

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
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»)

СОГЛАСОВАНО:

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

_____ Е.П. Соби́на
" 09 " 04 2024 г.



**«ГСИ. Термоанализаторы Henven Н.
Методика поверки»**

МП 67-221-2023

Екатеринбург
2024

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 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки.....	7
3 Перечень операций поверки	7
4 Требования к условиям проведения поверки.....	8
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	8
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	8
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

Государственная система обеспечения единства измерений Термоанализаторы Henven H Методика поверки	МП 67-221-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы Henven H (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 23.12.2022 № 3253;

- 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 23.12.2022 № 3253;

- ГЭТ 60 Государственному первичному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне измерений температуры от 260 до 870 К, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 02.06.2021 № 925;

- 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 энтальпии и удельной теплоёмкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К, утвержденной ГОСТ Р 8.872-2014;

- ГЭТ 79 Государственному первичному специальному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 2 до 300 К согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 300 К, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.08.2022 № 2071;

- 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 23.12.2022 № 3253;

- 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 п.1.2. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Наименование характеристики	Значение											
	SC 1	SC 2	SC 3	SC 4	QG 1	QG 2	QG 3	QG 4	QT 1	QT 2	QT 3	QT 4
Пределы допускаемой абсолютной погрешно- сти измерений измене- ния массы при СДВ, мг		-						±0,1				
Пределы допускаемой абсолютной погрешно- сти измерений измене- ния массы при ДДВ, мг		-						±0,5				
* Диапазоны измерений находятся в пределах, установленных в таблице 1, определяются комплектацией конкретного термоанализатора и приво- дятся в руководстве по эксплуатации. Поверка конкретного термоанализатора проводится в диапазоне температуры в зависимости от его комплекта- ции (тип печи и системы охлаждения).												

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 Росстандарта от 19.08.2022 № 2071 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 300 К.

Приказ Росстандарта от 02.06.2021 № 925 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной теплоемкости и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 870 К.

ГОСТ Р 8.872-2014 Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К.

Приказ Росстандарта от 23.12.2022 № 3253 Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры.

Приказ Росстандарта 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.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которыми 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	-	-	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 энтальпии фазовых переходов	Да	Да	11.2
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости	Да	Да	11.3

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которыми выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка статического диапазона взвешивания (СДВ), динамического диапазона взвешивания (ДДВ) и определение абсолютной погрешности измерения изменения массы	Да	Да	11.4

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 на основании письменного заявления владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 25;
- относительная влажность, % от 20 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

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.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – 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 °C до 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °C.	Термогигрометр автономный ИВА-6 модификации ИВА-6А-Д2, рег. № ФИФ ОЕИ 82393-21
	Средство измерений давления: диапазон измерений давления от 60 до 120 кПа, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа	
	Средство измерений относительной влажности окружающего воздуха: диапазон измерений от 20 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %.	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
11.1, 11.2	Стандартные образцы температуры и теплоты фазовых переходов: $T = \text{от } 29,75 \text{ }^{\circ}\text{C до } 30,05 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 156,55 \text{ }^{\circ}\text{C до } 156,85 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 231,95 \text{ }^{\circ}\text{C до } 232,15 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 419,15 \text{ }^{\circ}\text{C до } 419,95 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 630,15 \text{ }^{\circ}\text{C до } 631,05 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$	ГСО 2312/82-2316/82 (СОТСФ)
	Стандартные образцы температуры и удельной энтальпии фазовых переходов: $T = \text{от } 270,9 \text{ }^{\circ}\text{C до } 271,9 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 475,4 \text{ }^{\circ}\text{C до } 476,4 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 659,4 \text{ }^{\circ}\text{C до } 661,4 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 1,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 805,9 \text{ }^{\circ}\text{C до } 808,9 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 1,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 960,9 \text{ }^{\circ}\text{C до } 962,9 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 1,3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 1062,9 \text{ }^{\circ}\text{C до } 1066,9 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 1,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$	ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022 (СОТСФ-2)
	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: $T = \text{от } 1452,85 \text{ }^{\circ}\text{C до } 1456,85 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 2,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	ГСО 12229-2023/ГСО 12230-2023 (СО СОТСФ-3)
	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: $T = \text{от } 160,0 \text{ }^{\circ}\text{C до } 170,0 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 350,0 \text{ }^{\circ}\text{C до } 360,0 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 745,0 \text{ }^{\circ}\text{C до } 755,0 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,75 \text{ }^{\circ}\text{C}$	ГСО 12005-2022/ГСО 12007-2022 (СО ТК)
	Стандартные образцы термодинамических свойств: $T = 771,6 \text{ }^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$.	ГСО 1363-78 (СОТС-5)
	Рабочие эталоны в диапазоне значений от 50 до 2000 кДж/кг по ГОСТ Р 8.872-2014. Вторичные эталоны в диапазоне значений от 40 до 1300 кДж/кг по Приказу Росстандарта от 02.06.2021 № 925.	ГСО 2312/82-2316/82, ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022, ГСО 1363-78
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ Р 53228-2008.	Весы неавтоматического действия ME/TLE/JE, рег. № 53258-13
11.3	Рабочие эталоны в диапазоне значений от 100 до 2000 Дж/(кг·К) по ГОСТ Р 8.872-2014. Вторичные эталоны в диапазоне значений от 50 до 2900 Дж/(кг·К) по Приказу Росстандарта от 02.06.2021 № 925.	ГСО 149-86П (СОТС-1)
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ Р 53228-2008.	Весы неавтоматического действия ME/TLE/JE, рег. № 53258-13
11.4	Рабочие эталоны 1-го разряда в диапазоне значений от 1 до 100 мг по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622.	Набор гирь (1мг-500г) E2, рег. № 58666-14

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 Р 53228-2008.	Весы неавтоматического действия ME/TLE/JE, рег. № 53258-13
	Стандартные образцы в диапазоне значений потери массы от 17 % до 20 % при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta = \pm 0,07\text{ \%}$, в диапазоне значений потери массы от 27 % до 31 % при $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\Delta = \pm 0,09\text{ \%}$.	GCO 11444-2019

6.2 ГСО 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, ГОСТ Р 52931.

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 ясным указанием типа, модификации и заводского 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 3.

9.2 ГСО должны быть выдержаны в условиях по разделу 4 в течение 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 обеспече-

ния (далее – ПО) термоанализатора идентифицируется в программном обеспечении (Help → About Analysis).

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 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 комплектации термоанализатора, приведённой в паспорте, а именно, диапазона измерений и используемых тиглей, осуществить подбор средств поверки (ГСО), используя рекомендации, указанные в Приложении D ГОСТ Р 55134-2012 и руководстве по эксплуатации термоанализатора. Подобрать ГСО для проведения измерений в трёх точках диапазона измерений термоанализатора. Допускается проведение измерений в большем количестве точек. Примеры подбора ГСО указаны в таблице 4.

Таблица 4 – Примеры подбора ГСО

№ примера	Диапазон измерений температуры, °C	Тип тигля	Контрольные точки температуры		ГСО на основе следующих материалов
			№ точки	диапазон измерений, в котором выбирается точка, °C	
1	от -150 до +650	алюминиевый	1	от -150 до +120	Ga
			2	от +120 до +380	In, Sn, Bi
			3	от +380 до +650	Zn, CsCl, Sb
2	от +25 до +1500	корундовый	1	от +25 до +500	Ga, In, Sn, Bi, Zn
			2	от +500 до +1000	Sb, Al, Ag
			3	от +1000 до +1500	Au, Ni

В случаях, когда подбор затруднён из-за несовместимости тиглей и ГСО, допускается размещать между ними материал, препятствующий взаимодействию, например, корундовый диск (как в примере 1 с Ga).

11.1.3 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески ГСО поместить в тигли, которыми укомплектован термоанализатор. Тигли с ГСО по одному разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Каждый ГСО отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения ГСО, второй – контрольный, со скоростью нагрева 10 К/мин в температурном сегменте плавления ГСО. Для модификации QG использовать ГСО температуры Кюри, предварительно разместив на печи термоанализатора постоянные магниты, обеспечивающие изменение показаний массы.

11.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры (ΔT), °C, по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{эт}}, \quad (1)$$

где $T_{\text{эт}}$ – аттестованное значение температуры (значение ГСО, указанное в прилагаемом паспорте), °C;

$T_{\text{изм}}$ – значение температуры, измеренное термоанализатором, °C.

11.1.5 Результаты считают положительными, если абсолютная погрешность измерений температуры фазовых переходов находится в интервале $\pm 3,0$ °C для модификации SC и $\pm 1,5$ °C в диапазоне измерений температуры от плюс 25 °C до плюс 300 °C

включительно, в интервале $\pm 3,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ в диапазоне измерений температуры свыше плюс $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ до плюс $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ включительно и в интервале $\pm 5,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ в диапазоне измерений температуры свыше плюс $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ до плюс $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ для модификаций QG и QT.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной энтальпии фазовых переходов

11.2.1 Данную проверку допускается совмещать с п.11.1.

11.2.2 Повторить операции по п. 11.1.1-11.1.3, подобрать ГСО 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 энтальпии фазовых переходов (δH), %, по формуле

$$\delta H = \frac{(H_{\text{изм}} - H_{\text{эт}})}{H_{\text{эт}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $H_{\text{эт}}$ - удельная энтальпия фазового перехода ГСО, указанная в прилагаемом паспорте, кДж/кг;

$H_{\text{изм}}$ - удельная энтальпия фазового перехода, измеренная термоанализатором, кДж/кг.

11.2.4 Результаты считают положительными, если относительная погрешность измерений удельной энтальпии фазовых переходов находится в интервале $\pm 3,0\text{ }%$ для модификации SC и $\pm 5,0\text{ }%$ для модификации QT.

11.3 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости

11.3.1 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, предварительно взвешенные навески ГСО 149-86П поместить в тигли, которыми укомплектован термоанализатор. Тигли с ГСО разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Провести измерения в 10 точках диапазона измерений температуры термоанализатора, в котором определяется теплоёмкость, со скоростью нагрева 10 K/мин .

11.3.2 Рассчитать значение относительной погрешности однократного измерения удельной теплоёмкости (δC), %, по формуле

$$\delta C = \frac{(C_{\text{изм}} - C_{\text{эт}})}{C_{\text{эт}}} \cdot 100, \quad (3)$$

где $C_{\text{эт}}$ - удельная теплоёмкость ГСО, указанная в прилагаемом паспорте, Дж/(кг·K);

$C_{\text{изм}}$ - удельная теплоёмкость, измеренная термоанализатором, Дж/(кг·K).

11.3.3 Результаты считают положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоёмкости находится в интервале $\pm 3,0\text{ }%$ для модификации SC и $\pm 5,0\text{ }%$ для модификации QT.

11.4 Проверка статического диапазона взвешивания (СДВ), динамического диапазона взвешивания (ДДВ) и определение абсолютной погрешности измерения изменения массы

11.4.1 Проверка СДВ

Определение абсолютной погрешности измерений изменения массы для термоанализаторов модификаций QG, QT осуществляется при комнатной температуре, указанной в п. 4, при последовательном размещении в весовой блок эталонных гирь с номинальным значением 1 мг, 2 мг, 5 мг, 10 мг, 20 мг, 50 мг, 100 мг. Разместить гирю в измерительной ячейке термоанализатора, после чего в ПО термоанализатора задать изотермический режим продолжительностью от 5 до 15 минут.

Результаты считают положительными, если абсолютная погрешность измерения изменения массы (измеренное термоанализатором отклонение, зафиксированное после 5

минут с момента запуска изотермического режима) находится в интервале $\pm 0,1$ мг.

11.4.2 Проверка ДДВ

Определение абсолютной погрешности измерения изменения массы для термоанализаторов модификаций QG, QT осуществляется в динамическом режиме с температурной программой от плюс 25 °С до плюс 900 °С и скоростью нагрева 10 К/мин. Подготовить ГСО, указанное в таблице 2 настоящей методики, в соответствии с паспортом. Одну навеску ГСО массой от 10 до 100 мг (в зависимости от типа тиглей выбирают массу, ориентируясь на то, чтобы дно тигля было полностью покрыто ГСО) поместить в тигель, которым укомплектован термоанализатор. Результаты измерений изменения массы зафиксировать при температурах, при которых указаны аттестованные значения потери массы при прокаливании в паспорте ГСО.

Рассчитать значение абсолютной погрешности измерения изменения массы (ΔM), мг, по формуле

$$\Delta M = M_{\text{изм}} - M_{\text{эт}}, \quad (4)$$

где $M_{\text{изм}}$ – значение потери массы, измеренное термоанализатором, мг;
 $M_{\text{эт}}$ – аттестованное значение ГСО, мг, рассчитанное по формуле

$$M_{\text{эт}} = \frac{W \cdot M_{\text{нав}}}{100}, \quad (5)$$

W – аттестованное значение потери массы ГСО при прокаливании, %;

$M_{\text{нав}}$ – значение массы навески ГСО, полученное взвешиванием на аналитических весах, мг.

Результаты считают положительными, если абсолютная погрешность измерения изменения массы находится в интервале $\pm 0,5$ мг.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки с учётом объёма проведённой поверки и состава термоанализатора заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.2 При положительных результатах поверки термоанализатор признают пригодным к эксплуатации, по заявлению владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки термоанализатор к применению не допускают, по заявлению владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, оформляется извещение о непригодности установленной формы.

Старший научный сотрудник лаборатории 221

УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Ведущий инженер лаборатории 221

УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.М. Непомилуев

А.П. Шипицын