

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин




Государственная система обеспечения единства измерений
АНАЛИЗАТОРЫ ТЕРМИЧЕСКИЕ СИНХРОННЫЕ DTG-60


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0043-2021

Руководитель лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
теплового расширения и комплексного термического
анализа ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 Т.А. Коман

Младший научный сотрудник лаборатории
государственных эталонов и научных
исследований в области теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 В.В. Власова

Санкт-Петербург
2021 г.

1. Общие сведения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термические синхронные DTG-60 (далее - анализаторы), предназначенные для измерения термодинамических характеристик (температуры и теплоты фазовых и структурных превращений), и регистрации изменения массы твердых и порошкообразных веществ в процессе их нагрева.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019), государственному первичному специальному эталону единиц удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К (ГЭТ 67-2013), государственному первичному эталону массы (килограмма) (ГЭТ 3-2020).

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

– прямые измерения — при поверке измерительных каналов температуры, удельной теплоты и массы.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения первичной и периодической поверки анализаторов для меньшего числа измеряемых величин и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений с обязательным занесением данной информации в свидетельство о поверке.

Первичная и периодическая поверка осуществляется на месте эксплуатации анализатора.

При поверке должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции при поверке

Наименование операции	Номер пункта документа о поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1	да	да
Опробование	8.2	да	да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	да	да
Определение метрологических характеристик при измерении температуры	8.4	да	да
Определение метрологических характеристик при измерении удельной теплоты фазовых и структурных превращений	8.5	да	да
Определение метрологических характеристик при измерении массы	8.6.	да	да

При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3. Требования к условиям поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °С
- относительная влажность воздуха
- атмосферное давление

от +15 до +25;
от 15 % до 80 %;
от 98,3 до 104,3 кПа.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию (далее - ЭД), прилагаемую к анализаторам, а также ЭД на эталоны и другие средства поверки.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Метрологические и технические требования представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8.4, 8.5	Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2312-82/ГСО 2316-82; ГСО 1363-78 Стандартный образец термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5)
8.6	Набор гирь (1 мг – 500 мг), регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ № 52768-13, соответствует классу E2 по ГОСТ OIML R 111-1-2009.

5.1 Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности при проведении поверки

Должны быть соблюдены следующие требования:

- 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. Подготовка к поверке

7.1. Проверить комплектность анализатора.

7.2. Проверить электропитание анализатора.

7.3. Подготовить к работе и включить анализатор согласно ЭД. Перед началом поверки анализатор должен работать не менее 40 мин.

8. Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

Анализатор не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.

Соединения в разъемах питания анализатора должны быть исправными и устойчивыми.

Маркировка анализатора должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если анализатор не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка анализатора целая, соединения в разъемах питания датчика исправные и устойчивые.

Знак утверждения типа должен быть нанесен типографским способом на титульный лист руководства по эксплуатации.

8.2 Опробование

Опробование анализатора производится одновременно с определением метрологических характеристик.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1. Идентификация программного обеспечения (далее - ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО анализатора, представленного на испытание, с идентификационными данными, приведенными в технической документации:

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

8.3.2. Определить номер версии ПО LabSolutions TA возможно непосредственно после запуска ПО в появившемся стартовом окне.

Результаты поверки считают положительными, если наименование и номер версии ПО соответствуют значениям в таблице 3:

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions TA
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.00

8.4 Определение метрологических характеристик при измерении температуры

8.4.1 Проверка диапазона измерений температуры проводится совместно с определением абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от 30 до 770 °С путем однократного измерения температуры плавления всех стандартных образцов комплекта ГСО 2312-82...ГСО 2316-82 и ГСО 1363-78 согласно заявленному диапазону.

Для этого предварительно взвешенные навески ГСО помещают в ячейки, которыми укомплектован анализатор. Ячейки с ГСО по одному размещают в печи согласно руководству по эксплуатации. И каждую отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения материала стандартного образца.

8.4.2 Для каждого вещества (далее - контрольная точка) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления (ΔT), °С по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{действ}},$$

где $T_{\text{действ}}$ - температура плавления ГСО 2312-82...ГСО 2316-82 и ГСО 1363-78, указанная в паспорте к комплекту СОТСФ.

8.4.3 Результаты проверки диапазона измерений температуры принимают положительными, если абсолютная погрешность измерения температуры в диапазоне температуры от 30 до 770 °С в каждой контрольной точке не превышает ± 2 °С.

8.5 Определение метрологических характеристик при измерении удельной теплоты фазовых и структурных превращений

8.5.1 Проверка диапазона удельной теплоты осуществляют совместно с определением в диапазоне температуры от 30 до 770 °С теплоты плавления индия ГСО 2313-82 при размещении в ячейке 1/3 рекомендуемой изготовителем анализатора навески, теплоты плавления олова ГСО 2314-82 массой, равной трем рекомендуемым изготовителем анализатора навескам, и ГСО 1363-78 массой соответствующей рекомендуемой изготовителем массы.

8.5.2 Допускается совмещать измерения по п.8.4 и 8.5 при проведении периодической поверки с соблюдением требований обоих пунктов.

8.5.3 Значение относительной погрешности измерений удельной теплоты δH , кДж/кг, рассчитывают по формуле

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

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

8.5.4 Результаты проверки диапазона измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений принимают положительными, если полученные значения относительной погрешности измерений удельной теплоты не должны превышать ± 3 % в

поддиапазоне от +30 до +500 °С, ±5 % в поддиапазоне св. +500°С до +770°С.

8.6 Определение метрологических характеристик при измерений массы.

8.6.1 Определение относительной погрешности измерений массы осуществляется при комнатной температуре при последовательном размещении на весах эталонных гирь с номинальным значением 1, 10, 20, 200, 500 мг.

8.6.2 Проводить измерения массы после выхода на стабильный режим работы – через 3 часа.

8.6.3. За относительную погрешность измерений массы прибором принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным показанием прибора, отнесенная к действительному значению эталонной гири приведенное в процентах в каждой поверяемой точке

$$\delta_i = 100 \% \cdot (L_{pi} - m_i) / m_i,$$

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

m_i - действительное значение массы эталонной гири.

8.6.4 Относительная погрешность измерений массы не должна превышать ±1 %.

9. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений пп. 8.4-8.6 настоящей методики поверки.

10. Оформление результатов поверки

Сведения о результатах поверки анализаторов передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке, в случае его оформления.

При проведении поверки в сокращенном объеме в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и свидетельство о поверке, в случае его оформления) должны быть занесены соответствующие сведения.

Протокол оформляется по запросу Заявителя в соответствии с требованиями нормативной документации РФ и системы менеджмента качества поверителя.