

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. Собина

" 18 " 12 2025 г.

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

МП 58-221-2025

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	8
4 Требования к условиям проведения поверки	8
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	8
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	9
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	10
8 Внешний осмотр средства измерений	10
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	10
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	13

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы NanJing (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 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 термогравиметрическим 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 таблицах 1, 2.

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 термоанализаторов модификации DZ-DSC

Наименование характеристики	Значение для модификации						
	DZ-DSC100A	DZ-DSC300 DZ-DSC400	DZ-DSC300A	DZ-DSC300C	DZ-DSC400C	DZ-DSC400D	DZ-DSC300L DZ-DSC400L
Диапазон показаний температуры фазовых переходов, °C	от +25 до +600	от +25 до +600	от 0 до +600	от -40 до +600	от -50 до +600	от -70 до +600	от -170 до +600
Диапазон измерений температуры фазовых переходов, °C ¹⁾	от +25 до +550	от +25 до +550	от 0 до +550	от -20 до +550	от -50 до +550	от -70 до +550	от -150 до +550
Диапазон измерений удельной теплоты фазовых переходов, Дж/г	от 10 до 1000						
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов, °C	±3,0						
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов, %	±4,0						
¹⁾ Диапазоны измерений находятся в пределах, установленных в таблице 1, определяются комплектацией конкретного термоанализатора (тип печи и системы охлаждения) и приводятся в руководстве по эксплуатации.							

Таблица 2 – Метрологические характеристики термоанализаторов модификации DZ-TGA, DZ3320, DZ-STA

Наименование характеристики	Значение для модификации								
	DZ3320A	DZ3320C	DZ-STA200	DZ-STA300 DZ-STA300A	DZ-STA401	DZ-TGA101	DZ-TGA201	DZ-TGA103	DZ-TGA105
Диапазон показаний температуры фазовых переходов, °C	от +25 до +1150	от +25 до +1500	от +25 до +1200	от +25 до +1550	от +25 до +1250	от +25 до +1150	от +25 до +1250	от +25 до +1450	от +25 до +1550
Диапазон измерений температуры фазовых переходов, °C ¹⁾	от +25 до +1100	от +25 до +1450	от +25 до +1150	от +25 до +1500	от +25 до +1200	от +25 до +1100	от +25 до +1200	от +25 до +1400	от +25 до +1500
Диапазон измерений удельной теплоты фазовых переходов, Дж/г	от 10 до 1000					-			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов, °C	±2,0 в поддиапазоне от +25 °C до +300 °C включ. ±3,0 в поддиапазоне св. +300 °C до +600 °C включ. ±6,0 в поддиапазоне св. +600 °C до +1500 °C								
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов, %	±6,0					-			
Диапазон измерений массы (изменения массы), мг	-	от 1 до 3000				от 1 до 2000			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы), мг	-	в режиме СДВ ²⁾ : ±0,5 в диапазоне от 1 мг до 100 мг включ. в режиме ДДВ ²⁾ : ±1,0 в диапазоне от 1 мг до 99 мг включ.							

Наименование характеристики	Значение для модификации								
	DZ3320A	DZ3320C	DZ- STA200	DZ-STA300 DZ-STA300A	DZ- STA401	DZ- TGA101	DZ- TGA201	DZ- TGA103	DZ- TGA105
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массы (изменения массы), %	-		в режиме СДВ ²⁾ : ± 1 в диапазоне св. 100 мг до 3 г в режиме ДДВ ²⁾ : ± 2 в диапазоне св. 99 мг до 3 г						
¹⁾ Диапазоны измерений находятся в пределах, установленных в таблице 2, определяются комплектацией конкретного термоанализатора (тип печи и системы охлаждения) и приводятся в руководстве по эксплуатации. ²⁾ СДВ – статический режим измерений массы (изменения массы), ДДВ - динамический режим измерений массы (изменения массы).									

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 фазовых переходов	Да	Да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов	Да	Да	11.2
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной (относительной) погрешности измерений массы (изменения массы) ¹⁾	Да	Да	11.3
¹⁾ 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, в диапазоне измерений, приведенном в руководстве по эксплуатации 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, °С 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.

Для получения экспериментальных данных с термоанализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего термоанализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют 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	Средство измерений температуры окружающего воздуха: диапазон измерений от 15 °С до 25 °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 20 % 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 T= от 630,15 °С до 631,05 °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 T= от 659,4 °С до 661,4 °С, $\Delta = \pm 1,0$ °С T= от 805,9 °С до 808,9 °С, $\Delta = \pm 1,2$ °С T= от 960,9 °С до 962,9 °С, $\Delta = \pm 1,3$ °С T= от 1062,9 °С до 1066,9 °С, $\Delta = \pm 1,4$ °С	ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022 (СОТСФ-2)
	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: T= от 1452,85 °С до 1456,85 °С, $\Delta = \pm 2,0$ °С	ГСО 12229-2023/ГСО 12230-2023 (СО СОТСФ-3)
	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)
	Стандартные образцы термодинамических свойств: T= 771,6 °С, $\Delta = \pm 0,6$ °С	ГСО 1363-78 (СОТС-5)
	Вторичные эталоны в диапазоне значений от 40 до 2000 кДж/кг по Приказу Росстандарта № 3155 от 28.12.2024	ГСО 2312-82/2316-82, ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022, ГСО 1363-78

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	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	Рабочие эталоны 1 разряда в диапазоне значений от 1 до 200 мг по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622	Набор гирь (1мг-500г) E2, 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 °С, Δ= ±0,07 %, в диапазоне значений потери массы от 27 % до 31 % при T= 850 °С, Δ= ±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 4.

9.2 СО должны быть выдержаны в условиях по разделу 4 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 (вкладка «Help/Помощь»).

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 тиглей, осуществить подбор средств поверки (СО), используя рекомендации, указанные в Приложении D ГОСТ Р 55134-2012 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

№ 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 -150 до +550	алюминиевый	1	от -150 до +90	Ga
			2	от +90 до +350	In, Sn, Bi
			3	от +350 до +550	Zn, CsCl
2	от +25 до +1500	корундовый	1	от +25 до +500	Ga, In, Sn, Bi, Zn
			2	от +500 до +1000	Sb, Al, BaCO ₃ , Ag*
			3	от +1000 до +1500	Au, Ni*

* Рекомендуется при создании в измерительной ячейке высокочистой инертной атмосферы.

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 °С/мин в температурном сегменте плавления СО. Для модификаций, основанных на методе TGA, допускается использовать СО температуры Кюри, предварительно разместив на печи термоанализатора постоянные магниты, обеспечивающие изменение показаний массы.

11.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры (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 i -го СО, указанное в паспорте СО, °С;

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

11.1.5 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений 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 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 теплоты 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 теплоты фазового перехода i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте, Дж/г;

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

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

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

11.3.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) для термоанализаторов, основанных на методах TGA и STA, при статическом режиме осуществляется при температуре, указанной в пункте 4 настоящей методики, при последовательном размещении в весовой блок эталонных гирь с номинальным значением 1 мг, 10 мг, 50 мг, 200 мг, 2 г. Разместить гирию в измерительной ячейке термоанализатора, после чего в ПО термоанализатора задать изотермический режим продолжительностью до 5 минут.

11.3.2 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) (измеренное термоанализатором отклонение, зафиксированное после 1 минуты с момента запуска изотермического режима) во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2 настоящей методики.

11.3.3 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массы (изменения массы) для термоанализаторов, основанных на методах TGA и STA, при динамическом режиме осуществляется в динамическом режиме с