

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

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»



А.Н.Пронин

М.п. «14» октября 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**КАЛОРИМЕТРЫ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЕ СКАНИРУЮЩИЕ
МОДИФИКАЦИЙ DSC-60 PLUS, DSC-60A PLUS**

Методика поверки

МП 2416-0042-2018

Руководитель отдела государственных эталонов и
научных исследований в области термодинамики

_____ А.И. Походун

Младший научный сотрудник

_____ В.В. Власова

г. Санкт-Петербург
2018 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее - МП) калориметров дифференциальных сканирующих модификаций DSC-60 Plus, DSC-60A Plus, изготавливаемых фирмой «Shimadzu Corporation», Япония (далее - калориметров).

1.2. Поверка проводится с целью определения пригодности калориметров к дальнейшей эксплуатации, при наличии МП и свидетельства о последней поверке в случае периодической поверки.

1.3. Первичная поверка калориметров производится при вводе в эксплуатацию и после ремонта.

1.4. Интервал между поверками – 1 год.

1.5. Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средств измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

- ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 №116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением»

Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда России от 24.07.2013 года №328н (с изменениями на 19 февраля 2016 года)

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1. 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.

3.2 Калориметры применяются в химической, фармацевтической, пищевой и других промышленности при определении температуры плавления, стеклования, степени кристалличности и морфологии образцов материала.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки калориметров должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Проверка внешнего вида калориметра	9.1	да	да
Опробование. Подтверждение соответствия ПО	9.2	да	да
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений температуры	9.3	да	да
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений	9.4	да	да
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности удельной теплоемкости	9.5	да	да

4.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1. При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки.

№ пункта методики поверки	Наименование эталонов и СИ и их основные метрологические характеристики
8	Прибор комбинированный Testo 622, рег.№ 53505-13, диапазон измерений температуры от -10 до 60 °С, предел допускаемой погрешности измерений $\pm 0,4^\circ\text{C}$, диапазон измерений влажности от 10 до 95 %, предел допускаемой погрешности измерений $\pm 3\%$, диапазон измерения абсолютного давления от 300 до 1200 ГПа, предел допускаемой погрешности измерений $\pm 5\text{ГПа}$
9.3.	Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2312-82/ГСО 2316-82, срок годности экземпляра СО без эксплуатации неограничен. При эксплуатации: 4 ч суммарного пребывания при температуре фазового перехода
9.4	Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2312-82/ГСО 2316-82, срок годности экземпляра СО без эксплуатации неограничен. При эксплуатации: 4 ч суммарного пребывания при температуре фазового перехода
9.5	Стандартный образец термодинамических свойств СОТС-1 утвержденного типа ГСО 149-86П, срок годности не ограничен

Все применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

Стандартные образцы, применяемые при проведении поверки должны иметь паспорт с указанием срока годности.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке прибора допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ калориметра и допущенные к работе в качестве поверителей СИ в области теплофизических и температурных измерений.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. При подготовке и проведении работ по поверке должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019-80, «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России от 24.07.2013 года №328н (с изменениями на 19 февраля 2016 года), Приказа Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03 2014 года № 116 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением».

7.2. Все подключения к калориметру производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают нормальные условия в соответствии с ГОСТ 8.395-80:

- температура окружающего воздуха: от 15 до 25 °С;
- относительная влажность воздуха: от 30 до 80 %;
- атмосферное давление: от 84 до 106 кПа.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Проверка внешнего вида калориметра.

9.1.1. При проверке внешнего вида калориметра должно быть установлено соответствие калориметра следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать технической документации на данную модификацию прибора;
- изделия, входящие в состав калориметра, не должны иметь механических повреждений;

Калориметр, не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

9.2. Опробование. Подтверждение соответствия ПО

9.2.1 Опробование (Проверка функционирования калориметра).

9.2.1.1 При опробовании проверяют работоспособность калориметра в соответствии с эксплуатационной документацией на него.

Для этого:

- Включите выключатель питания DSC-60. На короткое время на ЖК-экране появится строка "Initial", а затем он начнет отображать температуру отсека образца. Подождите около 10 минут;

- Считайте температуру отсека образца. Убедитесь, что показания температуры вблизи текущей температуры окружающей среды, с колебаниями в пределах приблизительно $\pm 0,1$ °С

- Нажмите кнопку «DISPLAY». Режим отображения ЖК-дисплей переключится в режим отображения теплового потока. Убедитесь, что индикация теплового потока фиксируется или наименее значимая цифра (порядка 0.01 мВт) изменяется на единицу.

- Снимите крышку отсека, крышку печи и затвор печи. Правее детектора поместите чашу с калибровочным образцом, с температурой чуть выше, чем температура окружающей среды. В это время, проверьте, что значение теплового потока увеличивается в положительную сторону и через некоторое время постепенно возвращается к исходному значению.

- Нажмите кнопку ZERO после того, как значение теплового потока становится постоянным. Убедитесь, что значения теплового потока: 0.00 мВт или - 0.00 мВт.

- Нажмите кнопку «DISPLAY». Убедитесь, что показатель температуры отсека образца возобновился. Затем запустите систему TA-60WS и откройте окно [TA-60WS Acquisition: Status]. Выберите положение «начало измерений». Убедитесь, что температура отсека образца начинает повышаться. Также проверьте, что величина теплового потока сначала резко изменяется, а затем стабилизируется примерно через одну минуту. Затем выберете положение «прекращение измерений». Нажмите клавишу STOP, на основном блоке или на блоке TA-60WS. В последнем случае, в ответ на всплывающий вопрос, необходимо ответить "нет", для сохранения запроса данных.

9.2.1.2 Если после опробования не были выявлены какие-либо отклонения, то операция считается выполненной успешно.

9.2.2. Подтверждение соответствия ПО.

9.2.2.1. Идентификация программного обеспечения (далее - ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО калориметра, представленного на испытание, с идентификационными данными, приведенными в технической документации:

- наименование ПО;
- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.

9.2.2.2 Определить номера версии ПО «TA-60WS» возможно с помощью кнопки [Help] помощника на панели инструментов или путем нажатия сочетания клавиш [Shift-F1] и выбора пункта меню версии ПО [Version Info]. Также версия установленного ПО обозначена в файле Notepad, расположенном в папке с установленными файлами, приложениями и расширениями ПО.

9.2.2.3 Результаты поверки считают положительными, если наименование и номер версии ПО соответствуют значениям в таблице 3:

Таблица 3

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

9.3. Проверка диапазона измерений температуры и определение абсолютной погрешности измерений температуры

9.3.1 Проверка диапазона измерений температуры проводится совместно с определением абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне температуры от 30 до 600 °С путем однократного измерения температуры плавления всех стандартных образцов комплекта ГСО 2312-82/ГСО 2316-82 согласно заявленному диапазону.

Для этого предварительно взвешенные навески ГСО помещают в тигли, которыми укомплектован калориметр. Тигли с ГСО по одному размещают в печи согласно руководству по эксплуатации. И каждый отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения материала стандартного образца.

9.3.2 Для каждого вещества (далее - контрольной точке) рассчитывают значение

абсолютной погрешности измерения температуры плавления (ΔT), °С по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{действ}},$$

где $T_{\text{действ}}$ - температура плавления ГСО 2312-82...ГСО 2316-82, указанная в паспорте к комплекту СОТСФ.

9.3.3 Результаты проверки диапазона измерений температуры принимают положительными, если абсолютная погрешность измерения температуры в диапазоне температуры от 30 до 600 °С в каждой контрольной точке не превышает $\pm 2,0$ °С.

9.4 Проверка диапазона удельной теплоты фазовых и структурных превращений и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений

9.4.1 Проверка диапазона удельной теплоты осуществляют совместно с определением в диапазоне температуры от 30 до 600 °С теплоты плавления индия ГСО 2313-82 при размещении в ячейке 1/3 рекомендуемой изготовителем калориметра навески и теплоты плавления олова ГСО 2314-82 массой, равной трем рекомендуемым изготовителем калориметра навескам.

9.4.2 Допускается совмещать измерения по п.9.3 и 9.4 при проведении периодической поверки с соблюдением требований обоих пунктов.

9.4.3 Значение относительной погрешности измерений удельной теплоты δH , кДж/кг, рассчитывают по формуле

$$\delta H = (H_{\text{изм}} - H_{\text{ст}}) / H_{\text{ст}}$$

где $H_{\text{ст}}$ - удельная теплота плавления, указанная в паспорте ГСО.

9.4.4 Результаты проверки диапазона измерений удельной теплоты фазовых и структурных превращений принимают положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоты не превышает $\pm 5,0$ %.

9.5 Проверка диапазона измерений удельной теплоемкости и относительной погрешности измерения удельной теплоемкости

9.5.1 Проверка диапазона измерений удельной теплоемкости и определение относительной погрешности измерения удельной теплоемкости в диапазоне температуры от 30 до 600 °С осуществляется путем измерения удельной теплоемкости корунда ГСО149-86П в точках температурного диапазона с интервалом в 100 К.

9.5.2 Значение относительной погрешности измерений удельной теплоемкости δC , %, рассчитывают по формуле

$$\delta C = (C_{\text{изм}} - C_{\text{ст}}) / C_{\text{ст}}$$

где $C_{\text{ст}}$ - значение удельной теплоемкости, указанная в паспорте ГСО.

9.5.3 Результаты проверки диапазона измерений удельной теплоёмкости принимают положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоемкости в каждой контрольной точке не превышает $\pm 5,0$ %.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1. При проведении поверки оформляют протокол измерений, форма которого приведена в приложении А.

10.2. Положительные результаты поверки калориметра оформляют свидетельством о поверке установленной формы. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

10.3. При отрицательных результатах поверки калориметр к выпуску в обращение и применению не допускают, знак поверки гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Калориметр направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности установленной формы.

**Приложение А
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	

Вид поверки

Методика поверки

Средства поверки

Наименование и регистрационный номер, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на ГСО	Метрологические характеристики

Условия поверки

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25	от ___ до ___
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	от ___ до ___
Атмосферное давление, кПа	от 84 до 106	от ___ до ___

Результаты поверки

1. Результаты поверки внешнего вида калориметра
 - 1.1 Выводы
2. Результаты опробования
 - 2.1 Выводы
3. Результаты идентификации программного обеспечения
 - 3.1 Выводы

4 Результаты определения абсолютной погрешности измерения температуры

№ опыта	Индекс СО и наименование материала	Измеренное значение температуры, °С	Номинальное значение, °С	ΔT , °С

Максимальное отклонение от номинального _____ °С

Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры согласно описанию типа $\pm 2,0$ °С.

5 Результаты определения относительной погрешности измерения удельной теплоты, %:

№ опыта	Индекс СО и наименование материала	Масса навески, мг	Измеренное значение теплоты, Дж/г	Номинальное значение, Дж/г	Относительная погрешность измерения теплоты, %
1	In				
2	Sn				

Максимальное отклонение от номинального _____ %

Пределы допускаемой относительной погрешности измерения теплоты согласно описанию типа $\pm 5,0$ %.

5 Результаты определения относительной погрешности измерения удельной теплоемкости, %:
5.1 Масса навески, г.

Температура, К	Измеренное значение теплоемкости, Дж/г° К

5.2. Расчет погрешности измерений удельной теплоёмкости:

Температура, К	Измеренное значение теплоемкости (приведенное), Дж/г·К	Номинальное значение, Дж/г·К	Относительная погрешность измерения удельной теплоёмкости, %

Максимальное отклонение от номинального _____ %

Пределы допускаемой относительной погрешности измерения удельной теплоёмкости согласно описанию типа $\pm 5,0$ %.

6 Дополнительная информация

Термограммы измерения температур плавления для стандартных образцов приведены в приложении 1 к протоколу поверки.

На основании результатов поверки признано _____

Поверитель: ФИО _____ Дата _____