

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Согласовано:

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

 Е.П. Собина

"18" декабря 2025 г.



**«ГСИ. Анализаторы термогравиметрические ИМС TGA.
Методика поверки»**

МП 113-221-2025

Екатеринбург
2025

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 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
12 Оформление результатов поверки	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термогравиметрические ИМС TGA (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 34-2020 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- ГЭТ 3-2020 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 утвержденных 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 34-2020 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- допускается применение при проведении поверки по массе стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены термогравиметрическим методом с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020 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 1.2 настоящей методики. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели	
	ИМС TGA 1000	ИМС TGA 1300
Диапазон измерений температуры*, °С	от +23 до +1000	от +23 до +1300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	±2	
Диапазон измерений массы, в т.ч. изменения массы*, мг	от 1 до 200	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы в режиме СДВ, %	±1	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы в режиме ДДВ, мг	±0,5	

Наименование характеристики	Значение для модели	
	IMC TGA 1000	IMC TGA 1300
*Диапазоны измерений конкретного термоанализатора находятся в пределах, установленных в таблице 1, определяются комплектацией конкретного термоанализатора (тип печи, система охлаждения, весовая система, объем и тип тиглей) и приводятся в паспорте термоанализатора.		

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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

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		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	Да	Да	11
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры	Да	Да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной (абсолютной) погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы *	Да	Да	11.2
* Вариант поверки выбирается поверителем в зависимости от того, в каком режиме (статическом или динамическом) используется термоанализатор.			

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, в диапазоне измерений, приведенном в паспорте термоанализатора, на основании письменного заявления владельца термоанализатора или лица, представившего термоанализатор на поверку, с обязательным указанием информации об объеме проведенной поверки в соответствии с действующим законодательством.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 20 до 25
- относительная влажность, % от 35 до 75

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
9	Средство измерений температуры окружающего воздуха: диапазон измерений от 20 °C до 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °C	Термогигрометр автономный ИВА-6 модификации ИВА-6А-Д2, рег. № 82393-21
	Средство измерений относительной влажности окружающего воздуха: диапазон измерений от 35 % до 75 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %	
11.1	Стандартные образцы температуры фазовых переходов: T= от 160,0 °C до 170,0 °C, $\Delta = \pm 0,4$ °C T= от 350,0 °C до 360,0 °C, $\Delta = \pm 0,4$ °C T= от 745,0 °C до 755,0 °C, $\Delta = \pm 0,75$ °C	ГСО 12005-2022/ГСО 12007-2022 (СО ТК)
11.2	Рабочие эталоны 1 разряда в диапазоне значений от 1 до 200 мг по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622	Набор гирь (1мг-500г) Е2, рег. № 58666-14
	Средство измерений массы: диапазон измерений массы от 0,001 до 100 г, КТ I по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия ME/TLE/JE, рег. № 53258-13
11.2	Стандартные образцы в диапазоне значений потери массы от 17 % до 20 % при T= 450 °C, $\Delta = \pm 0,07$ %, в диапазоне значений потери массы от 27 % до 31 % при T= 850 °C, $\Delta = \pm 0,09$ %	ГСО 11444-2019

6.2 Стандартные образцы (далее – СО) 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.

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 указанием типа, модели и серийного 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 настоящей методики.

9.2 СО должны быть выдержаны в условиях по 4 настоящей методики 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 (далее – ПО) 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 ПО термоанализатора идентифицируется при запуске ПО.

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 и номер версии 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

11.1.1 Подготовить термоанализатор к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.1.2 Открыть измерительное приложение в ПО термоанализатора, навески стандартного образца (далее – СО) массой от 10 до 40 мг поместить в тигель, которым укомплектован термоанализатор. Тигли с СО по одному разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Разместить на печи термоанализатора постоянные магниты, обеспечивающие изменение показаний массы. Измерения провести в двух точках диапазона измерений термоанализатора. Допускается проведение измерений в большем количестве точек. Измерения провести со скоростью нагрева 10 °С/мин в температурном сегменте СО.

11.1.3 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры (ΔT_i), °С, по формуле

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

где $T_{\text{эт}i}$ – аттестованное значение i -го СО, указанное в паспорте СО, °С;
 $T_{\text{изм}i}$ – значение температуры i -го СО, измеренное термоанализатором, °С;
 $i = 1, 2$.

11.1.4 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры во всех точках соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной (абсолютной) погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы

11.2.1 Проверка при статическом режиме

11.2.1.1 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы при статическом режиме осуществляется при температуре, указанной в 4 настоящей методики, при последовательном размещении в весовой блок эталонных гирь с номинальным значением 1 мг, 10 мг, 50 мг, 200 мг. Разместить гирю в измерительной ячейке термоанализатора, после чего дождаться стабилизации показаний.

11.2.1.2 Рассчитать значение относительной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы ($\delta M_{\text{стат}}$), %, по формуле

$$\delta M_{\text{стат}} = \frac{M_{\text{откл}} - M_{\text{эт г}}}{M_{\text{эт г}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $M_{\text{откл}}$ – значение массы, измеренное термоанализатором, зафиксированное после 5 минут с момента размещения гири в измерительной ячейке, мг;

$M_{\text{эт г}}$ – значение массы эталонной гири, мг.

11.2.1.3 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.2.2 Проверка при динамическом режиме

11.2.2.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы при динамическом режиме осуществляется с температурной программой от плюс 25 °С до плюс 900 °С и скоростью нагрева 10 °С/мин. Подготовить СО, указанный в таблице 3 настоящей методики, в соответствии с паспортом. Одну навеску СО массой от 1 до 200 мг (в зависимости от типа и объема тигля выбирают массу,

ориентируясь на то, чтобы дно тигля было полностью покрыто СО) поместить в тигель, которым укомплектован термоанализатор. Результаты измерений изменения массы зафиксировать при значениях температуры, соответствующих аттестованным значениям потери массы при прокаливании, указанных в паспорте СО.

11.2.2.2 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы ($\Delta M_{\text{дин}}$), мг, по формуле

$$\Delta M_{\text{дин}} = M_{\text{изм}} - M_{\text{эт}}, \quad (3)$$

где $M_{\text{изм}}$ – значение потери массы, измеренное термоанализатором, мг;

$M_{\text{эт}}$ – аттестованное значение СО, мг, рассчитанное по формуле

$$M_{\text{эт}} = \frac{W \cdot M_{\text{нав}}}{100}, \quad (4)$$

где W – аттестованное значение потери массы СО при прокаливании, %;

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

11.2.2.3 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений массы, в т.ч. изменения массы во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

12 Оформление результатов поверки

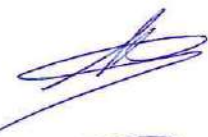
12.1 Результаты поверки с учётом объёма проведённой поверки заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в ФИФ ОЕИ. Конструкцией термоанализаторов не предусмотрена возможность нанесения знака поверки.

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.Б. Шипицын