

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ



Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов
«25» ноября 2015 г.

**Термоанализаторы
синхронные модели STA6000
фирмы "PerkinElmer, Inc.", США**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 2413-0041-2015**

1.Р-63300-16

Руководитель НИО
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева

А.И. Походун
А.И. Походун

Ведущий научный сотрудник
В.С. Снегов
В.С. Снегов

Ст. научный сотрудник
В.И. Кулагин
В.И. Кулагин

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы синхронные модели STA6000, изготовленные фирмой " PerkinElmer, Inc.", США (далее термоанализатор) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		первичной поверки	периодической поверки
Внешний осмотр	5.1	+	+
Опробование	5.3	+	+
Проверка электрического сопротивления изоляции	5.2	+	-
Определение метрологических характеристик теплофизических свойств	5.4	+	+
Определение абсолютной погрешности измерения массы	5.5	+	+
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.6	+	+

1.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

2.1.1. Мегаомметр М4100/3

2.1.2. Государственные стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов (далее ГСО):

-индий ГСО 2313-82; $T_{пл} = 429,85\text{K}$ $\delta_T = 0,1\text{K}$, $H_{пл} = 28,58\text{ Дж/г}$ $\delta_H = 0,15\text{ Дж/г}$

-олово ГСО 2314-82, $T_{пл} = 505,20$ $\delta_T = 0,12\text{K}$, $H_{пл} = 59,92\text{ Дж/г}$ $\delta_H = 0,25\text{ Дж/г}$

-цинк ГСО 2315-82; $T_{пл} = 692,7\text{K}$ $\delta_T = 0,4\text{ K}$, $H_{пл} = 107,5\text{ Дж/г}$, $\delta_H = 3,2\text{ Дж/г}$

- хлористый калий ГСО 1363-78; $T_{пл} = 1044,75\text{K}$, $H_{пл} = 357,29\text{ Дж/г}$

2.1.3. Государственный стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд.

2.1.4. Набор эталонных гирь (1мг – 500мг) 2-го разряда(E2)

2.1.5. Весы неавтоматического действия с характеристиками не хуже: дискретность 0,01мг, $M_{ax} = 20\text{г}$, 2 класс точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Примечание: Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия, приведенные ниже:

температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25;
относительная влажность, %	от 40 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106.
напряжение питания сети, В	230

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ Р 52319-2005.

4.2. По способу защиты человека от поражения электрическим током прибор должен соответствовать классу 0, при работе с встроенными источниками питания и классу 0 при подключении блока питания к электросети, по ГОСТ 12.2.007.0-75

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

5.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие термоанализатора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать паспорту на данный термоанализатор ;
- изделия, входящие в состав термоанализатора , не должны иметь механических повреждений;
- термоанализатор , не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

5.2. Проверка электрического сопротивления изоляции термоанализатора.

5.2.1. Электрическое сопротивление изоляции проверяют между входными цепями питания измерителя и корпусом с помощью мегомметра с номинальным напряжением 500 В.

5.2.2. При проверке электрического сопротивления изоляции входной сетевой фидер должен быть отключен от измерителя.

5.2.3. Сопротивление изоляции при температуре окружающего воздуха (20±5) °С и относительной влажности от 30 до 80 % должно быть не менее 20 МОм.

5.3. Опробование

5.3.1. При опробовании выполняют следующие операции:

- проверяют работоспособность термоанализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него, для этого:
 - убедитесь, что все составные части термоанализатора правильно соединены друг с другом;
 - включите термостат и измерительный блок клавиша «on/off» и дайте прогреться прибору 45 мин;
 - с помощью ПО “Pyris Thermal Manager ” задаются начальные и конечные температуры опыта, убеждаются в наличии соответствующей индикации на дисплее(меню, графики) а также в функционировании режимов: запись программы,

вызов программы из памяти, удаление сохраненных программ. Выполняют согласно Руководству по эксплуатации пробный опыт по определению теплоты плавления любого из трех ГСО.

Если после опробования на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается успешной.

5.4. Определение метрологических характеристик теплофизических свойств.

5.4.1. Абсолютную погрешность измерения температуры и относительную погрешность определения удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) индия, олова, цинка, и хлористого калия.

5.4.2. Значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления определяют в следующей последовательности:

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 60 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 20 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева «Rate» –10 °С/мин;

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места чашечки с запресованными соответствующими ГСО и запускают измерение.

По окончании измерения с помощью команды “Onset” на зарегистрированном графике определяется температура плавления ГСО $T_{изм}$.

е) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления (Δ_T) по формуле

$$\Delta_T = T_{изм} - T_{дейст}, \text{ } ^\circ\text{C} \quad (1),$$

где $T_{дейст}$ – температура плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.3. Значение относительной погрешности измерения удельной теплоты определяют в следующем порядке:

а) выполняют пп. 5.4.2. а... 5.4.2. д

б) с помощью команды «Integration» определяют значение удельной теплоты плавления ГСО индия и олова $N_{изм}$;

в) значение относительной погрешности измерения удельной теплоты ΔN рассчитывают по формуле

$$\Delta N = (N_{изм} - N_{ст}) / N_{ст} * 100\% \quad (2),$$

где

$N_{ст}$ – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.4. Каждое из полученных значений абсолютной погрешности измерения температуры и относительной погрешности измерения удельной теплоты не должны превышать пределов допускаемых погрешностей, установленных для данного прибора

5.5 Определение абсолютной погрешности измерения массы.

5.5.1. Значение основной абсолютной погрешности измерения массы термоанализатором определяют при комнатной температуре при последовательном размещении в тигель для образцов (нагружении весов) эталонных гирь с номинальным значением 1, 10, 20, 200, 500 мг.

За абсолютную погрешность измерения массы термоанализатором принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным показанием термоанализатора в каждой поверяемой точке

$$\Delta_i = L_{pi} - m_i,$$

где L_{pi} - среднее из 5-ти измерений массы эталонной гири,

m_i - действительное значение массы эталонной гири.

Абсолютная погрешность измерения массы не должна превышать пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, установленные для данного прибора.

5.5.2. Значение дополнительной абсолютной погрешности измерения массы термоанализатором в рабочем интервале температур определяют в следующем порядке:

а) с помощью весов подбирают из образцов корунда(ГСО149-86П) навеску массой примерно 20-25 мг и размещают ее в экспериментальный тигель для образцов ;

б) задают начальную и конечную температуру сканирования;

в) задают скорость прогрева «Rate» –20 °С/мин;

г) производят взвешивание термоанализатором размещенной массы и вводят в память программы значение массы образца ГСО ;

д) выполняют запуск нагрева и производят измерение изменения веса в процессе нагрева до установленной конечной температуры .

Операции по пп. а) –д) повторяют для веса, равного 50% от M_{max} и для максимальной массы корунда, которую можно разместить в экспериментальном тигле.

За значение дополнительной абсолютной погрешности измерения массы принимается величина $\Delta m_{изм}$ –максимальное зарегистрированное термоанализатором отклонение показаний от значения массы m_i , полученного взвешиванием термоанализатором при комнатной температуре.

Максимальное значение абсолютной дополнительной погрешности измерения массы не должно превышать пределов допускаемой погрешности , установленных для данного прибора.

5.6. Подтверждение соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации

5.6.1 При поверке термоанализатора проверяют соответствия ПО данному типу СИ .

Идентификационными данными является наименование ПО и номер версии.

Идентификационное наименование ПО высвечивается при включении прибора.

Название используемого ПО должно быть «PYRIS»

Номер версии внешнего ПО высвечивается на экране монитора после нажатия клавиши «Help»

Для данных СИ номер версии должен быть не ниже «V11.0»

Идентификация версии внутреннего ПО осуществляется из раздела Pyris Config через команду Edit после нажатия кнопки Firmware Version при подключенном анализаторе (калориметре). Для данного СИ номер версии должен быть не ниже «V0.70»

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки оформляют протоколом по форме, приведенной в приложение 1.

6.2. Положительные результаты периодической поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке установленного образца.

6.3. При отрицательных результатах поверки прибор бракуют, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

« 03 » июня 20 г.

Санкт-Петербург

Протокол поверки №

Средство измерения термоанализатор синхронный
 модель STA6000

заводской № _____ 00000000

принадлежащий _____

Поверка осуществляется в соответствии с _____ наименование методики поверки
 Результаты определения погрешности измерения температуры фазовых переходов
 представлены в табл. 1

Таблица 1

№ опыта	Измеряем. ГСО	Измеренное $T_{пл}$	Номинальное $T_{пл}$	ΔT
1	In		429,7	
2	In		429,7	
3	In		429,7	
5	Zn		692,6	
6	Zn		692,6	
7	Sb		904,5	
8	Sb		904,5	

Среднее отклонение от номинального составляет

Максимальное отклонение от номинального

Установленный предел допустимой абсолютной погрешности Приложение :
 термограммы опытов

Прибор годен (не годен) к применению

Ф.И.О
 поверителя