

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

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

К.В.Гоголинский
«15» мая 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы
термогравиметрические модели
TGA-HP50, Discovery TGA 5500, Discovery TGA 550,
Discovery TGA 55**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 2413-0043-2017**

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
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы термогравиметрические моделей TGA-HP50, Discovery TGA 5500, Discovery TGA 550, Discovery TGA 55, изготовленные фирмой "TA Instruments, Inc.", США, (далее термоанализатор) 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 измерения температуры	5.3	+	+
Определение абсолютной(основной и дополнительной) погрешности измерения массы	5.4	+	+
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.5	+	+

1.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

2.1.1. Государственные стандартные образцы температуры и теплоты фазовых переходов (далее ГСО):

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

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

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

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

2.1.2. Государственный стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд.

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

2.1.4. Весы неавтоматического действия с характеристиками не хуже: дискретность 0,01мг, $M_{ax} = 20\text{г}$, 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 термоанализатор ;
- знак утверждения типа должен быть нанесен на боковую поверхность термоанализатора;
- изделия, входящие в состав термоанализатора , 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 клавиша «on/off» и дайте прогреться прибору 45 мин;

-с помощью ПО “TRIOS ” задаются начальные и конечные температуры опыта, 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 температуры плавления любого из четырех ГСО.

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

5.3. Определение абсолютной погрешности измерения температуры

5.3.1. Абсолютную погрешность измерения температуры определяют в точках фазовых переходов (плавления) индия, олова, цинка, и хлористого калия.

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

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 60 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 20 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева «Rate» –10 °С/мин;

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО ;

д) размещают в зону печи тигель с помещенным в нем ГСО или размещают его в соответствующее место автосемплера и запускают измерение.

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

е) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления (Δ_T) по формуле

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

где $T_{п}$ – температура плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

Повторяют операции пп. а) –д) для оставшихся трех ГСО.

5.3.3. Каждое из полученных значений абсолютной погрешности измерения температуры не должны превышать пределов допускаемых погрешностей, указанных в описании типа на данный прибор.

5.4 Определение абсолютной погрешности измерения массы.

5.4.1. 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, 200, 500 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.

5.4.2. 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 допускаемой погрешности, указанных в описании типа на данный прибор.

5.5. Проверка соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации

Идентификационное наименование и номер версии ПО выводится на экран в главном окне программы. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать приведенным в таблице 2.

Таблица 2

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Термоанализаторы моделей Discovery TGA 5500, Discovery TGA 550, Discovery TGA 55	
Идентификационное наименование ПО	TRIOS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	Не ниже 4.01
Термоанализатор модели TG-HP50	
Идентификационное наименование ПО	GHT-ST
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	Не ниже 3.01

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

6.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке установленного образца.

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 _____

Методика поверки: МП 2413-0043-2017 «Анализаторы термогравиметрические моделей TGA-HP50, Discovery TGA 5500, Discovery TGA 550, Discovery TGA 55 . Методика поверки», утвержденная ФГУП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева 15 мая 2017 г.

Значения влияющих факторов:

Температура окружающей среды __ °С

Относительная влажность __ %

Атмосферное давление __ кПа

Поверка проведена с применением эталонных СИ:

Результаты внешнего осмотра: _____

Результаты опробования: _____

Подтверждение соответствия ПО, версия: _____

Таблицы результатов поверки:

№ опыта	ГСО	$T_{изм}, ^\circ C$	$T_{п.}, ^\circ C$	$\Delta T, ^\circ C$
1	In			
2	Sn			
3	Zn			
4	KCl			

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
5			
10			
20			
50			
200			
500			

Результаты определения дополнительной абсолютной погрешности измерения массы

Температура, °С	Измеренное Δm , мг
100	
150	
200	
250	
300	
350	
400	
450	
500	
550	
600	

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

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

От «___» _____ 20__ г. № _____

Поверитель _____