

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»


Е.П. Соби́на
" 09 " 2025 г.



**«ГСИ. Термоанализаторы Linseis.
Методика поверки»**

МП 27-221-2025

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.....	5
3 Перечень операций поверки	7
4 Требования к условиям проведения поверки.....	7
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	8
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	8
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	9
8 Внешний осмотр средства измерений	9
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	10
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10
12 Оформление результатов поверки	13

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы Linseis (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 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне измерений температуры от 0 °С до 3200 °С согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

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

- ГЭТ 60 Государственному первичному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 67 Государственному первичному специальному эталону единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 79 Государственному первичному специальному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 2 до 300 К согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 3 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 утверждённых 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 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 утверждённых типов, метрологические характеристики которых определены термogrавиметрическим методом с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к государственному первичному эталону ГЭТ 3 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 1.2 настоящей методики. 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 схемы 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»

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

Наименование характеристики	Значение для исполнения					
	Chip-DSC 1	Chip-DSC 10	Chip-DSC 100	TGA PT 1000	TGA PT 1000 HiRes	TGA PT 1600
Диапазон показаний температуры фазовых переходов, °C	от +25 до +500	от -180 до +600	от -180 до +600	от +25 до +1100		от +25 до +1600
Диапазон измерений температуры фазовых переходов ¹⁾ , °C	от +25 до +450	от -180 до +550	от -180 до +550	от +25 до +1000		от +25 до +1500
Диапазон измерений удельной энтальпии фазовых переходов ¹⁾ , кДж/кг	от 10 до 1000			-		
Диапазон измерений удельной теплоёмкости ¹⁾ , Дж/(кг·K)	от 100 до 1500			-		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов, °C	±1,0			±10,0		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной энтальпии фазовых переходов, %	±3,0			-		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости, %	±3,0			-		
Диапазон измерений изменения массы, мг	-			от 1 до 5000	от 1 до 2000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений изменения массы в режиме СДВ ²⁾ , %, в поддиапазонах измерений: - от 1 до 99 мг включ. - св. 99 до 5000 мг	-			±0,5 ±2,0		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений изменения массы в режиме ДДВ в поддиапазоне измерений от 1 до 99 мг ²⁾ , мг	-			±0,5		
¹⁾ Диапазоны измерений конкретного термоанализатора находятся в пределах, установленных в таблице 1, определяются комплектацией конкретного термоанализатора (тип печи, системы охлаждения, весовая система) и приводятся в паспорте.						
²⁾ СДВ – статический режим измерений изменения массы, ДДВ - динамический режим измерений изменения массы.						

4623

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которыми 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 фазовых переходов	Да	Да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной энтальпии 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 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 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и фактическом диапазоне измерений, сведения о котором приведены в паспорте, 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 18 до 23
- 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 применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
9	Средство измерений температуры окружающего воздуха: диапазон измерений от 18 °С до 23 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °С	Термогигрометр автономный ИВА-6 модификации ИВА-6А-Д2, рег. № 82393-21
	Средство измерений относительной влажности окружающего воздуха: диапазон измерений от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %	
11.1, 11.2	Стандартные образцы температуры и теплоты фазовых переходов: T= от 29,75 °С до 30,05 °С, $\Delta = \pm 0,1$ °С T= от 156,55 °С до 156,85 °С, $\Delta = \pm 0,1$ °С T= от 231,95 °С до 232,15 °С, $\Delta = \pm 0,1$ °С T= от 419,15 °С до 419,95 °С, $\Delta = \pm 0,4$ °С	ГСО 2312-82/2316-82 (СОТСФ)
	Стандартные образцы температуры и удельной энтальпии фазовых переходов: T= от 270,9 °С до 271,9 °С, $\Delta = \pm 0,4$ °С T= от 475,4 °С до 476,4 °С, $\Delta = \pm 0,4$ °С	ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022 (СОТСФ-2)
	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: T= от 160,0 °С до 170,0 °С, $\Delta = \pm 0,4$ °С T= от 350,0 °С до 360,0 °С, $\Delta = \pm 0,4$ °С T= от 745,0 °С до 755,0 °С, $\Delta = \pm 0,75$ °С	ГСО 12005-2022/ГСО 12007-2022 (СО ТК)
	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
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия ME/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 ME/TLE/JE, рег. № 53258-13

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.4	Рабочие эталоны 1 разряда в диапазоне значений от 1 до 200 мг 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 ME/TLE/JE, рег. № 53258-13
	Стандартные образцы в диапазоне значений потери массы от 17 % до 20 % при T= 450 °C, $\Delta = \pm 0,07$ %, в диапазоне значений потери массы от 27 % до 31 % при T= 850 °C, $\Delta = \pm 0,09$ %	ГСО 11444-2019

6.2 Стандартные образцы (далее – 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, модификации 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 3 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 на дисплее термоанализатора при его включении.

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 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 ячеек, 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 4.

Таблица 4 – Примеры подбора СО

№ примера	Диапазон измерений температуры, °С	Тип тигля	Контрольные точки температуры		СО на основе следующих материалов
			№ точки	диапазон измерений, в котором выбирается точка, °С	
1	от -180 до +550	алюминиевый	1	от -180 до +80	Ga
			2	от +80 до +340	In, Sn, Bi
			3	от +340 до +550	Zn, CsCl
2	от +25 до +450	алюминиевый	1	от +25 до +150	Ga
			2	от +150 до +250	In, Sn
			3	от +250 до +450	Bi, Zn

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

11.1.3 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески СО поместить в ячейки, которыми укомплектован термоанализатор. Ячейки 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 °С/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 фазовых переходов (ΔT_i), °С, по формуле

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 на дисплее термоанализатора при его включении.

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 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 ячеек, 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 4.

Таблица 4 – Примеры подбора СО

№ примера	Диапазон измерений температуры, °С	Тип тигля	Контрольные точки температуры		СО на основе следующих материалов
			№ точки	диапазон измерений, в котором выбирается точка, °С	
1	от -180 до +550	алюминевый	1	от -180 до +80	Ga
			2	от +80 до +340	In, Sn, Bi
			3	от +340 до +550	Zn, CsCl
2	от +25 до +450	алюминевый	1	от +25 до +150	Ga
			2	от +150 до +250	In, Sn
			3	от +250 до +450	Bi, Zn

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

11.1.3 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески СО поместить в ячейки, которыми укомплектован термоанализатор. Ячейки 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 °С/мин в температурном сегменте плавления СО.

11.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов (ΔT_i), °С, по формуле

$$\Delta T_i = T_{\text{изм}i} - T_{\text{эт}i}, \quad (1)$$

где $T_{\text{эт}i}$ – аттестованное значение температуры (значение i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте), °С;

$T_{\text{изм}i}$ – значение температуры i -го СО, измеренное термоанализатором, °С;

$i = 1, 2, 3$.

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

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной энтальпии 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 энтальпии фазовых переходов (δH_i), %, по формуле

$$\delta H_i = \frac{(H_{\text{изм}i} - H_{\text{эт}i})}{H_{\text{эт}i}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $H_{\text{эт}i}$ – значение удельной энтальпии фазового перехода i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте, Дж/г;

$H_{\text{изм}i}$ – значение удельной энтальпии фазового перехода i -го СО, измеренное термоанализатором, Дж/г;

$i = 1, 2$.

11.2.4 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений удельной энтальпии фазовых переходов во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 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 ячейки, которыми укомплектован термоанализатор. Ячейки с СО разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Провести измерения в 10 точках диапазона измерений температуры термоанализатора, в котором определяется удельная теплоёмкость, со скоростью нагрева 10 °С/мин.

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

$$\delta C_i = \frac{C_{\text{изм}i} - C_{\text{эт}}}{C_{\text{эт}}} \cdot 100, \quad (3)$$

где $C_{\text{эт}}$ – значение удельной теплоёмкости СО, указанное в прилагаемом паспорте, Дж/(кг·К);

$C_{\text{изм}i}$ – 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 таблице 1 настоящей методики.

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

11.4.1 Проверка при статическом режиме

11.4.1.1 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений изменения массы для термоанализаторов модификаций TGA РТ при статическом режиме осуществляется при температуре, указанной в 4 настоящей методики, при последовательном размещении в весовой блок эталонных гирь с номинальным значением 1 мг, 2 мг, 5 мг, 10 мг, 20 мг, 50 мг, 100 мг, 1000 мг, 2000 мг, 5000 мг. Разместить гирю в измерительной ячейке термоанализатора, после чего дождаться стабилизации показаний в течение интервала от 5 до 15 минут.

11.4.1.2 Рассчитать значение относительной погрешности измерений изменения массы ($\delta M_{\text{стат}}$), мг, по формуле

$$\delta M_{\text{стат}} = \frac{M_{\text{откл}} - M_{\text{эт г}}}{M_{\text{эт г}}} \cdot 100, \quad (4)$$

где $M_{\text{откл}}$ – значение массы, измеренное термоанализатором, зафиксированное после 5 минут с момента размещения гири в измерительной ячейке, мг;

$M_{\text{эт г}}$ – значение массы эталонной гири, мг.

11.4.1.3 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений изменения массы во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.4.2 Проверка при динамическом режиме

11.4.2.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений изменения массы для термоанализаторов модификаций TGA РТ при динамическом режиме осуществляется с температурной программой от плюс 25 °С до плюс 900 °С и скоростью нагрева 10 °С/мин. Подготовить СО, указанное в таблице 3 настоящей методики, в соответствии с паспортом. Одну навеску СО массой от 1 до 99 мг (в зависимости от типа ячеек выбирают массу, ориентируясь на то, чтобы дно ячейки было полностью покрыто СО) поместить в ячейку, которой укомплектован термоанализатор. Результаты измерений изменения массы зафиксировать при значениях температуры аттестованных значений потери массы при прокаливании, указанных в паспорте СО.

11.4.2.2 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений изменения массы ($\Delta M_{\text{дин}}$), мг, по формуле

$$\Delta M_{\text{дин}} = M_{\text{изм}} - M_{\text{эт}}, \quad (5)$$

где $M_{\text{изм}}$ – значение потери массы, измеренное термоанализатором, мг;

$M_{\text{эт}}$ – аттестованное значение СО, мг, рассчитанное по формуле

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

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

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

11.4.2.3 Результаты считают положительными, если значения относительной (абсолютной) погрешности измерений изменения массы во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 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»



А.М. Непомилуев

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



А.П. Шипицын