °C, $\Delta= \pm 1,3$ °C</p> <p>T= от 1062,9 °C до 1066,9 °C, $\Delta= \pm 1,4$ °C</p>	ГСО 2312-82/2316-82 (СОТСФ)
	Стандартные образцы температуры фазовых переходов:	ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022 (СОТСФ-2)
	T= от 1452,85 °C до 1456,85 °C, $\Delta= \pm 2,0$ °C	ГСО 12229-2023/ГСО 12230-2023 (СО СОТСФ-3)
	T= от 1552,65 °C до 1556,65 °C, $\Delta= \pm 2,0$ °C	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.1, 11.2	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: T= от 160,0 °C до 170,0 °C, Δ= ±0,4 °C T= от 350,0 °C до 360,0 °C, Δ= ±0,4 °C T= от 745,0 °C до 755,0 °C, Δ= ±0,75 °C	ГСО 12005-2022/ГСО 12007-2022 (СО ТК)
	Стандартные образцы термодинамических свойств: T= 771,6 °C, Δ= ±0,6 °C	ГСО 1363-78 (СОТС-5)
	Вторичные эталоны в диапазоне значений от 40 до 2000 кДж/кг по Приказу Росстандарта от 28.12.2024 № 3155	ГСО 2312-82/2316-82, ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022, ГСО 1363-78
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия МЕ/TLE/JE, рег. № 53258-13
11.3	Вторичные эталоны в диапазоне значений от 0,03 до 2900 Дж/(кг·К) по Приказу Росстандарта от 28.12.2024 № 3155	ГСО 149-86П (СОТС-1)
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия МЕ/TLE/JE, рег. № 53258-13
11.4	Рабочие эталоны 1 разряда в диапазоне значений от 1 мг до 30 г по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622	Набор гирь (1мг-500г) Е2, рег. № 58666-14
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия МЕ/TLE/JE, рег. № 53258-13
	Стандартные образцы в диапазоне значений потери массы от 17 % до 20 % при T= 450 °C, Δ= ±0,07 %, в диапазоне значений потери массы от 27 % до 31 % при T= 850 °C, Δ= ±0,09 %	ГСО 11444-2019

6.2 СО должны иметь действующие паспорта, средства измерений должны быть поверены, данные о их поверке должны быть внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (далее - ФИФ ОЕИ).

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому средству измерений согласно соответствующим государственным поверочным схемам.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в эксплуатационной документации на термоанализаторы и средства поверки, ГОСТ 12.2.007.0, Приказ Минтруда России № 903н.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре следует:

- установить соответствие внешнего вида термоанализатора сведениям, приведенным в описании типа;

- визуально оценить внешний вид термоанализатора и отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность;
- убедиться в наличии маркировки с указанием типа, исполнения и серийного номера термоанализатора;
- проверить комплектность термоанализатора.

8.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если выполняются требования, указанные в 8.1 настоящей методики.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 4 настоящей методики.

9.2 СО должны быть выдержаны в условиях по 4 настоящей методики не менее 1 ч.

9.3 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в руководстве по эксплуатации термоанализатора и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.4 При опробовании проверить правильность функционирования термоанализатора. Необходимо включить термоанализатор и проверить исправность работы индикаторов, после чего запустить программное обеспечение и убедиться в отсутствии сообщений об ошибках.

9.5 Результат опробования считать положительным, если индикаторы работают исправно и отсутствуют сообщения об ошибках.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Идентификационное наименование и номер версии программного обеспечения (далее – ПО) термоанализатора идентифицируется в программном обеспечении (Help).

10.2 Сравнить полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа термоанализаторов.

10.3 Результат подтверждения соответствия встроенного ПО считать положительным, если идентификационные данные и номер версии соответствуют указанным в описании типа термоанализаторов, приведенном в ФИФ ОЕИ.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов

11.1.1 Подготовить термоанализатор к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.1.2 В зависимости от диапазона измерений и используемых тиглей, осуществить подбор средств поверки (СО), используя рекомендации, указанные в Приложении D ГОСТ Р 55134 и руководстве по эксплуатации термоанализатора. Подобрать СО для проведения измерений в трёх точках диапазона измерений термоанализатора. Допускается проведение измерений в большем количестве точек. Примеры подбора СО указаны в таблице 5.

Таблица 5 – Примеры подбора СО

№ при- мера	Диапазон измерений температуры, °C	Тип тигеля	Контрольные точки температуры		СО на основе следующих материалов
			№ точки	диапазон измерений, в котором выбирается точка, °C	
1	от -170 до +700	алюми- ниевый	1	от -170 до +90	Ga
			2	от +90 до +350	In, Sn, Bi
			3	от +350 до +700	Zn, CsCl
2	от +25 до +1600	корун- довый	1	от +25 до +500	Ga, In, Sn, Bi, Zn
			2	от +500 до +1000	Sb, Al, Ag
			3	от +1000 до +1600	Au, Ni, Pd

В случаях, когда подбор затруднён из-за несовместимости тиглей и СО, допускается размещать между ними материал, препятствующий взаимодействию, например, корундовый диск для металлических тиглей или платиновый вкладыш для корундовых тиглей.

11.1.3 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески СО поместить в тигли, которыми укомплектован термоанализатор. Тигли с СО по одному разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Каждый СО отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения СО, второй – контрольный, со скоростью нагрева 10 °C/мин в температурном сегменте плавления СО. Для модификации TGA возможно использование СО температуры Кюри, предварительно разместив на печи термоанализатора постоянные магниты, обеспечивающие изменение показаний массы.

11.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов (ΔT_i), °C, по формуле

$$\Delta T_i = T_{измi} - T_{этi}, \quad (1)$$

где $T_{этi}$ – аттестованное значение температуры (значение i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте), °C;

$T_{измi}$ – значение температуры i -го СО, измеренное термоанализатором, °C;
 $i = 1, 2, 3$.

11.1.5 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры в т.ч. температуры фазовых переходов во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1, 2 настоящей методики.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов

11.2.1 Данную проверку допускается совмещать с проверкой по 11.1 настоящей методики.

11.2.2 Повторить операции по 11.1.1-11.1.3 настоящей методики, подобрать СО для проведения измерений в двух точках диапазона измерений термоанализатора. Допускается проведение измерений в большем количестве точек.

11.2.3 Рассчитать значение относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов (δH_i), %, по формуле

$$\delta H_i = \frac{(H_{измi} - H_{спi})}{H_{спi}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $H_{спi}$ - значение удельной энталпии фазового перехода i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте, кДж/кг;

$H_{измi}$ - значение удельной энталпии фазового перехода i -го СО, измеренное термоанализатором, кДж/кг;

$i = 1, 2$.

11.2.4 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений удельной энталпии (теплоты) в т.ч. удельной энталпии (теплоты) фазовых переходов во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1, 2 настоящей методики.

11.3 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости

11.3.1 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески ГСО 149-86П поместить в тигли, которыми укомплектован термоанализатор. Тигли с СО разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Провести измерения в 10 точках диапазона измерений температуры термоанализатора, в котором определяется теплоёмкость, со скоростью нагрева $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

11.3.2 Рассчитать значение относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости (δC_i), %, по формуле

$$\delta C_i = \frac{C_{измi} - C_{спi}}{C_{спi}} \cdot 100, \quad (3)$$

где $C_{спi}$ - значение удельной теплоёмкости СО, указанное в прилагаемом паспорте, Дж/(кг·К);

$C_{измi}$ - значение удельной теплоёмкости, измеренное термоанализатором в i -ой точке, Дж/(кг·К);

$i = 1-10$.

11.3.3 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблицах 1, 2 настоящей методики.

11.4 Проверка диапазона измерений и определение относительной (абсолютной) погрешности измерений массы (изменения массы)

11.4.1 Проверка при статическом режиме

Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) для термоанализаторов модификаций TGA и STA осуществляется при температуре, указанной в 4 настоящей методики, при последовательном размещении в весовой блок эталонных гирь с номинальным значением 1 мг, 10 мг, 200 мг, 1000 мг, 2000 мг, 5000 мг, 10000 мг и 20000 мг. Разместить гирю в измерительной ячейке термоанализатора, после чего считать показания из ПО термоанализатора.

Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) (измеренное термоанализатором отклонение) соответствует требованиям, приведенным в таблице 2 настоящей методики.

11.4.2 Проверка при динамическом режиме

Проверка диапазона измерений и определение абсолютной (относительной) погрешности измерений массы (изменения массы) для термоанализаторов модификаций TGA и STA осуществляется в динамическом режиме с температурной программой от

плюс 25 °С до плюс 900 °С и скоростью нагрева 10 °С/мин. Подготовить СО, указанное в таблице 4 настоящей методики, в соответствии с паспортом. Подобрать две навески СО массой от 1 до 100 мг и от 100 мг до 30 г в зависимости от типа и объёма тиглей, ориентируясь на то, чтобы дно тигля было полностью покрыто СО (перечень основных применяемых тиглей приведён в Приложении А). Навеску поместить в тигель, которым укомплектован термоанализатор. Результаты измерений изменения массы зафиксировать при значениях температуры аттестованных значений потери массы при прокаливании, указанных в паспорте СО.

Рассчитать значение абсолютной (ΔM), мг, (относительной, (δM), %) погрешности измерений массы (изменения массы) по формулам (4) и (5) соответственно

$$\Delta M = M_{изм} - M_{эт}, \quad (4)$$

$$\delta M = \frac{(M_{изм} - M_{эт})}{M_{эт}} \cdot 100, \quad (5)$$

где $M_{изм}$ – значение потери массы, измеренное термоанализатором, мг;
 $M_{эт}$ – значение СО, мг, рассчитанное по формуле

$$M_{эт} = \frac{W \cdot M_{нав}}{100}, \quad (6)$$

W – аттестованное значение потери массы СО при прокаливании, %;

$M_{нав}$ – значение массы навески СО, полученное взвешиванием на аналитических весах, мг.

Результаты считают положительными, если значения относительной (абсолютной) погрешности измерений массы (изменения массы) во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2 настоящей методики.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки с учётом объёма проведённой поверки заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в ФИФ ОЕИ. Конструкцией термоанализаторов не предусмотрена возможность нанесения знака поверки.

12.2 При положительных результатах поверки термоанализатор признают пригодным к эксплуатации, по заявлению владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки термоанализатор к применению не допускают, по заявлению владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, оформляется извещение о непригодности установленной формы.

Старший научный сотрудник лаборатории 221
 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
 им.Д.И.Менделеева»

Ведущий инженер лаборатории 221
 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ
 им.Д.И.Менделеева»

А.М. Непомилуев

А.П. Шипицын

Приложение А
(справочное)

В таблице 1 приведен перечень основных применяемых тиглей для термоанализаторов.

Таблица 1 – Основные применяемые тигли

№ пп	Материал тигля	Объём тигля, мм ³	Максимальная масса, размещаемая в тигле, г	
			Сталь ¹⁾	Моногидрат оксалата кальция ²⁾
1	Корунд	80	0,6	0,2
2	Кварц	90	0,7	0,2
3	Алюминий	140	1,1	0,3
4	Корунд	140	1,1	0,3
5	Платинородий	150	1,2	0,3
6	Корунд	200	1,6	0,4
7	Корунд	300	2,4	0,7
8	Корунд	900	7,2	2,0
9	Корунд	3400	27,2	7,5
10	Корунд	5000	40,0	11,0

¹⁾Значение плотности стали для пересчёта объёма тигля в массу, размещаемую в тигле, равно 8,0 г/см³ в соответствии с ГОСТ OIML R 111-1-2009.

²⁾Значение плотности моногидрата оксалата кальция для пересчёта объёма тигля в массу, размещаемую в тигле, равно 2,2 г/см³ в соответствии со справочником NIST (Haynes W. M. CRC Handbook of Chemistry and Physics. 97th Ed. 2017).