

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. « 25 » ноября 2025 г.

Исполняющего директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Чекирда Константин Владимирович

Государственная система обеспечения единства измерений

Термоанализаторы INSPIRION

Методика поверки

МП 2416-0063-2025

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

г. Санкт-Петербург
2025 г.

1. Общие положения

Термоанализаторы INSPIRION (далее – термоанализаторы) предназначены для измерений температуры, удельной теплоты фазовых переходов и массы твердых и порошкообразных материалов.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых термоанализаторов 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 19.11.2024 № 2712;

- Государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019) и Государственному первичному специальному эталону единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых 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 твёрдых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К, утвержденной приказом Росстандарта от 28.12.2024 № 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 № 1622.

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

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

Термоанализаторы INSPIRION 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

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений:	Да	Да	8
Контроль условий поверки	Да	Да	8.1
Опробование	Да	Да	8.2
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	10

2.2 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.

При этом не должны нарушаться требования к условиям применения (эксплуатации) средств поверки (СО).

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к термоанализаторам.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 - Метрологические и технические требования к средствам поверки

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 0,002 до 3 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.	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). Весы аналитические, диапазон измерений от 0,002 до 3 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.	Стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86П (СОТС-1). Весы аналитические МУА 21.4У, рег. номер в ФИФ 72360-18.

5.1 Средства поверки должны быть поверены, СО должны быть утвержденного типа.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, удовлетворяющих метрологическим требованиям, приведенным в таблице 2.

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, 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 Опробование

8.2.1 Проверить комплектность термоанализатора.

8.2.2 Проверить электропитание термоанализатора.

8.2.3 Подготовить к работе и включить термоанализатор согласно ЭД. Перед началом поверки термоанализатор 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 встроенного и автономного ПО осуществляется путем проверки номера версии ПО.

9.3 Для идентификации номера версии встроенного ПО «DSC Touch» или «STA Touch» необходимо считать номер версии с дисплея из раздела «System Info» в графе «Software version.». Для идентификации номера версии автономного ПО «TA Explorer» необходимо считать номер в окне при открытии вкладки «Помощь» -> «О программе».

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение в зависимости от модификации					
	DSC	DSC Plus	DSC Pro	STA	STA Plus	STA Pro
Идентификационное наименование ПО	встроенное		автономное	встроенное		автономное
	DSC Touch		TA Explorer	STA Touch		TA Explorer
Номер версии (идентификационный номер ПО)	1.0x		2.x	1.x		2.x

* Версия встроенных ПО «DSC Touch», «STA Touch» и автономного ПО «TA Explorer» имеет числовые значения для «x» от 0 до 9. Метрологически значимая часть «DSC Touch», «STA Touch» и автономного ПО «TA Explorer» остается неизменной и в версии ПО обозначается «1.0», «1.» и «2.» соответственно.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия термоанализатора 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 термоанализатор 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 , °С, по формуле:

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

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

$T_{\text{ГСО}}$ – 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:

$$|\Delta T| \leq 1,5 \text{ °С для мод. DSC,}$$

$$|\Delta T| \leq 1,0 \text{ °С для мод. DSC Plus и DSC Pro}$$

$$|\Delta T| \leq 3 \text{ °С для мод. STA и STA Plus, в диапазоне температур от 25 °С до 300 °С вкл,}$$

$$|\Delta T| \leq 6 \text{ °С для мод. STA и STA Plus, в диапазоне температур св. 300 °С до 770 °С,}$$

$$|\Delta T| \leq 2 \text{ °С для мод. STA Pro в диапазоне температур от 25 °С до 300 °С вкл,}$$

$$|\Delta T| \leq 5 \text{ °С для мод. STA Pro в диапазоне температур св. 300 °С до 770 °С,}$$

$$|\delta Q| \leq 5 \text{ \% для мод. DSC,}$$

$$|\delta Q| \leq 3 \text{ \% для мод. DSC Plus и DSC Pro,}$$

$$|\delta Q| \leq 8 \text{ \% для мод. STA и STA Plus,}$$

$$|\delta Q| \leq 5 \text{ \% для мод. STA Pro.}$$

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

10.2.1 С помощью весов подберите из образца корунда ГСО 149-86П навеску массой примерно 20 – 25 мг и разместите ее в тигель для образцов термоанализатора.

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

10.2.3 Произведите взвешивание образца при помощи весов аналитических МУА 21.4У и введите в память программы получившееся значение массы ГСО 149-86П, $m_{\text{эт}}$, мг.

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 массы образца корунда, равного 50 % от верхнего значения диапазона измерений, и для максимальной массы корунда, которую можно разместить в тигель для образцов.

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

$$\delta m_{max} = \frac{M_{изм} - m_{эт}}{m_{эт}} \cdot 100 \%$$

где $M_{изм}$ – измеренное термоанализатором значение массы корунда, при котором размах между $m_{эт}$ и измеренным значение 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 относительной погрешности измерений массы во всех выбранных точках следующему условию:

$$\delta m_{max} \leq \pm 1 \%$$

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.