

УТВЕРЖДЕНО
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «16» февраля 2024 г. № 391

Регистрационный № 76065-19

Лист № 1
Всего листов 7

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Калориметры дифференциальные сканирующие модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus

Назначение средства измерений

Калориметры дифференциальные сканирующие модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus (далее - калориметры) предназначены для измерений термодинамических характеристик (температуры и удельных теплот фазовых и структурных превращений, удельной теплоемкости) твердых и порошкообразных веществ в процессе их нагрева.

Описание средства измерений

Принцип действия калориметров основан на измерении разности тепловых потоков между контейнером, в котором размещен исследуемый образец, и контейнером, в котором размещен образец сравнения, при одновременном, регулируемом по скорости нагревании печи до заданной температуры.

Принцип измерений температуры фазовых и структурных превращений основан на определении на кривой «тепловой поток – температура» точки начала отклонения от монотонности, определяемой пересечением экстраполяции низкотемпературной ветви пика кривой с базовой линией. Интеграл от разности тепловых потоков по температуре в пересчете на единицу массы дает удельную теплоту фазового или структурного превращения. С учетом отнесения к диапазону температуры, в котором осуществлено измерение разности тепловых потоков, по данному интегралу в пересчете на единицу массы определяется удельная теплоемкость образца.

Калориметры выпускают в модификациях DSC-60 Plus, DSC-60A Plus, отличающихся наличием в DSC-60A Plus встроенного автосамплера. Калориметры состоят из измерительного блока с калориметрическими ячейками, размещенными внутри программно-управляемой печи, системы контроля температуры образца, системы контроля атмосферы образца, конструктивно расположенных в одном металлическом корпусе, и автоматической системы управления. На задней панели корпуса калориметров расположены входы для подсоединения внешних устройств и штуцеры для подключения и прокачки хладоносителя и продувки инертным защитным газом. Датчик калориметров представляет собой монолитный диск, на котором размещаются измеряемая ячейка и ячейка сравнения. Измерение температуры осуществляется дифференциальной термопарой по принципу термокомпенсации.

Управление измерительным блоком, процессом измерений и обработки выводимой информации в калориметрах осуществляется посредством программного обеспечения «TA-60WS» или «LabSolutions TA» с помощью автоматической системы управления с персонального компьютера. Автоматическая система управления может включать также рабочую станцию системы термического анализа TA-60WS.

Общий вид средства измерений представлен на рисунке 1, внешний вид рабочей станции TA-60WS на рисунке 2.

Схема пломбирования калориметров от несанкционированного доступа представлена на рисунке 3.

На передней панели калориметров находится индикаторный модуль температуры, позволяющий отслеживать температуру печи в режиме реального времени в целях безопасного извлечения или установки образцов.

Заводской номер в виде буквенно-цифрового обозначения, состоящего из арабских цифр и букв латинского алфавита, наносится на маркировочную табличку, расположенную на задней стенке корпуса измерительного блока калориметра. Фото маркировочной таблички представлено на рисунке 4.

Нанесение знака поверки и знака об утверждении типа на средство измерений не предусмотрено.



а)



б)

Рисунок 1 – Общий вид калориметров: а) – DSC-60 Plus, б) – DSC-60A Plus



Рисунок 2 – Внешний вид рабочей станции TA-60WS



Рисунок 3 – Схема пломбирования калориметров дифференциальных сканирующих DSC-60 Plus

1 – замки на рабочей поверхности калориметров DSC-60 Plus

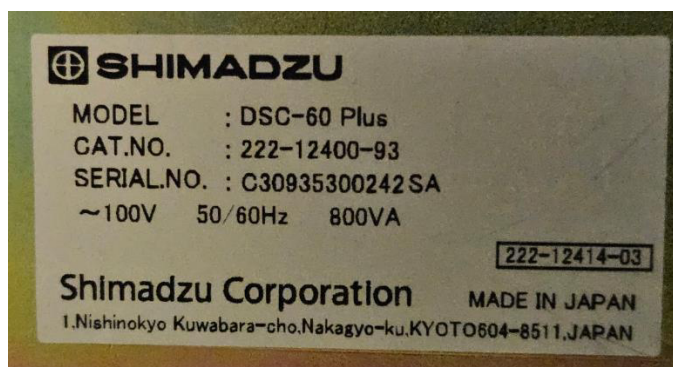


Рисунок 4 – Маркировочная табличка с буквенно-цифровым обозначением заводского номера

Программное обеспечение

Калориметры оснащены программным обеспечением, состоящим из встроенного и автономного ПО.

Встроенное ПО включает в себя ПО, предустановленное в автоматизированной части в корпусе калориметра (далее - встроенное ПО калориметра), и может включать ПО рабочей станции TA-60WS.

Встроенное ПО калориметра разработано изготовителем специально для решения задач измерения температуры и дифференциальной термо-ЭДС датчика калориметра.

Встроенное ПО рабочей станции TA-60WS осуществляет преобразование и передачу поступающих от автономного ПО управляющих сигналов, а также преобразование и передачу сигналов по результатам измерения данных. Передача сигналов в обоих случаях осуществляется без возможности внесения изменения в ПО.

Все виды встроенного ПО защищены от несанкционированного вмешательства микроконтроллерами.

Метрологически значимой является часть встроенного ПО, отвечающая за процесс измерений и защиту передаваемых данных.

Автономная ПО устанавливается на персональный компьютер и в зависимости от комплектации может быть двух видов: «TA-60WS» и «LabSolutions TA». Защита от несанкционированного доступа к автономному ПО осуществляется разграничением прав доступа с помощью пароля.

Автономное ПО «TA-60WS» либо «LabSolutions TA» обеспечивает обработку и архивацию измеренных данных (значений температуры, теплового потока, оценку количества теплоты, расчет удельной теплоты фазовых переходов и структурных превращений, удельной теплоемкости), контроль и отображение в реальном времени результатов измерений и текущих условий, хранение результатов измерений, проведение процедуры градуировки калориметра, а также обеспечивает настройку и управление его работой, в том числе выбор режимов и установку параметров измерений. Автономное ПО получает данные от калориметра по интерфейсу RS-232C.

Метрологически значимыми являются части всех видов автономного ПО, отвечающие за обработку, хранение и защиту измеренных данных.

Уровень защиты ПО от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» по Р 50.2.077-2014.

Влияние ПО учтено при нормировании метрологических характеристик.

Идентификационные данные ПО представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение			
	В комплектации с-автономным ПО «ТА-60WS»		В комплектации с-автономным ПО «LabSolutions TA»	
	Встроенное ПО	Автономное ПО	Встроенное ПО	Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	—	ТА-60WS	—	LabSolutions ТА
Номер версии (идентификационный номер) ПО*	1.XX	1.XX	1.XX	1.YY
Цифровой идентификатор ПО	—			
*) Версии автономного ПО «ТА-60WS» и всех типов встроенного ПО «1.XX» имеет значения для «XX» 40 и выше. Версия автономного ПО «LabSolutions ТА» «1.YY» имеет значения для «YY» 00 и выше. Метрологически значимые части всех видов встроенного и автономного ПО остаются неизменными для данного типа калориметров и в версии ПО обозначаются «1.»				

Поднятие/опускание печи осуществляется при нажатии на передней панели калориметра соответствующей кнопки. Драйвер контроллера положения печи не связан с ПО и не несет метрологически значимых функций. На передней панели калориметра располагается индикаторный модуль температуры для отображения температуры печи. Драйвер контроллера температуры печи получает сигнал от термопары, не связан с ПО, не несет метрологически значимых функций, выполняет роль индикатора для информирования оператора о возможности открытия печи в целях безопасного извлечения или установки образцов.

Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	DSC-60 Plus	DSC-60A Plus
Диапазон показаний температуры, °C: – обычная система: 1) без использования камеры с охлаждением жидким азотом 2) при использовании камеры с охлаждением жидким азотом – система с автоохлаждением 1) с системой промежуточного охлаждения 2) с системой охлаждения LN ₂ 3) без использования камеры с охлаждением жидким азотом	от температуры окружающей среды до +600 от -140 до +600 от -50 до +500 от -130 до +500 от комнатной до +600	
Диапазон измерений температуры*, °C – обычная система: 1) без использования камеры с охлаждением жидким азотом 2) при использовании камеры с охлаждением жидким азотом – система с автоохлаждением 1) с системой промежуточного охлаждения 2) с системой охлаждения LN ₂ 3) без использования камеры с охлаждением жидким азотом	от +30 до +600 от +30 до +600 от +30 до +500 от +30 до +500 от +30 до +600	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	±2,0	
Диапазон измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений*, кДж/кг	от 200 до 1000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты, %	±5,0	
Диапазон измерений удельной теплоемкости*, Дж/(кг·K)	от 200 до 2000	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости, %	±5,0	
*) диапазоны показаний и измерений приведены для максимально полной комплектации модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus; диапазоны измерений для конкретного образца калориметра указываются в руководстве по эксплуатации		

Таблица 3 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	DSC-60 Plus	DSC-60A Plus
Программируемая скорость нагрева/охлаждения (система с охлаждением)	от 0,1 °С/ч до 99,9 °С/мин установка на 0,1 °С/мин или 0,1 °С/ч увеличение/уменьшение максимальная скорость нагрева до +400 °С: 80 °С/мин; максимальная скорость нагрева до +500 °С: 10 °С/мин	
Габаритные размеры, мм, (измерительный блок) не более:		
Глубина	320	
Ширина	500	
Высота	290	
Масса, кг, не более	28	31
Средняя наработка на отказ, ч	10 000	
Условия эксплуатации: - температура воздуха, °С - атмосферное давление, гПа - относительная влажность воздуха, %	от +5 до +40 от 84 до 106,7 от 15 до 80	

Знак утверждения типа

наносится типографским способом на титульный лист руководства по эксплуатации.

Комплектность средства измерений

Таблица 3 – Комплектность калориметров

Наименование	Обозначение	Количество
Калориметр дифференциальный сканирующий	DSC-60 Plus / DSC-60A Plus	1 шт.
Руководство по эксплуатации	Калориметр дифференциальный сканирующий модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus. Руководство по эксплуатации	1 экз.
Дополнительно в комплект поставки могут включаться: - системы охлаждения; - системы продувки, в том числе вакуумные насосы и компрессоры; - комплекты стандартных образцов; - прессы с пресс-формами; - тигли; - наборы для пробоподготовки.		

Сведения о методиках (методах) измерений

Глава 4 документа «Калориметры дифференциальные сканирующие модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus. Руководство по эксплуатации».

Нормативные документы, устанавливающие требования к средству измерений

Государственная поверочная схема для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 260 до 870 К, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 июня 2021 г. № 925;

Стандарт предприятия фирмы «Shimadzu Corporation», Япония»

Изготовитель

Фирма «Shimadzu Corporation», Япония

Адрес: Nishinokyo-Kuwabaracho, Nakagyo-ku, Kyoto, 604-8511, Japan/ Нисинокё-Кувабаратё, Накагё-ку, Киото, 604-8511, Япония

Web-сайт: www.shimadzu.com

Испытательный центр

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

ИНН 7809022120

Адрес: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр-кт, д. 19

Телефон: +7 (812) 251-76-01 (факс: +7 (812) 713-01-14)

Web-сайт: www.vniim.ru

E-mail: info@vniim.ru

Уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц № RA.RU.311541.