

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

августа 2016 г.



**ПРИБОРЫ КОМБИНИРОВАННЫЕ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА
МОДИФИКАЦИЙ DSC x/x+, TGA/DSC x/x+, TGA x,
HP DSC x+, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0034-2016

Руководитель отдела эталонов и
научных исследований в области термодинамики
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.И. Походун

Санкт-Петербург
2016 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее МП) приборов комбинированных термического анализа модификаций DSC x/x+, HP DSC x/x+, TGA/DSC x/x+, TGA x, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x (далее приборы), изготовленных фирмой «Mettler-Toledo AG», Швейцария.

1.2. Поверка проводится с целью определения пригодности приборов к дальнейшей эксплуатации, при наличии МП и свидетельства о последней поверке.

1.3. Первичная поверка приборов производится при вводе в эксплуатацию и после ремонта.

1.4. Интервал между поверками – 2 года.

1.5. По письменному обращению владельца экземпляра СИ возможна поверка образца в ограниченном диапазоне температур, ограниченном диапазоне удельной теплоты фазовых переходов и ограниченном диапазоне линейных приращений.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.018-2007 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне температуры от 90 до 1800 К.

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования.

ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

Приказ Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № от 25 марта 2014 года N 116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением».

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1. Приборы предназначены для измерения термодинамических характеристик (удельной теплоты, температуры фазовых переходов и физико-химических реакций), а также регистрации изменения массы, линейных размеров материалов в диапазоне температур от минус 190 до плюс 1600 °С.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1. Операции поверки.

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	9.1	да	да
Опробование. Идентификация программного обеспечения	9.2	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений температуры	9.3	да	да

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов (для приборов DSC x/x+, TGA/DSC x/x+, HP DSC x/x+)	9.4	да	да
Определение относительной погрешности измерений линейных приращений (для приборов TMA/SDTA x/x+)	9.5	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений массы (для приборов TGA/DSC x/x+ и TGA x)	9.6	да	да

4.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Средства поверки.

№ пункта методики поверки	Наименование эталонов и СИ и их основные метрологические характеристики
9.3	Эталонный термометр сопротивления ЭТС-100, диапазон измерений температуры от 77,372 до 273,16 К
9.3	Эталонный термометр сопротивления ЭТС-100, диапазон измерений температуры от 0,01 до 419,527 °С
9.3	Преобразователь термоэлектрический платинородий-платиновый типа ППО, диапазон измерений от 300 до 1100 °С, 1 разряд по ГОСТ 8.558-2009
9.3	Преобразователь термоэлектрический платинородий-платинородиевый типа ПРО, диапазон измерений от 600 до 1800 °С, 1 разряд по ГОСТ 8.558-2009
9.3	Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений от 0 до 300 Ом, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm(1 \cdot 10^{-5} \cdot R + 1 \cdot 10^{-3})$ Ом
9.3	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО 2313-82, 2314-82, 2315-82
9.4	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО 2313-82, 2314-82
9.5	Государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZB.0158.2016. ¹⁾
9.6	Набор эталонных гирь 1-го разряда (E1) (1 мг – 5000 мг)

¹⁾ Перечень мер ТКЛР, из состава государственного рабочего эталона 3.1.ZZB.0158.2016, применяемых при поверке, приведен в приложении А

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке, рабочие эталоны должны быть аттестованы.

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке прибора допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ прибора и допущенные к работе в качестве поверителей СИ в области теплофизики.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. При подготовке и проведении работ по поверке должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019, «Правил ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей», Приказа Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № от 25 марта 2014 года N 116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением».

7.2. Все подключения к прибору производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают нормальные условия в соответствии с ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха: $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха: $(60 \pm 20) \%$;
- атмосферное давление: $(101,3 \pm 3,0) \text{ кПа}$.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Внешний осмотр.

9.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие прибора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать технической документации на данную модификацию прибора;
 - изделия, входящие в состав прибора, не должны иметь механических повреждений;
- Прибор, не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

9.2. Опробование (Проверка функционирования прибора).

9.2.1. При опробовании проверяют работоспособность прибора в соответствии с эксплуатационной документацией на него. Для этого:

- убедитесь, что все составные части прибора правильно соединены друг с другом;
- включите прибор, компьютер и другое периферийное оборудование – дайте прогреться не менее 45 минут до начала опробования.

Для приборов DMA x, DMA/SDTA x, TMA/SDTA x/x+:

- установите один из зажимов из комплектации приборов DMA x, DMA/SDTA x, TMA/SDTA x/x+ соответственно;
- запустите программу инициализации прибора с персонального компьютера (в процессе инициализации прибора определяет начальное положение зажима прибора DMA x, DMA/SDTA x, TMA/SDTA x/x+).

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

9.2.2. Идентификация программного обеспечения.

9.2.2.1. Идентификация программного обеспечения (далее ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО прибора, представленного на испытание, с идентификационным данным, приведенными в технической документации:

- наименование ПО;
- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.

Для определения номера версии ПО «STAR^e» необходимо запустить программу STAR^e, в главном меню выбираем вкладку «Справка», пункт «О ПО STAR^e».

9.3. Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

9.3.1. Определение абсолютной погрешности измерений температуры для приборов модификаций DSC x/x+, HP DSC x/x+ осуществляется посредством последовательных измерений температуры плавления ГСО 2313...ГСО 2315.

9.3.2. Установите поочередно ГСО 2313...ГСО 2315 в измерительную часть приборов.

9.3.3. Произведите измерения температуры плавления в соответствии с руководством по эксплуатации на ГСО 2312...ГСО 2315.

9.3.4. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления (ΔT) по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{дейст}}, \text{ } ^\circ\text{C},$$

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

9.3.5. Определение абсолютной погрешности измерений температуры для приборов модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x осуществляется посредством измерения заданной температуры печи прибора эталонными термоэлектрическими преобразователями.

9.3.6. Установите эталонные термоэлектрические преобразователи в измерительную часть приборов.

9.3.7. Подключите эталонные термоэлектрические преобразователи к системе поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ.

9.3.8. Задайте программу нагрева/охлаждения печи приборов по всему диапазону измерений температуры. Измерьте температуру в пяти точках, равномерно распределенных по диапазону измерений температуры.

9.3.9. Фиксируйте показания, $T_{\text{изм}}$, и показания эталонных термоэлектрических преобразователей, $T_{\text{эт}}$, на экране компьютера.

9.3.10. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры (ΔT) по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{эт}}, \text{ } ^\circ\text{C},$$

где $T_{\text{эт}}$ – температура, измеренная при помощи эталонных термоэлектрических преобразователей, $T_{\text{изм}}$ – температура, измеренная прибором.

9.3.11. Абсолютная погрешность измерений температуры ΔT во всех контрольных точках не должна превышать указанной в технической документации изготовителя.

9.4. Определение относительной погрешности измерения удельной теплоты фазовых переходов.

9.4.1. Определение диапазона и относительной погрешности измерения удельной теплоты фазовых переходов для приборов модификаций DSC x/x+, HP DSC x/x+, TGA/DSC x/x+, осуществляется посредством последовательных измерений температуры и теплоты плавления ГСО 2313, ГСО 2314 в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.4.2. Установите поочередно ГСО 2313, ГСО 2314 в измерительную часть приборов.

9.4.3. Произведите измерения удельной теплоты фазовых переходов в соответствии с руководством по эксплуатации на ГСО 2313, ГСО 2314.

9.4.4. Рассчитайте значение относительной погрешности измерения удельной теплоты фазовых переходов δH по формуле:

$$\delta H = (H_{\text{изм}} - H_{\text{ст}}) / H_{\text{ст}} \cdot 100 \%,$$

где $H_{\text{ст}}$ – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом паспорте.

9.4.5. Относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов δH во всех контрольных точках не должна превышать указанной в технической документации изготовителя.

9.5. Определение относительной погрешности измерений линейных приращений для приборов модификаций TMA/SDTA x/x+ в рабочем диапазоне температур.

Относительную погрешность измерений линейных приращений определяют с государственного рабочего эталона 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZB.0158.2016 (далее – меры ТКЛР) без механических нагрузок.

9.5.1. В прибор установить одну из мер ТКЛР в зависимости от рабочего температурного диапазона модификации прибора TMA/SDTA x/x+.

9.5.2. Включить программу нагрев/охлаждение с максимальной скоростью нагрева/охлаждения прибора, а также с температурными статиками в течение 10 минут каждые 100 °С.

9.5.3. Выполнить измерения линейных приращений меры ТКЛР во всем диапазоне меры в положительной и отрицательной температурной области (в зависимости от модификации прибора) через каждые 100 °С.

9.5.4. По результатам измерений определяют относительную погрешность измерений линейных приращений (δ), для каждого выбранного интервала температуры:

$$\delta = \frac{|\delta_{изм} - \delta_{эт}|}{\delta_{эт}} \times 100 \%,$$

где $\delta_{эт}$ – эталонное значение линейных приращений меры ТКЛР для выбранного интервала температуры;

$\delta_{изм}$ – измеренное значение линейных приращений меры ТКЛР для выбранного интервала температуры.

Расхождения между измеренным значением линейного приращения меры ТКЛР, полученными в результате ее измерения на приборе и данными свидетельства о поверке данной меры для рекомендуемых интервалов температур не должно превышать $\pm 5 \%$.

9.6. Определение абсолютной погрешности измерения массы.

9.6.1. Определение абсолютной погрешности измерения массы для приборов модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x осуществляется при комнатной температуре при последовательном размещении на весы эталонных гирь с номинальным значением 1, 10, 20, 200, 500, 1000 мг для диапазона измерений до 1 г (2000, 4000 мг для диапазона до 5 г)

9.6.2. Перед определением абсолютной погрешности измерения массы включите водяное охлаждение приборов модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x. Проводить измерения массы после выхода на стабильный режим работы - через 3 часа.

9.6.3. За абсолютную погрешность измерения массы прибором принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным показанием прибора в каждой поверяемой точке

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

где L_{pi} - измеренное значение массы эталонной гири,

m_i - действительное значение массы эталонной гири.

9.6.4. Абсолютная погрешность измерения массы не должна превышать пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, установленные для прибора модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1. Результаты поверки прибора вносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

10.2. Положительные результаты поверки прибора оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на корпус прибора, или выдают свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

10.3. При отрицательных результатах поверки прибор к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Прибор направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности с указанием причин в

соответствии с Приказом Минпромторга РФ от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке». После ремонта прибора подлежит первичной поверке.

10.4. Знак утверждения типа наносится на титульный лист руководства по эксплуатации типографским способом и на корпус прибора любым способом, обеспечивающим сохранность знака утверждения типа в течение всего срока службы прибора.

Разработчик методики поверки:

Руководитель отдела эталонов и
научных исследований в области дилатометрии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Т.А. Компан

Младший научный сотрудник



Н.Ф. Пухов

Приложение А**(обязательное)**

Перечень мер ТКЛР, из состава государственного рабочего эталона 3.1.ZZB.0158.2015, применяемых при поверке

Меры ТКЛР	Диапазон воспроизводимых значений ТКЛР, $\alpha \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$	Диапазон рабочей температуры, К	$*\delta \cdot 10^8, \text{ K}^{-1}$
мера ТКЛР из кварцевого стекла марки КВ	0,5÷0,6	90÷1100	3,0
мера ТКЛР из кварцевого стекла марки КУ	0,01÷0,59	90÷1000	2,8
мера ТКЛР из молибдена	4,0÷8,2	90÷2700	4,0÷30
мера ТКЛР из поликристаллической меди	14÷17	90÷400	9,6
мера ТКЛР из сплава «ПИРОС»	13÷16,5	300÷1100	9,2
мера ТКЛР из поликристаллического алюминия	18÷27	90÷700	10,0
мера ТКЛР из монокристаллического оксида алюминия	3÷9,5	90÷1800	3,0÷10,5
мера ТКЛР из сплава «интерметаллид (Ni3Al)»	12÷16,5	300÷1400	11,5÷ 23,5
мера ТКЛР из кремния монокристаллического	2,6÷3,6	300÷1100	3,0
¹⁾ * δ - допускаемые значения доверительных границ абсолютной погрешности государственного эталона, в стоградусном интервале температуры при трех независимых измерениях, при доверительной вероятности $P=0,95$			

