

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



УТВЕРЖДАЮ

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

А.Н. Пронин

«15» октября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Приборы комбинированные термического анализа модификаций DSC x/x+, HP DSC x+,  
TGA/DSC x/x+, TGA x, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x

Методика поверки

МП 2416-0034-2019

Руководитель отдела государственных эталонов и  
научных исследований в области термодинамики

А.И. Походун

Санкт-Петербург

2019 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), изготавливаемых фирмой «Mettler-Toledo AG», Швейцария.

Данная методика распространяется на вновь выпускаемые и находящиеся в эксплуатации средства измерений.

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. Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.018-2018 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел от  $0,01 \cdot 10^{-6}$  до  $100 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  в диапазоне температуры от 90 до 3000 К.

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. 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 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), 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
Определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов (для приборов модификаций DSC x/x+, TGA/DSC x/x+, HP DSC x/x+)	9.4	да	да



Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
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	Термометр сопротивления эталонный ЭТС-100, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 19916-10, диапазон измерений температуры от от -196 до +419,527 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,07$ °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, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 19973-06
9.3	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82
9.4	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов ГСО 2313-82, ГСО 2314-82 (в виде проволоки)
9.5	Рабочий эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел по ГОСТ 8.018-2018 <sup>1)</sup>
9.6	Набор эталонных гирь 1-го разряда (E1) (1 мг – 5000 мг)

<sup>1)</sup> Перечень мер ТКЛР из состава рабочего эталона, применяемых при поверке, приведен в приложении А.

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке, рабочие эталоны должны быть аттестованы. Стандартные образцы, применяемые при проведении поверки должны иметь действующее свидетельство об утверждении типа.

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 тепловых и температурных измерений.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. При подготовке и проведении работ по поверке должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80, «Правил ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Приказом Минтруда России от 24.07.2013 года №328н (с изменениями на 19 февраля 2016 года), Приказа Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № от 25 марта 2014 года № 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 8.395-80:

- 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<sup>с</sup>» необходимо запустить программу STAR<sup>с</sup>, в главном меню выбираем вкладку «Справка», пункт «О ПО STAR<sup>с</sup>».

Результаты проверки считают положительными, если наименование ПО – «STAR<sup>с</sup>», номер версии ПО не ниже 15.00.

### 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+, TGA/DSC x/x+, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x в диапазоне температур до плюс 700 °С осуществляется посредством последовательных измерений температуры плавления ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82 (для приборов DMA x и DMA/SDTA x используются ГСО 2313-82 и ГСО 2314-82 в виде проволоки).

9.3.2. Установите поочередно ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82 в измерительную часть приборов.

9.3.3. Произведите измерения температуры плавления  $T_{изм}$ , °С, в соответствии с руководством по эксплуатации на ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82.

9.3.4. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления  $\Delta T$ , °С, по формуле:

$$\Delta T = T_{изм} - T_{эт},$$

где  $T_{эт}$  – температура плавления ГСО, °С, указанная в прилагаемом паспорте.

9.3.5. Определение абсолютной погрешности измерений температуры для приборов модификаций TGA x в диапазоне температур до плюс 700 °С осуществляется посредством измерения заданной температуры печи прибора эталонными термопреобразователями в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.3.6. Установите термометр сопротивления эталонный ЭТС-100 (далее – термометр ЭТС-100) в измерительную часть прибора.

9.3.7. Задайте программу нагрева печи прибора с температурной статикой в течение 15 минут при температурах 50 °С, 150 °С.

9.3.8. Измерьте температуру, фиксируя показания прибора и термометра ЭТС-100 на экране ПК, в конце каждой температурной статики.

9.3.9. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры  $\Delta T$ , °С, по формуле:

$$\Delta T = T_{изм} - T_{эт},$$

где  $T_{эт}$  – температура, измеренная при помощи термометра ЭТС-100, °С,

$T_{изм}$  – температура, измеренная прибором, °С.

9.3.10 Установите в печь прибора вместо термометра ЭТС-100 преобразователь термоэлектрический платиновый-платиновый типа ППО (далее - преобразователь ППО).

9.3.11. Подключите преобразователь ППО к системе проверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.12. Задайте программу нагрева печи прибора с температурной статикой в течение 15 минут при температурах 300, 500, 700 °С.

9.3.13. Измерьте температуру, фиксируя показания прибора и преобразователя ППО на экране ПК, в конце каждой температурной статики.

9.3.14. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры  $\Delta T$ , °С, по формуле:

$$\Delta T = T_{изм} - T_{эт},$$

где  $T_{эт}$  – температура, измеренная при помощи преобразователя ППО, °С,

$T_{изм}$  – температура, измеренная прибором, °С.

9.3.15. Определение абсолютной погрешности измерений температуры для приборов модификаций TGA x в диапазоне температур свыше плюс 700 до плюс 1600 °С, а также для модификаций TGA/DSC x/x+, TMA/SDTA x/x+ в диапазоне температур свыше плюс 700 до плюс 1600 °С осуществляется посредством измерения заданной температуры печи прибора



преобразователем термоэлектрическим платинородий-платинородиевым типа ПРО (далее – преобразователь ПРО).

9.3.17. Установите преобразователь ПРО в измерительную часть прибора.

9.3.18. Подключите преобразователь ПРО к системе поверки термопреобразователей автоматизированной АСПТ.

9.3.19. Задайте программу нагрева печи прибора с температурной статикой в течение 15 минут в трех точках равномерно распределенных по диапазону измерений.

9.3.20. Измерьте температуру, фиксируя показания прибора и преобразователя ПРО на экране ПК, в конце каждой температурной статики.

9.3.21. Рассчитайте значение абсолютной погрешности измерения температуры  $\Delta T$ , °С, по формуле:

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

где  $T_{\text{эт}}$  – температура, измеренная при помощи преобразователя ПРО, °С,

$T_{\text{изм}}$  – температура, измеренная прибором, °С.

9.3.22. Абсолютная погрешность измерений температуры  $\Delta T$  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 2313-82, ГСО 2314-82 в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.4.2. Установите поочередно ГСО 2313-82, ГСО 2314-82 в измерительную часть прибора.

9.4.3. Произведите измерения удельной теплоты фазовых переходов в соответствии с руководством по эксплуатации на ГСО 2313-82, ГСО 2314-82.

9.4.4. Рассчитайте значение относительной погрешности измерения удельной теплоты фазовых переходов  $\delta H$ , %, по формуле:

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

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

$H_{\text{изм}}$  – удельная теплота плавления, измеренная прибором.

9.4.5. Относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов  $\delta H$  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 при помощи рабочего эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел по ГОСТ 8.018-2018 (далее – меры ТКЛР) с нулевой или минимальной механической нагрузкой. Длина мер ТКЛР не должна превышать 8 мм. Определение относительной погрешности измерений линейных приращений выполнять в соответствии с эксплуатационной документацией.

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

9.5.2. Включите программу нагрев/охлаждение со скоростью нагрева/охлаждения прибора не более 5 °С/мин, а также с температурными статиками в течение 20 минут каждые 100 °С.

9.5.3. Выполните 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. Действия по пп. 9.5.2-9.5.3 повторите два раза.



9.5.5. По результатам измерений определите относительную погрешность измерений линейных приращений ( $\delta$ ), для каждого выбранного интервала температуры:

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

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

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

9.5.6. Операции по пп. 9.5.1 - 9.5.5 выполните с использованием другой меры ТКЛР (значение ТКЛР которой наиболее близко в измеряемому ТКЛР на данном приборе) из состава мер ТКЛР.

9.5.7. Относительная погрешность измерений линейных приращений во всех контрольных точках не должна 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 мг, 10 мг, 50 мг, 500 мг, 1000 мг для диапазона измерений до 1 г (1 мг, 10 мг, 50 мг, 500 мг, 2000 мг для диапазона измерений до 5 г).

Для приборов с печью модификации SF/1100 гири с массой 1 мг, 10 мг, 50 мг, 500 мг устанавливать в тигель.

9.6.2. Перед определением абсолютной погрешности измерения массы включите водяное охлаждение приборов модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x. Проводите 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

$$\Delta m_i = m_{pi} - m_i,$$

где  $m_{pi}$  - 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, рекомендуемая форма которого приведена в приложении Б.

10.2. Положительные результаты поверки прибора оформляют отметкой в НД и выдают свидетельство о поверке установленной формы.

10.3. При отрицательных результатах поверки оформляют извещение о непригодности установленной формы.

10.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Разработчик методики поверки:

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

Научный сотрудник



Т.А. Компан

С.В. Кондратьев

**Приложение А****(обязательное)**

Перечень мер ТКЛР, из состава рабочего эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения, 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 (Ni <sub>3</sub> Al)»	12÷16,5	300÷1400	11,5÷ 23,5
мера ТКЛР из кремния монокристаллического	2,6÷3,6	300÷1100	3,0

<sup>1)</sup> \*  $\delta$  – допускаемые значения доверительных границ абсолютной погрешности государственного эталона, в стоградусном интервале температуры при трех независимых измерениях, при доверительной вероятности  $P=0,95$



**Приложение Б  
(рекомендуемое)  
Форма протокола поверки**

**ПРОТОКОЛ Поверки**  
№ \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

**Наименование прибора, модель**

**Заводской номер**

**Заказчик**

**Дата предыдущей поверки**

**Методика поверки**

**Средства поверки**

**Условия проведения поверки**

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

**Результаты поверки**

1. Результаты осмотра внешнего вида
2. Результаты опробования
3. Результаты определения абсолютной погрешности измерений температуры

Результаты измерений $T_{эт}, °C$	Результаты измерений, $T_i, °C$	Абсолютная погрешность измерений температуры $\Delta T_i, °C$

4. Результаты определения относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов

Паспортное значение удельной теплоты плавления ГСО, $H_{ст},$ Дж/г	Результаты измерений, $H_i, Дж/г$	Относительная погрешность измерений удельной теплоты плавления $\delta H_i, \%$

5. Результаты определения относительной погрешности измерений линейных приращений

Результаты измерений $\delta_{эт}, мм$	Результаты измерений, $\delta_{изм}, мм$	Относительная погрешность измерений линейных приращений $\delta, \%$

6. Результаты определения относительной погрешности измерений изменения массы

Номинальное значение массы гири $m_i, мкг$	Результаты измерений, $m_{pi}, мкг$	Абсолютная погрешность измерений изменения массы $\Delta m_i, мкг$

**Дополнительная информация** \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_ Дата \_\_\_\_\_

Ф.И.О.

подпись