

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



Государственная система обеспечения единства измерений

Термоанализаторы  
синхронные  
модели Discovery SDT 650

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 2416-0039-2018

Руководитель НИО  
ФГУП «ВНИИМ  
им.Д.И.Менделеева  
А.И.Походун  
Ведущий научный сотрудник  
В.С.Снегов  
Ст.научный сотрудник  
В.И.Кулагин

Санкт-Петербург  
2018 г.

Настоящая методика поверки распространяется на термоанализаторы синхронные модели Discovery SDT 650, (далее термоанализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		первичной поверки	периодической поверки
Внешний осмотр	5.1	+	+
Опробование	5.2	+	+
Определение абсолютной погрешности измерений температуры и относительной погрешности измерений удельной теплоты	5.3	+	+
Определение относительной погрешности измерений удельной теплоемкости	5.4	+	+*)
Определение абсолютной (основной и дополнительной) погрешности измерений массы	5.5	+	+
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.6	+	+

\*) – Допускается проведение периодической поверки термоанализатора без п.5.4 в соответствии с заявлением владельца СИ, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

2.1.2. Стандартные образцы утвержденного типа температур и теплот фазовых переходов (далее ГСО):

-индий ГСО 2313-82;  $T_{пл} = 429,85\text{К}$   $\delta_T = 0,1\text{К}$ ,  $H_{пл} = 28,58\text{ Дж/г}$   $\delta_H = 0,15\text{ Дж/г}$

-олово ГСО 2314-82,  $T_{пл} = 505,20$   $\delta_T = 0,12\text{К}$ ,  $H_{пл} = 59,92\text{ Дж/г}$   $\delta_H = 0,25\text{ Дж/г}$

-цинк ГСО 2315-82;  $T_{пл} = 692,7\text{К}$   $\delta_T = 0,4\text{ К}$ ,  $H_{пл} = 107,5\text{ Дж/г}$ ,  $\delta_H = 3,2\text{ Дж/г}$

- хлористый калий ГСО 1363-78;  $T_{пл} = 1044,75\text{К}$   $\delta_T = 0,6\text{К}$ ,  $H_{пл} = 357,29\text{ Дж/г}$

2.1.3. Стандартный образец утвержденного типа термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд ;

2.1.4. Набор эталонных гирь (1 мг – 500 мг) 2-го разряда (E2);

2.1.5. Весы неавтоматического действия с характеристиками не хуже: дискретность 0,01 мг,  $M_{ax} = 20\text{ г}$ , 2 класс точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Примечание: Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

### 3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия, приведенные ниже:

температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +30;
относительная влажность, %	от 5 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106.

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки необходимо выполнять «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором, а также требования техники безопасности, изложенные в разделе «Требования безопасности» Руководства по эксплуатации на термоанализатор.

4.2 К проведению поверки должны быть допущены лица, изучившие эксплуатационную документацию на приборы, имеющие необходимую квалификацию и аттестованные в качестве поверителей.

### 5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 5.1. Внешний осмотр

5.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие термоанализатора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать паспорту на данный калориметр ;
- знак утверждения типа должен быть нанесен на боковую поверхность термоанализатора;
- узлы, входящие в состав калориметра , не должны иметь механических повреждений;

Термоанализатор, не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

#### 5.2. Опробование

5.2.1. При опробовании выполняют следующие операции: проверяют работоспособность термоанализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него для этого:

- убедитесь, что все составные части термоанализатора правильно соединены друг с другом;
- включите термостат и измерительный блок и дайте прогреться прибору 45 мин;
- с помощью ПО « TRIOS» (раздел Настройка параметров эксперимента, подраздел «Procedure) задаются начальные и конечные температуры опыта, скорость нагрева, убеждаются в наличии соответствующей индикации на дисплее (меню, графики) а также в функционировании режимов: запись программы, вызов программы из памяти, удаление сохраненных программ. Выполняют согласно Руководству по эксплуатации пробный опыт по определению теплоты плавления любого из трех ГСО.

Если после опробования на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках , то операция считается успешной.

5.3. Определение абсолютной погрешности измерений температуры и относительной погрешности измерений удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) индия, олова, и цинка и хлористого калия.

5.3.1. Значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления определяют в следующей последовательности:

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 80 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 40 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева; задаваемое значение скорости прогрева должно соответствовать скорости, при которой выполнялась калибровка термоанализатора.

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО ;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места алюминиевые кюветы с соответствующими ГСО и запускают измерение.

По окончании измерения с помощью команды “Onset” на зарегистрированном графике определяется температура плавления ГСО  $T_{изм}$ .

е) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления ( $\Delta_T$ ) по формуле

$$\Delta_T = T_{изм} - T_p, \text{ } ^\circ\text{C} \quad (1),$$

где  $T_p$  – температура плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.3.2. Значение относительной погрешности измерения удельной теплоты определяют в следующем порядке:

а) выполняют пп. 5.4.2.а...5.4.2.д

б) с помощью команды «Integration» определяют значение удельной теплоты плавления ГСО индия, олова и цинка  $N_{изм}$ ;

в) значение относительной погрешности измерения удельной теплоты  $\Delta N$  рассчитывают по формуле

$$\Delta N = (N_{изм} - N_p) / N_p * 100 \% (2),$$

где

$N_p$  – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4. Относительную погрешность измерения удельной теплоемкости определяют путем сравнения измеренных значений теплоемкости ГСО 149-86 с их паспортными значениями. Для этого согласно инструкции по эксплуатации в термоанализатор помещают взвешенный и упакованный в алюминиевые кюветы ГСО 149-86 и проводят измерения теплоемкости с интервалом 50 К в последовательности, регламентируемой SOFT «измерение теплоемкости».

Значение относительной погрешности измерения удельной теплоемкости рассчитывают по формуле

$$\delta c = (C_{изм} - C_p) / C_{ст} * 100 \quad (2),$$

где

$C_p$  – удельная теплоемкость эталонной меры, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.5 Определение абсолютной погрешности измерения массы.

5.5.1. Значение основной абсолютной погрешности измерения массы

термоанализатором определяют при комнатной температуре при последовательном размещении в тигель для образцов (нагрузении весов) эталонных гирь с номинальным значением 1, 10, 20, 100, 200 мг .

За абсолютную погрешность измерения массы термоанализатором принимается разность между действительным значением массы эталонных гирь и полученным показанием термоанализатора в каждой контрольной точке

$$\Delta_i = L_{pi} - m_i,$$

где  $L_{pi}$  - измеренное значение массы эталонной гири,

$m_i$  - действительное значение массы эталонной гири.

Абсолютная погрешность измерения массы не должна превышать пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, указанной в описании типа на

данный прибор.

5.5.2. Значение дополнительной абсолютной погрешности измерения массы термоанализатором в рабочем интервале температур определяют в следующем порядке:

- а) с помощью весов подбирают из образцов корунда (ГСО149-86П) навеску массой примерно 20-25 мг и размещают ее в экспериментальный тигель для образцов ;
- б) задают начальную и конечную (верхнее значение диапазона рабочих температур),
- в) задают скорость прогрева «Rate» –10 °С/мин;
- г) производят взвешивание термоанализатором размещенной массы и вводят в память программы значение массы образца ГСО ;
- д) выполняют запуск нагрева и производят измерение изменения веса в процессе нагрева до установленной конечной температуры .

Операции по пп. а) –д) повторяют для максимальной массы корунда, которую можно разместить в экспериментальном тигле.

За значение дополнительной абсолютной погрешности измерения массы принимается величина  $\Delta m_{изм}$  –максимальное зарегистрированное термоанализатором отклонение показаний от значения массы  $m_i$ , полученного взвешиванием термоанализатором при комнатной температуре.

Максимальное значение абсолютной дополнительной погрешности измерения массы не должно превышать пределов допустимой погрешности, указанных в описании типа на данный прибор.

5.6. Проверка соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации  
Идентификационное наименование выводится на экран в окне программы.

Версия автономного ПО можно узнать, открыв панель менеджера уведомлений «Notification Manager», раздел «Application». Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

<b>Идентификационные данные (признаки)</b>	<b>Значение</b>
Идентификационное наименование ПО	TRIOS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	Не ниже 4.2.0.35837

## 6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки оформляют протоколом по форме, приведенной в приложении 1.

6.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с приказом №1815 от 2 июля 2015 года.

6.3. При отрицательных результатах поверки прибор бракуют, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

6.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Приложение 1

(рекомендуемое)

Дата \_\_\_\_\_

**ПРОТОКОЛ №**

Наименование, тип СИ \_\_\_\_\_

Заводской № \_\_\_\_\_,

представленный \_\_\_\_\_.

Место проведения поверки \_\_\_\_\_

Метод поверки: МП 2416-0039-2018 «Термоанализаторы синхронные модели Discovery SDT 650. Методика поверки»

Значения влияющих факторов:

Температура окружающей среды \_\_ °С

Относительная влажность \_\_ %

Атмосферное давление \_\_ кПа

Поверка проведена с применением эталонных СИ и ГСО:

Результаты внешнего осмотра: \_\_\_\_\_

Результаты опробования: \_\_\_\_\_

Подтверждение соответствия ПО, версия: \_\_\_\_\_

Таблицы результатов поверки:

Результаты определения абсолютной погрешности измерения температуры и относительной погрешности измерения удельной теплоты плавления

№ опыта	ГСО	$T_{изм},$ °С	$T_{п.},$ °С	$\Delta T,$ °С	$H_{изм},$ кДж/кг	$H_{п.},$ кДж/кг	$\Delta H/H,$ %
1	In						
2	Sn						
3	Zn						
4	KCl						

Результаты определения относительной погрешности измерений удельной теплоемкости

Температура, °С	Измеренное $C_p,$ Дж/кгК	$\Delta C/C,$ %
100		
150		
200		
250		
300		
350		
400		

450		
500		
550		
600		
700		

Результаты определения основной абсолютной погрешности измерения массы

Номинальное значение массы гири, мг	Действительное значение массы гири, мг	Значение, измеренное анализатором, мг	Абсолютная погрешность измерения, мг
1			
10			
20			
50			
100			
200			

Результаты определения дополнительной абсолютной погрешности измерения массы

Температура, °С	Измеренное $\Delta m$ , мг
100	
150	
200	
250	
300	
350	
400	
450	
500	
550	
600	
700	

Выводы: значения погрешности находятся в пределах, указанных в описании типа

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_