

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

УТВЕРЖДАЮ



Государственная система обеспечения единства измерений

КАЛОРИМЕТРЫ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЕ СКАНИРУЮЩИЕ

DSC 3500 SIRIUS


Методика поверки

МП 2416-0040-2018

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 DSC 3500 Sirius (далее - калориметров), изготавливаемых фирмой «NETZSCH Gerätebau GmbH», Германия.

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

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

1.4. Интервал между поверками – 1 год.

1.5. Допускается проведение периодической поверки отдельных измерительных каналов или поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (диапазоны показаний и измерений метрологических характеристик могут быть сокращены в зависимости от объема комплектации на более узкие поддиапазоны) в соответствии с письменным заявлением заказчика, с обязательным указанием об объеме проведенной поверки в свидетельстве о поверке.

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 DSC 3500 Sirius (далее - калориметры) предназначены для измерений термодинамических характеристик (температуры и теплоты фазовых и структурных превращений, удельной теплоемкости) твердых и порошкообразных веществ в процессе их нагрева.

Калориметры применяются в химическая, металлургическая, фармацевтическая, пищевая и другие отрасли промышленности при анализе состава образцов, их термической и окислительной стабильности, изучении термодинамики и кинетики фазовых и структурных превращений и химических реакций.

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. Идентификация программного обеспечения	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 средства поверки 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: $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- 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 (Проверка функционирования калориметра).

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

Для этого:

-убедитесь, что все составные части калориметра правильно соединены друг с другом, объем продувочных газов достаточен для проведения измерений, системы продувки и системы создания инертной атмосферы (в случае необходимости) и система охлаждения правильно подсоединены к калориметру;

-включите измерительный блок и компьютер за 60 минут до начала опробования;

-запустите программу инициализации калориметра с персонального компьютера.

Если после опробования (инициализации калориметра) на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается выполненной успешно.

9.2.2. Идентификация программного обеспечения.

9.2.2.1. Идентификация программного обеспечения (далее ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО калориметра, представленного на испытание, с идентификационным данным, приведенным в технической документации:

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

Для определения номера версии ПО «NETZSCH-Proteus» выполняют следующую последовательность действий:

1) Из меню Start выбираем команду Run и набираем в появившемся окне "cmd" (без кавычек)

2) В появившемся окне командного интерпретатора вводим команду cd" c:\Program Files\Netzsch\Proteus71\program\Tam.exe и нажимаем Enter для запуска ПО«NETZSCH-Proteus»

3) В верхней части главного окна отображается номер текущей версии ПО.

Также данная информация присутствует во вкладке Help (Справка) в главной панели инструментов.

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

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Автономное ПО «NETZSCH-Proteus»	Встроенное ПО «NETZSCH-Proteus»
Идентификационное наименование ПО	Proteus	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 7.1.0.0	не ниже 7.1.0

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 $\pm 3,0$ °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 стандартной навески и теплоты плавления олова ГСО 2314-82 массой, равной трем стандартным 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 $\pm 3,0\%$.

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

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

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

9.5.3 Результаты проверки диапазона измерений удельной теплоемкости принимают положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоемкости в каждой контрольной точке не превышает $\pm 3,0\%$.

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, к Па	от 84 до 106	от ___ до ___

Результаты поверки

1. Результаты проверки 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 _____ °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 _____ %.

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 теплоты согласно описанию типа _____ %.

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 _____