

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

УТВЕРЖДАЮ



Государственная система обеспечения единства измерений

**Калориметры дифференциальные сканирующие
моделей
Discovery DSC 2500, Discovery DSC 250, Discovery DSC 25**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 2413-0046-2017**

Руководитель НИО
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева

А.И. Походун
Ст. научный сотрудник
В.И. Кулагин

Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на калориметры дифференциальные сканирующие моделей Discovery DSC 2500, Discovery DSC 250, Discovery DSC 25 (далее КАЛОРИМЕТР) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками

- 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

| Наименование и последовательность операций | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операции | |
|--|-------------------------------|------------------------------------|-----------------------|
| | | первичной поверки | периодической поверки |
| Внешний осмотр | 5.1 | + | + |
| Опробование | 5.3 | + | + |
| Проверка электрического сопротивления изоляции | 5.2 | + | - |
| Определение метрологических характеристик | 5.4 | + | + ^{*)} |
| Проверка соответствия ПО поверяемому СИ | 5.5 | + | + |

^{*)} – Допускается проведение периодической поверки отдельных теплофизических параметров в соответствии с заявлением владельца СИ, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

2.1.1. Мегаомметр М4100/3

2.1.2. Государственные стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов (далее ГСО): индий ГСО 2313-82, олово ГСО 2314-82, цинк ГСО 2315-82

2.1.3. Государственный стандартный образец термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд

2.1.4. Весы неавтоматического действия с характеристиками не хуже: дискретность 0,01мг, Мах = 20г, 2 класс точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

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

3. УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия, приведенные ниже:

температура окружающего воздуха, °С
относительная влажность, %
атмосферное давление, кПа

от 15 до 30;
от 5 до 80;
от 84 до 106.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 4.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности по ГОСТ Р 52319-2005 .
- 4.2. По способу защиты человека от поражения электрическим током прибор должен соответствовать классу 0, при работе с встроенными источниками питания и классу 0 при подключении блока питания к электросети, по ГОСТ 12.2.007.0.-75.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

5.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие калориметра следующим требованиям:

комплектность и маркировка должны соответствовать паспорту на данный калориметр ;

узлы, входящие в состав калориметра , не должны иметь механических повреждений;

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

5.2. Проверка электрического сопротивления изоляции калориметра

5.2.1. Электрическое сопротивление изоляции проверяют между входными цепями питания измерителя и корпусом с помощью мегомметра с номинальным напряжением 500 В.

5.2.2. При проверке электрического сопротивления изоляции входной сетевой фидер должен быть отключен от измерителя.

5.2.3. Сопротивление изоляции при температуре окружающего воздуха (от 15 до 30) °С и относительной влажности (от 5 до 80) % должно быть не менее 20 МОм.

5.3. Опробование

5.3.1. При опробовании выполняют следующие операции:

проверяют работоспособность калориметра в соответствии с эксплуатационной документацией на него для этого:

-убедитесь, что все составные части калориметра правильно соединены друг с другом;

-включите термостат и измерительный блок и дайте прогреться прибору 45 мин;

-с помощью ПО « TRIOS» (раздел Настройка параметров эксперимента, подраздел "Procedure) задаются начальные и конечные температуры опыта, скорость нагрева, убеждаются в наличии соответствующей индикации на дисплее (меню, графики) а также в функционировании режимов: запись программы, вызов программы из памяти, удаление сохраненных программ. Выполняют согласно Руководству по эксплуатации пробный опыт по определению теплоты плавления любого из трех ГСО.

Если после опробования на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках , то операция считается успешной.

5.4. Определение метрологических характеристик теплофизических свойств.

5.4.1. Абсолютную погрешность измерения температуры и относительную погрешность определения удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) индия, олова, и цинка.

5.4.2. Значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления определяют в следующей последовательности:

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 80 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 40 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева; задаваемое значение скорости прогрева должно соответствовать скорости, при которой выполнялась калибровка калориметра.

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО ;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места алюминиевые кюветы с соответствующими ГСО и запускают измерение.

По окончании измерения с помощью команды «Onset» на зарегистрированном графике определяется температура плавления ГСО $T_{изм}$.

е) рассчитывают значение абсолютной погрешности измерения температуры плавления (Δ_T) по формуле

$$\Delta_T = T_{изм} - T_p, \text{ } ^\circ\text{C} \quad (1),$$

где T_p – температура плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.3. Значение относительной погрешности измерения удельной теплоты определяют в следующем порядке:

а) выполняют пп.5.4.2.а...5.4.2.д

б) с помощью команды «Integration» определяют значение удельной теплоты плавления ГСО индия, олова и цинка $H_{изм}$;

в) значение относительной погрешности измерения удельной теплоты ΔH рассчитывают по формуле

$$\Delta H = (H_{изм} - H_p) / H_p * 100\% \quad (2),$$

где

H_p – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.4. Относительную погрешность измерения удельной теплоемкости определяют путем сравнения измеренных значений теплоемкости ГСО 149-86 с их паспортными значениями. Для этого согласно инструкции по эксплуатации в КАЛОРИМЕТР помещают взвешенный и упакованный в алюминиевые кюветы ГСО 149-86 и проводят измерения теплоемкости с интервалом 50 К в последовательности, регламентируемой SOFT «измерение теплоемкости».

Значение относительной погрешности измерения удельной теплоемкости рассчитывают по формуле

$$\delta c = (C_{изм} - C_p) / C_{ст} * 100 \quad (2),$$

где

C_p – удельная теплоемкость эталонной меры, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.5. Каждое из полученных значений абсолютной погрешности измерения температуры и относительной погрешности измерения удельной теплоты и удельной теплоемкости не должны превышать пределов допускаемых погрешностей, указанных в описании типа на данный прибор.

5.5. Проверка соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации
Идентификационное наименование и номер версии ПО выводится на экран в окне программы. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|--|-----------------|
| Идентификационное наименование ПО | TRIOS |
| Номер версии ПО (идентификационный номер ПО) | Не ниже 4.01 |

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки оформляют протоколом по форме, приведенной в приложение 1.

6.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке установленного образца.

6.3. При отрицательных результатах поверки прибор бракуют, выдают извещение о непригодности с указанием причин.

6.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Приложение 1

(рекомендуемое)

Дата _____

ПРОТОКОЛ №

Наименование, тип СИ _____

Заводской № _____,

представленный _____.

Место проведения поверки _____

Метод поверки: МП 2413-0046-2017 «Калориметры дифференциальные сканирующие моделей Discovery DSC 2500, Discovery DSC 250, Discovery DSC 25 . Методика поверки»

Значения влияющих факторов:

Температура окружающей среды __ °С

Относительная влажность __ %

Атмосферное давление __ кПа

Поверка проведена с применением эталонных СИ:

Результаты внешнего осмотра: _____

Результаты опробования: _____

Подтверждение соответствия ПО, версия: _____

Таблицы результатов поверки:

| № опыта | ГСО | $T_{изм}$, °С | $T_{п.}$, °С | ΔT , °С | $H_{изм}$, кДж/кг | $H_{п.}$, кДж/кг | $\Delta H/H$, % |
|---------|-----|----------------|---------------|-----------------|--------------------|-------------------|------------------|
| 1 | In | | | | | | |
| 2 | Sn | | | | | | |
| 3 | Zn | | | | | | |

| Температура, °С | Измеренное C_p , Дж/кгК | $\Delta C/C$, % |
|-----------------|---------------------------|------------------|
| 100 | | |
| 150 | | |
| 200 | | |
| 250 | | |
| 300 | | |
| 350 | | |
| 400 | | |
| 450 | | |
| 500 | | |

| | | |
|-----|--|--|
| 550 | | |
| 600 | | |

Выводы: значения погрешности находятся в пределах, указанных в описании типа

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____