

## 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 теплоты 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 базе рабочей станции системы термического анализа TA-60WS, подключаемой к персональному компьютеру. На задней панели корпуса калориметров расположены вводы 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 процессом измерений и обработки выводимой информации в калориметрах осуществляется через персональный компьютер с помощью рабочей станции системы термического анализа TA-60WS и программного комплекса «TA-60WS». Автономная работа DSC-60 Plus невозможна, также как измерения не возможны без использования рабочей станции системы термического анализа TA-60WS. Программным образом осуществляется настройка калориметров, выбор режимов и установка параметров эксперимента, градуировка калориметров на основе измерений свойств стандартных образцов, оптимизация параметров, управление работой, обработка выходной информации, печать и запоминание результатов анализа.

В процессе измерений на дисплей персонального компьютера выводится в режиме реального времени значения теплового потока [мВт] – (ось Y), как функция температуры [t, °C или K] либо времени [τ, мин или сек]. По завершению опыта с помощью специального раздела ПО вычисляются искомые температура фазового или структурного превращения (T, °C или K), удельная теплота фазового или структурного превращения (ΔH, Дж/кг) и удельная теплоемкость (C, Дж/кг·K).

Общий вид средства измерений представлен на рисунке 1, рабочая станция TA-60WS представлена на рисунке 2.

Схема пломбирования калориметров от несанкционированного доступа представлена на рисунке 3.



а



б

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



Рисунок 2 – Вид рабочей станции TA-60WS



Рисунок 3 – Схема пломбирования калориметров дифференциального сканирующего модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus

1 – замки на рабочей поверхности калориметров модификации DSC-60 Plus

### **Программное обеспечение**

Программное обеспечение «TA-60WS» (далее – ПО) калориметров состоит из встроенной части (встроенный в корпус калориметра и встроенный в корпус рабочей станции TA-60WS, защищенные от записи микроконтроллерами) и внешней - автономной части ПО под управлением рабочей станцией системы термического анализа TA-60WS с помощью операционной системы персонального компьютера.

Встроенное ПО калориметров разработано изготовителем специально для решения задач измерений температуры и дифференциальной термо-ЭДС датчика ДСК и полностью является метрологически значимым.

Автономное ПО «ТА-60WS» обеспечивает обработку измеренных данных (оценку количества теплоты, расчет удельной теплоты фазовых переходов, удельной теплоемкости), отображение и хранение результатов измерений, а также посылает на рабочую станцию данные о задаваемых параметрах управления и режимах работы калориметра. Автономное ПО получает данные от калориметра через рабочую станцию системы термического анализа ТА-60WS по интерфейсу RS-232C, без возможности внесения изменений в ПО. Работа в интерфейсной части автономного ПО осуществляется только после ввода логина и пароля.

Уровень защиты ПО «средний» в соответствии с Р 50.2.077-2014.

Нормирование метрологических характеристик проведено с учетом влияния ПО.

Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Автономное ПО «ТА-60WS»	Встроенное ПО «ТА-60WS»
Идентификационное наименование ПО	ТА-60WS	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.40 и выше	1.40 и выше
Цифровой идентификатор ПО	-	

### Метрологические и технические характеристики

Таблица 2 – Метрологические и технические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	DSC-60 Plus	DSC-60A Plus
<p>Диапазон показаний температуры, °C:</p> <p>- обычная система:</p> <p>1) без использования камеры с охлаждением жидким азотом</p> <p>2) при использовании камеры с охлаждением жидким азотом</p> <p>- система с автоохлаждением</p> <p>1) с системой промежуточного охлаждения</p> <p>2) с системой охлаждения LN<sub>2</sub></p> <p>3) без использования камеры с охлаждением жидким азотом</p>	<p>от температуры окружающей среды до +600</p> <p>от -140 до +600</p> <p>от -50 до +500</p> <p>от -130 до +500</p> <p>от комнатной до +600</p>	
<p>Диапазон измерений температуры*, °C</p> <p>- обычная система:</p> <p>1) без использования камеры с охлаждением жидким азотом</p> <p>2) при использовании камеры с охлаждением жидким азотом</p> <p>- система с автоохлаждением</p> <p>1) с системой промежуточного охлаждения</p> <p>2) с системой охлаждения LN<sub>2</sub></p> <p>3) без использования камеры с охлаждением жидким азотом</p>	<p>от +30 до +600</p> <p>от +30 до +600</p> <p>от +30 до +500</p> <p>от +30 до +500</p> <p>от +30 до +600</p>	

Продолжение таблицы 2

Наименование характеристики	Значение	
	DSC-60 Plus	DSC-60A Plus
Пределы абсолютной погрешности измерений температуры, °С	±2,0	
Диапазон измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений*, Дж/кг	от 200 до 1000	
Пределы относительной погрешности измерений удельной теплоты, %	±5,0	
Диапазон измерений удельной теплоемкости*, Дж/кг·К	от 200 до 2000	
Пределы относительной погрешности измерений удельной теплоёмкости, %	±5,0	
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/час увеличение/уменьшение максимальная скорость нагрева до +400 °С: 20 °С/мин; максимальная скорость нагрева до +500 °С: 10 °С/мин	
Габаритные размеры, мм, (измерительный блок) не более: Глубина Ширина Высота	320 500 290	
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	
*) диапазоны показаний и измерений приведены для максимально полной комплектации модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus и могут быть сокращены в зависимости от комплектации (вид системы охлаждения, вид чаш для DSC, объема ПО и ограничений, установленных производителем). Рабочие диапазоны показаний и измерений в этом случае будут указаны Производителем в поставляемом совместно с прибором Руководстве по эксплуатации.		

### Знак утверждения типа

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

## Комплектность средства измерений

Таблица 3 – Комплектность калориметров

Наименование	Обозначение	Количество
Калориметр дифференциальный сканирующий модификации DSC-60 Plus/ DSC-60A Plus	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.
Методика поверки	МП 2416-0042-2018	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.		

### Поверка

осуществляется по документу МП 2416-0042-2018 «ГСИ. Калориметры дифференциальные сканирующие модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 14 октября 2018 г.

Основные средства поверки:

Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2312-82/ГСО 2316-82.

Стандартный образец термодинамических свойств СОТС-1 утвержденного типа, ГСО 149-86П.

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

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

### Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в эксплуатационном документе.

### Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к калориметрам дифференциальным сканирующим модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus:

ГОСТ 8.141-75.ГСИ. Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений удельной теплоемкости в диапазоне температур 273,15...700 К

Техническая документация 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](http://www.shimadzu.com)

**Заявитель**

Фирма «Shimadzu Europa GmbH», Германия  
Адрес: Albert-Hahn-Strasse 6-10, D-47269 Duisburg F.R.G./ Альбертханштрассе 6-10,  
D-47269, Дуйсбург, Германия)  
Телефон/факс: +49 203 76870  
E-mail: [info@shimadzu.eu](mailto:info@shimadzu.eu)  
Web-сайт: [www.shimadzu.eu](http://www.shimadzu.eu)

**Испытательный центр**

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
Адрес: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
Телефон: +7 (812) 251-76-01, факс: +7 (812) 713-01-14  
Web-сайт: [www.vniim.ru](http://www.vniim.ru)  
E-mail: [info@vniim.ru](mailto:info@vniim.ru)  
Регистрационный номер RA.RU.311541 в Реестре аккредитованных лиц в области обеспечения единства измерений Росаккредитации.

Заместитель

Руководителя Федерального  
агентства по техническому  
регулированию и метрологии

А.В. Кулешов

М.п. « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.