

## ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА 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

### Назначение средства измерений

Приборы комбинированные термического анализа DSC x/x+, HP DSC x+, TGA/DSC x/x+, TGA x, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x (далее приборы) предназначены для измерения термодинамических характеристик (удельной теплоты, температуры фазовых переходов и физико-химических реакций), а также регистрации изменения массы, линейных приращений материалов в диапазоне температур от минус 190 до плюс 1600°C.

### Описание средства измерений

Принцип измерения количества выделенной или поглощенной образцом теплоты для приборов модификаций DSC x/x+, HP DSC x+, TGA/DSC x/x+ основан на интегрировании во времени сигнала датчика, измеряющего разность тепловых потоков между двумя тиглями, один из которых заполнен образцом. Оба тигля одновременно нагревают (имеется возможность регулирования скорости нагрева) в печи до заданной температуры, контролируемой датчиком с термопарами.

Приборы модификаций DSC x/x+, HP DSC x+ представляют собой единый настольный модуль, содержащий печь и электронный блок управления и измерения, а также систему охлаждения. В базовой комплектации приборов модификаций DSC x/x+ используется воздушное охлаждение печи, модификаций HP DSC x+ - водяное. В приборах DSC x/x+ предусмотрено два варианта исполнения встроенного нагревательного элемента печи, обеспечивающего значения максимальной температуры нагрева до плюс 500 и плюс 700°C соответственно. Рабочий диапазон приборов DSC x/x+ может быть расширен в область низких температур при использовании внешнего холодильного корпуса (криостата) или системы охлаждения жидким азотом. В приборе модификации HP DSC x+ имеется возможность проводить измерения под давлением до 10 МПа.

Обозначения x или x+ в приборах модификаций DSC x/x+, HP DSC x+ - это символ, принимающий значения от 1 до 5 (приборы для заводских лабораторий) или от 1+ до 5+ (приборы для научно-исследовательских лабораторий), условно-количественно характеризующий тип нагревательного элемента, который определяет температурный диапазон измерений прибора и/или тип весовой ячейки.

Принцип измерения приборами температуры фазовых переходов приборами основан на определении по кривой «тепловой поток - температура» точки начала отклонения от монотонности, определяемой пересечением экстраполяции низкотемпературной ветви пика кривой с базовой линией.

Приборы модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x представляют собой измерительный комплекс, в котором объединены функции дифференциальной сканирующей калориметрии (только для TGA/DSC x/x+) и высокочувствительных аналитических весов.

Приборы модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x выполнены в виде единого настольного измерительного модуля, состоящего из температурного блока с водяным охлаждением или с возможностью охлаждения газообразным гелием (далее печь) горизонтально расположенного относительно блока измерителя изменения массы (далее весы), калориметрического датчика-держателя образцов на один или два образца (только для приборов TGA/DSC x/x+), размещенного внутри печи с регулируемой температурой и скоростью нагрева, электронного блока управления и измерения.

Модификации печей (SF/1100, LF/1100 - для приборов TGA/DSC x/x+, TGA x, HT/1600 - только для приборов TGA/DSC x/x+) различаются верхним пределом температуры и объемом печи. Модификации весов отличаются диапазоном и дискретностью показаний.

Через дополнительно поставляемый специальный интерфейс приборы TGA/DSC x/x+, TGA x могут быть объединены с другими аналитическими приборами, например, инфракрасными Фурье-спектрометрами или хроматомасс-, масс-спектрометрами для анализа газообразных продуктов, выделяющихся при разложении образца в процессе нагрева, а также использоваться в комбинации с генераторами влажности для изучения процессов влагопоглощения.

Обозначения x или x+ в приборах модификаций TGA/DSC x/x+, TGA x - это символ, принимающий значения от 1 до 5 (приборы для заводских лабораторий) или от 1+ до 5+ (приборы для научно-исследовательских лабораторий), условно-количественно характеризующий тип нагревательного элемента, который определяет температурный диапазон измерений прибора и/или тип весовой ячейки.

Приборы TMA/SDTA x/x+ представляют собой измерительный комплекс, в котором объединены функции термомеханического и дифференциального термического анализ. Это конструктивное решение позволяет одновременно в одном измерении на одном образце производить измерения изменений линейных приращений исследуемого образца и его температуры при различных термодинамических переходах (если таковые имеются).

Приборы TMA/SDTA x/x+ выполнены в виде единого настольного измерительного модуля, состоящего из печи вертикально расположенной относительно блока измерителя изменения линейных приращений, представляющего собой преобразователь смещения высокого разрешения с измерительным зондом, термопарой образца и держателем образца, размещенных в печи с регулируемой температурой и скоростью нагрева, электронного блока управления и измерения.

В приборах TMA/SDTA x/x+ для определения температуры образца используются термопары типа K и R. Измерительный узел - преобразователь смещения высокого разрешения термостатируется с помощью внешнего циркуляционного термостата.

Модификации печей (LF/1100, HT/1600, IC/600, LN/600) различаются верхним и нижним пределами температуры.

Через дополнительно поставляемый специальный интерфейс приборы TMA/SDTA x/x+ могут быть объединены с другими аналитическими приборами, например, инфракрасными Фурье-спектрометрами или хроматомасс-, масс-спектрометрами для анализа газообразных продуктов, выделяющихся при разложении образца в процессе нагрева, а также использоваться в комбинации с генераторами влажности для изучения процессов влагопоглощения.

Обозначения x или x+ в приборах модификаций TMA/SDTA x/x+ - это символ, принимающий значения от 1 до 5 (приборы для заводских лабораторий) или от 1+ до 5+ (приборы для научно-исследовательских лабораторий), условно-количественно характеризующий тип нагревательного элемента, который определяет температурный диапазон измерений прибора и/или тип весовой ячейки.

Приборы DMA x, DMA/SDTA x представляют собой измерительный комплекс, в котором объединены функции динамического механического и дифференциального термического анализ. Это конструктивное решение позволяет одновременно в одном измерении, на одном образце измерения изменений температуры и вязкоупругих свойств (модуль упругости, тангенс угла механических потерь и т.д.) исследуемого образца.

Приборы DMA x и DMA/SDTA x выполнены в виде единого настольного измерительного модуля, состоящего из печи, блока регистрации изменения вязкоупругих характеристик, представляющего собой преобразователь смещения высокого разрешения, держатель образца и термопару образца, размещенных в печи с регулируемой температурой и скоростью нагрева, электронного блока управления и измерения.

В приборах DMA x для определения температуры образца используется датчик - Pt100, в DMA/SDTA x - термопара типа K/

Модификации печей различаются верхним и нижним пределами температуры.

Через дополнительно поставляемый специальный интерфейс приборы DMA x могут быть объединены с другими аналитическими приборами, например, в комбинации с генераторами влажности для изучения процессов влагопоглощения, погружной ванной для исследования изменения вязкоупругих свойств образца, погруженного в жидкость.

Обозначения x или x+ в приборах модификаций DMA x и DMA/SDTA x - это символ, принимающий значения 861 или от 1 до 5 (приборы для заводских лабораторий), условно-количественно характеризующий тип нагревательного элемента, который определяет температурный диапазон измерений прибора и/или тип весовой ячейки.

Общий вид приборов приведен на рисунках 1 - 4. Пломбирование дилатометров не производится.



Рисунок 1 - Внешний вид приборов DSC x/x+, DMA/SDTA x, DMA x



Рисунок 2 - Внешний вид приборов HP DSC x+



Рисунок 3 - Внешний вид приборов TGA x, TGA/DSC x/x+



Рисунок 4 - Внешний вид приборов TMA/SDTA x/x+

### Программное обеспечение

Программное обеспечение STAR<sup>e</sup>, устанавливаемое на персональный компьютер. С помощью ПО STAR<sup>e</sup> осуществляется калибровка устройств, получение информации о ходе эксперимента, управление устройством, вывод данных о встроенных весах, датчике, подключённом газовом контроллере, задание параметров эксперимента, регистрация и обработка результатов эксперимента и их вывод на печать.

Идентификационные данные программного обеспечения

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения «STAR<sup>e</sup>»

Идентификационные данные (признаки)	Значения
Идентификационное наименование ПО	STAR <sup>e</sup>
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 15.00
Цифровой идентификатор ПО	9EC5F2261C9D793A77446C8D03DE59F9 вычислен по алгоритму MD5

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

Влияние ПО учтено при нормировании метрологических характеристик.

**Метрологические и технические характеристики**

Таблица 2 - Метрологические и технические характеристики

Наименование характеристики	Значения характеристик для модификаций						
	DSC x/x+	HP DSC x+	TGA/DSC x/x+	TGA x	TMA/SDTA x	DMA x	DMA/SDTA x
<p>Диапазон измерений температуры, °С:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- с воздушным охлаждением</li> <li>- с водяным охлаждением</li> <li>- с компрессионным криостатом</li> <li>- с охлаждением жидким азотом</li> </ul>	от +25 до +700	от +22 до +700	от +22 до +1600	от +22 до +1100	от +22 до +1600	от +25 до +600	от -150 до +500
	от -100 до +700				от -80 до +600		
	от -85 до +700				от -35 до +600		
	от -35 до +700						
	от -150 до +700				от -150 до +600	от -190 до +600	
Объем исследуемого образца, мкл	до 500		до 900		-		
Дискретность установки температуры, °С	0,01						
<p>Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры, °С, в диапазонах:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- до 400 °С вкл.</li> <li>- св. 400 до 500 °С вкл.</li> <li>- св. 500 до 1000 °С вкл.</li> <li>- св. 1000 °С (только для TGA x, TGA/DSC x/x+ и TMA/SDTA x/x+)</li> </ul>	±0,5				±0,8		
	±0,8				±0,8		
	±0,8				±1,5		
	-				±3,0		
Диапазон измерений удельной теплоты (только для DSC x/x+, HP DSC x+, TGA/DSC x/x+), Дж/г	от 1,0 до 4000			-			

Продолжение таблицы 2

Наименование характеристики	Значения характеристик для модификаций						
	DSC x/x+	HP DSC x+	TGA/DSC x/x+	TGA x	TMA/SDTA x	DMA x	DMA/SDTA x
Пределы допускаемой относительной погрешности измерения уд. теплоты (только для DSC x/x+, HP DSC x+, TGA/DSC x/x+), %, в диапазонах: - до 500 °С вкл. - св. 500 до 1000 °С вкл. - св. 1000 °С		±2,5 ±2,5 -	±3,0 ±4,0 ±5,0			- - -	
Скорость нагрева образца, °С/мин	от 0,02 до 300		от 0,02 до 250			от 0,1 до 20	от 0,1 до 20
Время охлаждения до +100 °С от мак. темп. (нерегулируемое), мин, не менее	9		27			не регламентируется	не регламентируется
Диапазон измерений линейных приращений, мм	-				±5	±1	±1,6
Пределы допускаемой относительная погрешность измерений линейных приращений, %	-				±5		-
Параметры электропитания: - напряжение переменного тока, В; - частота, Гц; - потребляемая мощность, ВА, не более	220 (+22/-33) 50 (±1) 600						
Габаритные размеры (длина ´ ширина ´ высота), мм, не более	630 ´ 630 ´ 460	460 ´ 630 ´ 450	540 ´ 630 ´ 630	540 ´ 630 ´ 630	480 ´ 630 ´ 550	800 ´ 650 ´ 750	414 ´ 302 ´ 391
Масса, кг, не более	35	42	44	44	39	120	30
Средний срок службы, лет	10						
Наработка на отказ, ч	11 500						
Условия эксплуатации: - температура, °С; - относительная влажность воздуха, %	от +15 до +25 от +40 до +80						

Таблица 3 - Основные технические характеристики модификаций встроенных весов приборов TGA/DSC x/x+ и TGA x

Наименование	Значения характеристик для модификации весов			
	XP1	XP1U	XP5	XP5U
Наибольший предел взвешивания, г	1,0		5,0	
Дискретность показания массы, мкг	1,0	0,1	1,0	0,1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений изменения массы, мкг	±10			

### Знак утверждения типа

наносится на титульный лист руководства по эксплуатации типографским способом и на корпус прибора любым способом, обеспечивающим сохранность знака утверждения типа в течение всего срока службы прибора.

### Комплектность средства измерений

- прибор	1 шт.
- набор принадлежностей	1 шт.
- руководство по эксплуатации	1 экз.
- методика поверки МП 2416-0034-2016	1 экз.

### Поверка

осуществляется по документу МП 2416-0034-2016 «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», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 17 августа 2016 г.

Основные средства поверки:

Государственный рабочий эталон 2-го разряда единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел 3.1.ZZB.0158.2016.

Набор гирь от 1 мг до 5000 мг класса точности E1 по ГОСТ 8.021-2005.

Стандартные образцы температуры и теплот фазовых переходов ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82.

Эталонный термометр сопротивления ЭТС-100, диапазон измерений температуры от 77,372 до 273,16 К по ГОСТ Р 8.625-2006.

Эталонный термометр сопротивления ЭТС-100, диапазон измерений температуры от 0,01 до 419,527 °С по ГОСТ Р 8.625-2006.

Преобразователь термоэлектрический платинородий-платиновый типа ППО, диапазон измерений от 300 до 1100 °С, 1 разряд по ГОСТ 8.558-2009.

Преобразователь термоэлектрический платинородий-платинородиевый типа ПРО, диапазон измерений от 600 до 1800 °С, 1 разряд по ГОСТ 8.558-2009.

Система поверки термопреобразователей автоматизированная АСПТ, диапазон измерений от -300 до 300 мВ предел допускаемой основной абсолютной погрешности  $\pm(5 \times 10^{-5} \sqrt{U} + 2)$  мкВ.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке в виде голографической наклейки и (или) оттиска поверительного клейма.

### Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в эксплуатационном документе.

**Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к приборам комбинированным термического анализа модификаций DSC x/x+, HP DSC x+, TGA/DSC x/x+, TGA x, TMA/SDTA x/x+, DMA/SDTA x, DMA x**

ГОСТ 8.018-2007 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне температуры от 90 до 1800 К»;

Техническая документация изготовителя.

**Изготовитель**

Фирма «Mettler-Toledo AG», Швейцария  
Адрес: Im Langacher, 8606 Greifensee, Швейцария  
Тел. +41 1 944 22 11, факс: +41 1 944 30 60  
Internet: [www.mt.com](http://www.mt.com)

**Заявитель**

АО «Меттлер-Толедо Восток»  
ИНН 7705125499  
Адрес: Россия, 101000, г. Москва, Сретенский бульвар, д.6/1, строение 1, комн. 8, 10, 16  
Телефон: (495) 621-92-11, факс: (495) 621-63-53  
Web-сайт: [mtrus.com](http://mtrus.com)

**Испытательный центр**

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева»  
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)  
Адрес: Россия, 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
Тел. (812) 251-76-01, факс (812) 713-01-14  
E-mail: [info@vniim.ru](mailto:info@vniim.ru), [www.vniim.ru](http://www.vniim.ru)  
Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № RA.RU.311541 от 23.03.2016 г.

Заместитель  
Руководителя Федерального  
агентства по техническому  
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п. « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2017 г.