

**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
«13» марта 2023 г.
Генерального директора
Е. П. Кривцов
Утвержденность № 54/2021
от 24.12.2021

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы синхронные термические STA
Методика поверки**

МП 2416-0051-2023

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


Т.А. Компан

Научный сотрудник 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
2023 г.

1. Общие положения

Данная методика поверки распространяется на анализаторы синхронные термические STA (далее – анализаторы STA), предназначенные для измерений температуры фазовых переходов, удельной теплоты и изменения массы твердых и порошкообразных материалов.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых анализаторов STA к государственным первичным эталонам единиц величин: государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С (ГЭТ 34-2020), государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019), государственному первичному эталону единицы массы (килограмма) (ГЭТ 3-2020).

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

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

Анализаторы STA 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

Таблица 1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик при измерении: - температуры фазовых переходов, удельной теплоты; - изменения массы	Да	Да	10.1
	Да	Да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.1 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.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.

4.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к анализаторам STA.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

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 -10 до +40 °С с абсолютной погрешностью не более ±1 °С. СИ относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с абсолютной погрешностью не более ±10 %. СИ атмосферного давления в диапазоне измерений от 840 до 1060 гПа с абсолютной погрешностью не более ±2,5 гПа.	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 ±0,26 К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты не более ±0,25 кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические, диапазон измерений от 0,002 до 3 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±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 ±0,06 до ±0,26 К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты ±0,25 кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические МУА 21.4У, диапазон измерений от 0,001 до 21 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,0005 г.
п. 10.2 Определение метрологических характеристик при измерении изменения массы	Набор гирь (10 мг – 2 г) класса точности М1 по ГОСТ OIML R111-1-2009.	Набор гирь (10 мг – 500 г) класса точности М1 по ГОСТ OIML R111-1-2009

5.1 Средства поверки должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

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

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

- 7.2 Соединения в разъемах питания анализатора STA должны быть надежными.
- 7.3 Маркировка анализатора STA должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.
- 7.4 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если анализатор STA не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка датчика целая, соединения в разъемах питания надежные.
- 7.5 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 Проверить комплектность анализатора STA.

8.3 Проверить электропитание анализатора STA.

8.4 Подготовить к работе и включить анализатор STA согласно ЭД. Перед началом поверки анализатор STA 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 необходимо считать номер версии с дисплея из раздела «Equipment Information» в графе «SW».

9.4 Для идентификации номера версии автономного ПО «ThermalAnalys STA-A» необходимо считать номер версии во вкладке «О программе» в меню «Помощь».

9.5 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если номера версии ПО соответствует данным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	STA.hex	ThermalAnalys STA-A
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 1.2	не ниже 22.0

10 Определение метрологических характеристик анализатора STA:

10.1 Проверка диапазона и определение погрешности при измерениях температуры фазовых переходов, удельной теплоты производится в следующем порядке:

10.1.1 Подготовьте к работе и включите анализатор STA в соответствии с ЭД.

10.1.2 Проведите 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 МУА 21.4У.

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;

10.1.4 Результаты считаются положительными, если абсолютная погрешность измерений температуры фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:

$$\Delta T \leq \pm 3 \text{ }^\circ\text{C} \text{ в диапазоне температуры от } 25 \text{ }^\circ\text{C} \text{ до } 300 \text{ }^\circ\text{C} \text{ вкл.},$$

$$\Delta T \leq \pm 6 \text{ }^\circ\text{C} \text{ в диапазоне температуры св. } 300 \text{ }^\circ\text{C} \text{ до } 770 \text{ }^\circ\text{C}.$$

10.1.5 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.

10.1.6 Результаты считаются положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:

$$\delta Q \leq \pm 8 \%$$

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

10.2.1 Проверку относительной погрешности измерения массы анализатором STA осуществляют при комнатной температуре при последовательном размещении на держателе для образцов (нагружении весов) эталонных гирь с номинальным значением 10, 20, 200, 500 мг, 1000 мг, 2000 мг.

10.2.2 За относительную погрешность измерения массы анализатором STA принимается разность между действительным значением эталонных гирь и полученным усредненным показанием анализатора STA в каждой поверяемой точке.

$$\delta M_i = \frac{M_i - m_i}{m_i} \cdot 100 \%$$

где M_i - среднее из 5-ти измерений массы эталонной гири, мг,

m_i - действительное значение массы эталонной гири, мг.

10.2.3 Результаты считаются положительными, если относительная погрешность измерений изменения массы во всех выбранных точках не превышает

$$\delta M_i \leq \pm 1 \%$$

11 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 погрешности средства измерений п.10.1.4, 10.1.6, 10.2.3 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 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, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.2 Протокол оформляется по запросу.