

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. Соби́на

2025 г.

**«ГСИ. Калориметры дифференциальные сканирующие ДСК-500.
Методика поверки»**

МП 29-221-2025

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.....	6
3 Перечень операций поверки	6
4 Требования к условиям проведения поверки.....	7
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	7
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	8
8 Внешний осмотр средства измерений	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	8
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 калориметры дифференциальные сканирующие ДСК-500 (далее – калориметры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка калориметров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- ГЭТ 34 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне измерений температуры от 0 °С 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 35 Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне измерений температуры от 0,3 до 273,16 К согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712;

- ГЭТ 60 Государственному первичному эталону единицы удельной теплоёмкости твёрдых тел согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 К и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- ГЭТ 67 Государственному первичному специальному эталону единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температуры от 700 до 1800 К согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной теплоёмкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 К и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 № 3155;

- допускается применение при проведении поверки по температуре стандартных образцов утверждённых 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 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.11.2024 № 2712.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методами прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки калориметров, используемых в качестве средств измерений в соответствии с государственными поверочными схемами по п.1.2. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений температуры фазовых переходов*, °C – с воздушным охлаждением – с охлаждением жидким азотом	от +25 до +480 от -100 до +480
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов в поддиапазонах измерений, °C: – от -100 °C до +400 °C включ. – св. +400 °C до +480 °C	±2 ±3
Диапазон измерений удельной теплоты фазовых переходов*, кДж/кг	от 10 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов, %	±5
*Диапазоны измерений находятся в пределах, установленных в таблице 1, определяются комплектацией конкретного калориметра (тип печи и системы охлаждения) и приводятся в паспорте.	

2 Нормативные ссылки

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 28.12.2024 № 3155 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температуры от 2 до 1800 К и удельной энтальпии твердых тел в диапазоне температуры от 260 до 1800 К»

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

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

ГОСТ Р 55134-2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы

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 которым 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

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов	Да	Да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты	Да	Да	11.2

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, калориметр признают непригодным к эксплуатации.

3.3 Допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин, на меньшем числе поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца калориметра или лица, представившего калориметр 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 15 до 25;
- относительная влажность, % от 20 до 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на калориметры и средства поверки, работающие и прошедшие специальное обучение в качестве поверителя в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений температуры и теплофизических величин.

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 и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
1	2	3
9	Средство измерений температуры окружающего воздуха: диапазон измерений от 15 °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 20 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %	
11.1, 11.2	Стандартные образцы температуры и	ГСО 2312-82/2316-82 (СОТСФ)

1	2	3
	теплоты фазовых переходов: $T = \text{от } 29,75^{\circ}\text{C до } 30,05^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 156,55^{\circ}\text{C до } 156,85^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 231,95^{\circ}\text{C до } 232,15^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 419,15^{\circ}\text{C до } 419,95^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4^{\circ}\text{C}$	
	Стандартные образцы температуры и удельной энтальпии фазовых переходов: $T = \text{от } 270,9^{\circ}\text{C до } 271,9^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4^{\circ}\text{C}$ $T = \text{от } 475,4^{\circ}\text{C до } 476,4^{\circ}\text{C}, \Delta = \pm 0,4^{\circ}\text{C}$	ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022 (СОТСФ-2)
	Вторичные эталоны в диапазоне значений от 40 до 2000 кДж/кг по ГПС, утвержденной Приказом Росстандарта № 3155 от 28.12.2024	ГСО 2312-82/2316-82, ГСО 11890-2022/ГСО 11896-2022
	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

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 калориметры 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 калориметра сведениям, приведенным в описании типа;
- визуально оценить внешний вид калориметра и отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность;
- убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа, модификации и заводского номера калориметра;
- проверить комплектность калориметра.

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.

9.2 СО должны быть выдержаны в условиях по разделу 4 не менее 1 ч.

9.3 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в руководстве по эксплуатации калориметра и в эксплуатационных документах на средства поверки.

9.4 При опробовании проверить правильность функционирования калориметра. Необходимо включить калориметр и проверить исправность работы индикаторов, после чего запустить программное обеспечение 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 программного обеспечения (далее – ПО) калориметра идентифицируется в программном обеспечении (Справка).

10.2 Сравнить полученные данные с идентификационными данными, указанными в описании типа калориметров.

10.3 Результат подтверждения соответствия встроенного ПО считать положительным, если идентификационные данные и номер версии соответствуют указанным в описании типа калориметров, 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 фазовых переходов

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

11.1.2 В зависимости от комплектации калориметра, приведённой в паспорте, а именно, диапазона измерений и используемых тиглей, осуществить подбор средств поверки (СО), используя рекомендации, указанные в Приложении D ГОСТ Р 55134-2012 и руководстве по эксплуатации калориметра. Подобрать СО для проведения измерений в трёх точках диапазона измерений калориметра. Допускается проведение измерений в большем количестве точек. Пример подбора СО указан в таблице 4 настоящей методики.

Таблица 4 – Пример подбора СО

Диапазон измерений температуры, °С	Тип тигля	Контрольные точки температуры		СО на основе следующих материалов
		№ точки	диапазон измерений, в котором выбирается точка, °С	
от +25 до +480	алюминиевый	1	от +25 до +175	Ga, In
		2	от +175 до +325	Sn, Bi
		3	от +325 до +480	Zn, CsCl

В случаях, когда подбор затруднён из-за несовместимости тиглей и СО, допускается размещать между ними материал, препятствующий взаимодействию, например, корундовый диск для металлических тиглей.

11.1.3 Открыть измерительное приложение в ПО калориметра, предварительно взвешенные навески СО поместить в тигли, которыми укомплектован калориметр. Тигли с СО по одному разместить в измерительной ячейке печи согласно руководству по эксплуатации. Каждый СО отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения СО, второй – контрольный, со скоростью нагрева 10 °С/мин в температурном сегменте плавления СО.

11.1.4 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерений температуры фазового перехода (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 температуры фазового перехода (значение i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте), °С;

$T_{\text{изм}i}$ – значение температуры фазового перехода i -го СО, измеренное калориметром, °С;

$i = 1-3$.

11.1.5 Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов во всем диапазоне измерений соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов

11.2.1 Данную проверку допускается совмещать с 11.1 настоящей методики.

11.2.2 Повторить операции по 11.1.1-11.1.3 настоящей методики, подобрать СО для проведения измерений в двух точках диапазона измерений калориметра. Допускается проведение измерений в большем количестве точек.

11.2.3 Рассчитать значение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов (δH_i), %, по формуле

$$\delta H_i = \frac{(H_{измi} - H_{этi})}{H_{этi}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $H_{этi}$ - значение удельной теплоты фазового перехода i -го СО, указанное в прилагаемом паспорте, кДж/кг;

$H_{измi}$ - значение удельной теплоты фазового перехода i -го СО, измеренное калориметром, кДж/кг.

11.2.4 Результаты считают положительными, если значения относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов соответствуют требованиям, приведенным в таблице 1 настоящей методики.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки с учётом объёма проведённой поверки и состава калориметра заносят в протокол поверки произвольной формы, сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Конструкцией калориметров не предусмотрена возможность пломбирования и нанесения знака поверки.

12.2 При положительных результатах поверки калориметр признают пригодным к эксплуатации, по заявлению владельца калориметра или лица, представившего калориметр на поверку, оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

12.3 При отрицательных результатах поверки калориметр к применению не допускают, по заявлению владельца калориметра или лица, представившего калориметр 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.П. Шипицын