

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин
«10» марта 2023 г.
Исполнительный директор
Е. П. Кривцов
Доверенность № 54/2021
от 24.12.2021



Государственная система обеспечения единства измерений


Калориметры дифференциальные сканирующие DSC
Методика поверки

МП 2416-0052-2023

Руководитель лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


Т.А. Компан

Научный сотрудник лаборатории государственных
эталонов и научных исследований в области
измерений теплового расширения
и комплексного термического анализа
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


С.В. Кондратьев

г. Санкт-Петербург
2023 г.

1. Общие положения

Данная методика поверки распространяется на калориметры дифференциальные сканирующие DSC (далее – калориметры DSC), предназначенные для измерений температуры фазовых переходов, удельной теплоты твердых и порошкообразных материалов.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость поверяемых калориметров DSC к государственным первичным эталонам единиц величин: государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С (ГЭТ 34-2020), государственному первичному эталону единицы удельной теплоемкости твердых тел (ГЭТ 60-2019).

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки: прямые измерения.

Калориметры DSC подлежат первичной и периодической поверке.

Методикой поверки не предусмотрена поверка на меньшем числе поддиапазонов измерений и отдельных автономных блоков.

2. Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операции поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик при измерении: - температуры фазовых переходов, удельной теплоты	Да	Да	10

2.1 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку.

4.1 К проведению поверки допускаются лица, аттестованные в качестве поверителей, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее ЭД), прилагаемую к калориметрам DSC.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	СИ температуры окружающей среды в диапазоне измерений от -10 до +40 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. СИ относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 90 % с абсолютной погрешностью не более ± 10 %. СИ атмосферного давления в диапазоне измерений от 840 до 1060 гПа с абсолютной погрешностью не более $\pm 2,5$ гПа.	Термогигрометр ИВА-6, мод. ИВА-6Н-Д, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее – рег. №) 82393-21.
п. 10 Определение метрологических характеристик при измерении температуры фазовых переходов, удельной теплоты	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа, абсолютная погрешность измерений температуры плавления не более $\pm 0,26$ К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты не более $\pm 0,25$ кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические, диапазон измерений от 0,002 до 3 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г.	Стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов утвержденного типа ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, ГСО 2315-82, абсолютная погрешность измерений температуры плавления от $\pm 0,06$ до $\pm 0,26$ К, абсолютная погрешность измерений удельной теплоты $\pm 0,25$ кДж/кг. Вспомогательное оборудование: Весы аналитические МУА 21.4У, диапазон измерений от 0,001 до 21 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,0005$ г.

5.1 Средства поверки должны быть поверены, эталоны – аттестованы.

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

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации.
- в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки достаточно одного специалиста.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Калориметр DSC не должен иметь механических повреждений или иных дефектов, влияющих на качество его работы.

7.2 Соединения в разъемах питания калориметра DSC должны быть надежными.

7.3 Маркировка калориметра DSC должна быть целой, четкой, хорошо читаемой.

7.4 Результаты внешнего осмотра считают положительными, если калориметр DSC не имеет повреждений или иных дефектов, маркировка датчика целая, соединения в разъемах питания надежные.

7.5 Внешний вид СИ соответствует приведенному в описании типа средства измерений.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий проведения поверки.

8.1.1 При поверке должны быть проверены условия проведения поверки, указанные в п. 3 настоящей методики поверки.

8.1.2 Для контроля условий поверки используются средства поверки, приведенные в таблице 2.

8.2 Проверить комплектность калориметра DSC.

8.3 Проверить электропитание калориметра DSC.

8.4 Подготовить к работе и включить калориметр DSC согласно ЭД. Перед началом поверки калориметр DSC должен работать не менее 60 мин.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (далее - ПО) производится в следующем порядке:

9.2 Идентификация встроенного и автономного ПО осуществляется путем проверки номера версии ПО.

9.3 Для идентификации номера версии встроенного ПО необходимо считать номер версии с дисплея из раздела «Equipment Information» в графе «SW ver.».

9.4 Для идентификации номера версии автономного ПО «ThermalAnalys» необходимо считать номер версии во вкладке «О программе» в меню «Помощь».

9.5 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если номера версии ПО соответствует данным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	DSC.hex	ThermalAnalys
Идентификационное наименование ПО		
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 1.01	не ниже 22.7

10 Определение метрологических характеристик калориметра DSC:

Проверка диапазона и определение погрешности при измерениях температуры фазовых переходов, удельной теплоты производится в следующем порядке:

10.1 Подготовьте к работе и включите калориметр DSC в соответствии с ЭД.

10.2 Проведите измерение температуры и удельной теплоты фазовых переходов для комплекта СОТСФ ГСО 2313-82/ГСО 2315-82 (индий, олово, цинк) в соответствии с руководством по эксплуатации. Массу используемой навески определите при помощи весов аналитических МУА 21.4У.

10.3 Вычислите абсолютную погрешность измерений температуры плавления ΔT , °С, по формуле:

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{ГСО}}$$

где $T_{\text{изм}}$ – измеренное значение температуры плавления, °С;

10.4 Результаты считаются положительными, если абсолютная погрешность измерений температуры фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:

$$\Delta T \leq \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}.$$

10.5 Вычислите относительную погрешность измерений удельной теплоты плавления δQ , %, по формуле:

$$\delta Q = \frac{Q_{\text{изм}} - Q_{\text{ГСО}}}{Q_{\text{ГСО}}} \cdot 100 \%$$

где $Q_{\text{изм}}$ – измеренное значение удельной теплоты плавления, кДж/кг;

$Q_{\text{ГСО}}$ – значения удельной теплоты плавления ГСО 2313-82, ГСО 2314-82, указанные в паспорте комплекта СОТСФ, кДж/кг.

10.6 Результаты считаются положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов во всех выбранных точках не превышает:

$$\delta Q \leq \pm 8 \%$$

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешности средства измерений п.10.4, 10.6 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

12.2 Протокол оформляется по запросу.