

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

М.п. «07» 2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Термоанализатор синхронный STA PT1000

Методика поверки

МП 2416-0062-2025

И.о. руководителя лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
С.В. Кондратьев

Руководитель научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
измерений массы и силы
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
И.Ю. Шмигельский

г. Санкт-Петербург
2025 г.

1. Общие положения

Термоанализатор синхронный STA PT1000 (далее – термоанализатор) предназначен для измерений температуры и удельной теплоты фазовых переходов, массы твердых и порошкообразных материалов.

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

- Государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019) и Государственному первичному специальному эталону единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К (ГЭТ 67-2013) в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 К и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К, утвержденной приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3155;

- 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 массы.

Термоанализатор синхронный STA PT1000 подлежит 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, °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, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к термоанализатору.

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 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. 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, абсолютная погрешность измерений температуры плавления не более $\pm 0,3$ К, относительная погрешность измерений удельной теплоты не более $\pm 0,4$ %. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические, диапазон измерений от 1 до 200 мг, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ мг.	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа, ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82, абсолютная погрешность измерений температуры плавления от $\pm 0,06$ до $\pm 0,26$ К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты $\pm 0,25$ кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические МУА 21.4У, рег. номер в ФИФ 72360-18.
п. 10.2 Определение метрологических характеристик при измерении массы	Стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86П (СОТС-1). Компаратор массы, диапазон измерений от 1 до 200 мг, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,03$ мг. Набор гирь класса точности E2 по ГОСТ OIML R 111-1-2009.	Стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86П (СОТС-1). Компаратор массы МСМ 6.7, рег. номер в ФИФ 63932-16. Набор гирь класса точности E2, рег. № 52768-13.

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 Термоанализатор не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.

7.2 Соединения в разъемах питания термоанализатора должны быть надежными.

7.3 Маркировка термоанализатора должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.

7.4 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если термоанализатор 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 термоанализатора.

8.3 Проверить электропитание термоанализатора.

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

8.5 Запустите программу инициализации термоанализатора с персонального компьютера.

8.6 Если после опробования (инициализации термоанализатора) на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается выполненной успешно.

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 «Linseis TA» необходимо считать номер версии во вкладке «О программе». Для идентификации номера версии автономного ПО «LinSTA.hex» необходимо считать номер с файла, запускающего программное обеспечение.

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	LinSTA.hex	Linseis TA
Номер версии (идентификационный номер ПО)	1.1	1.04

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 термоанализатора 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:

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

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

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

10.1.4 Вычислите относительную погрешность измерений удельной теплоты плавления δQ , %, 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.

10.1.5 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:

$$\Delta T \leq \pm 1,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

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

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

10.2.1 При помощи компаратора массы МСМ 6.7 и набора гирь класса точности Е2 определите значение массы навески образца корунда ГСО 149-86П, $m_{\text{эт}}$, мг в соответствии с приложением С «Калибровка гири или набора гирь» ГОСТ OIML R 111-1-2009, номинальной массой 10 – 20 мг.

10.2.2 Разместите образец ГСО 149-86П в тигель для образца термоанализатора, введите в память программы получившееся значение массы ГСО 149-86П, $m_{\text{эт}}$, мг

10.2.3 Задайте начальную и конечную температуру сканирования, соответствующие рабочему интервалу температур, со скоростью нагрева 20 °С/мин.

10.2.4 Выполните запуск нагрева и производите измерение массы в процессе нагрева до установленной конечной температуры.

10.2.5 Повторите операции по пп. 10.2.2-10.2.4 для номинальной массы навески образца корунда 80 ÷ 100 мг.

10.2.6 За значение абсолютной погрешности измерений массы примите величину Δm_{max} – максимальное отклонение термоанализатора от эталонного значения массы образца корунда ГСО 149-86П, рассчитанное по формуле.

$$\Delta m_{\text{max}} = M_{\text{изм}} - m_{\text{эт}}$$

где $M_{\text{изм}}$ – измеренное термоанализатором значение массы корунда, при котором размах между $m_{\text{эт}}$ и измеренным значением максимален, мг.

10.2.3 В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критерием пригодности является соответствие погрешности измерений массы во всех выбранных точках следующему условию:

$$\Delta m_{\text{max}} \leq \pm 0,1 \text{ мг в диапазоне от 1 до 20 мг включ.};$$

$$\Delta m_{\text{max}} \leq \pm 1 \% \text{ в диапазоне св. 20 до 200 мг.}$$

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.