

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80

Назначение средства измерений

Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80 (далее – калориметры) предназначены для измерений количества теплоты (тепловых эффектов) различных физических, химических, биологических процессов, протекающих в изотермическом режиме, включая процессы фазовых переходов и низкоэнергетические процессы: процессы разложения веществ, процессы разряда батарей, теплогенерации живых организмов, исследования химической совместимости веществ и материалов, исследования процессов газовой адсорбции (катализа).

Описание средства измерений

Принцип действия калориметра основан на измерении тепловой мощности различных длительных процессов, протекающих в широком диапазоне температур в изотермическом режиме.

Калориметр (рис. 1) представляет собой прибор конструкции Тиана-Кальве, предназначенный для проведения микрокалориметрических измерений. Конструкция калориметра включает две экспериментальные ячейки. В первой ячейке (ячейка образца «Sample») размещается исследуемый калориметрический образец, а во вторую ячейку (ячейку сравнения «Reference») помещается инертное вещество (оксид алюминия Al_2O_3). Ячейка сравнения предназначена для устранения паразитных термических явлений, не связанных с реакцией, что обеспечивает высокую чувствительность калориметра.

Конструкция микрокалориметрического модуля (рис. 2) включает датчик теплового потока, помещенный в корпус с внутренней измерительной камерой. Датчик теплового потока представляет собой батарею термоэлектрических преобразователей (термопар), преобразующих тепловую энергию исследуемого процесса в измеряемый электрический сигнал (термоЭДС). Экспериментальная ячейка помещается в микрокалориметрический модуль по трубке ввода. Ячейка, установленная внутри модуля, плотно контактирует с датчиком теплового потока.

Микрокалориметрические модули расположены в калориметрическом блоке, представляющем собой термостат, расположенный во внутреннем резервуаре. Резервуар в сборе помещен в короб с электрическим нагревателем, подключенным к системе автоматического регулирования. Нагревательный короб содержит ряд внутренних алюминиевых коробов, изолированных друг от друга, выполняющих роль тепловых экранов. Нагревательный короб обернут толстым слоем теплоизолятора и размещен во внешнем корпусе калориметра.

Экспериментальные ячейки помещают в калориметрический блок, который нагревается до заданной (необходимой для протекания исследуемого процесса) температуры, или задается температурный профиль (временная зависимость изменения температуры) эксперимента.

При протекании исследуемого процесса в экспериментальной ячейке происходит выделение (или поглощение) энергии, сопровождающееся изменением температуры ячейки. При этом между ячейкой и калориметрическим блоком устанавливается разность температуры, и, как следствие, возникает тепловой поток. Зная теплопроводность датчика, окружающего ячейку, и измерив электрический сигнал (ЭДС) датчика, характеризующий градиент температуры между ячейкой и калориметрическим блоком, по закону Фурье можно вычислить величину теплового потока, проходящего через стенки ячейки, а зная время протекания процесса, можно вычислить и количество теплоты, переданное ячейкой калориметрическому блоку (количество теплоты исследуемого процесса).

Для определения функциональной зависимости изменения ЭДС датчика теплового потока от выделяемого (поглощаемого) в ячейке количества теплоты проводится электрическая калибровка (по закону Джоуля – Ленца), при которой в калориметр устанавливаются калибровочные ячейки с расположенными внутри них электрическими нагревателями, подключаемыми к калибровочному блоку питания.

В зависимости от вида калориметрических образцов и исследуемых процессов изготовителем предусмотрены различные типы экспериментальных ячеек.

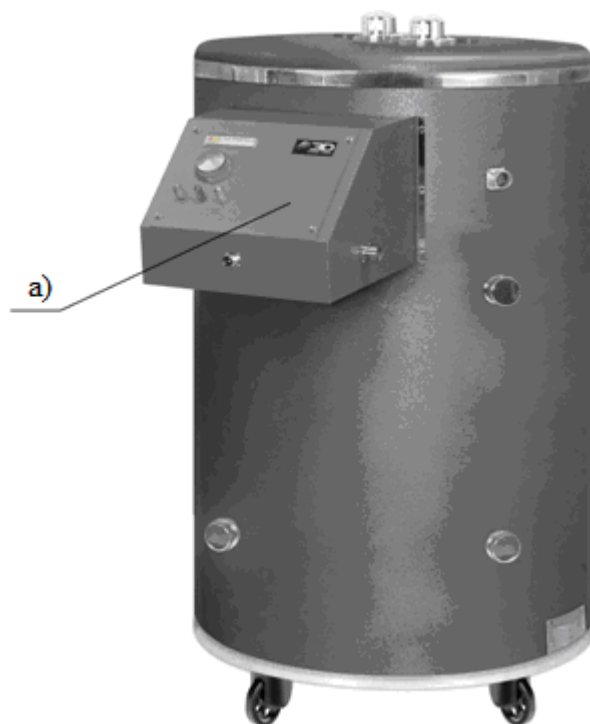


Рисунок 1 – Внешний вид калориметра
(позиция «а» обозначает место нанесения знака поверки)

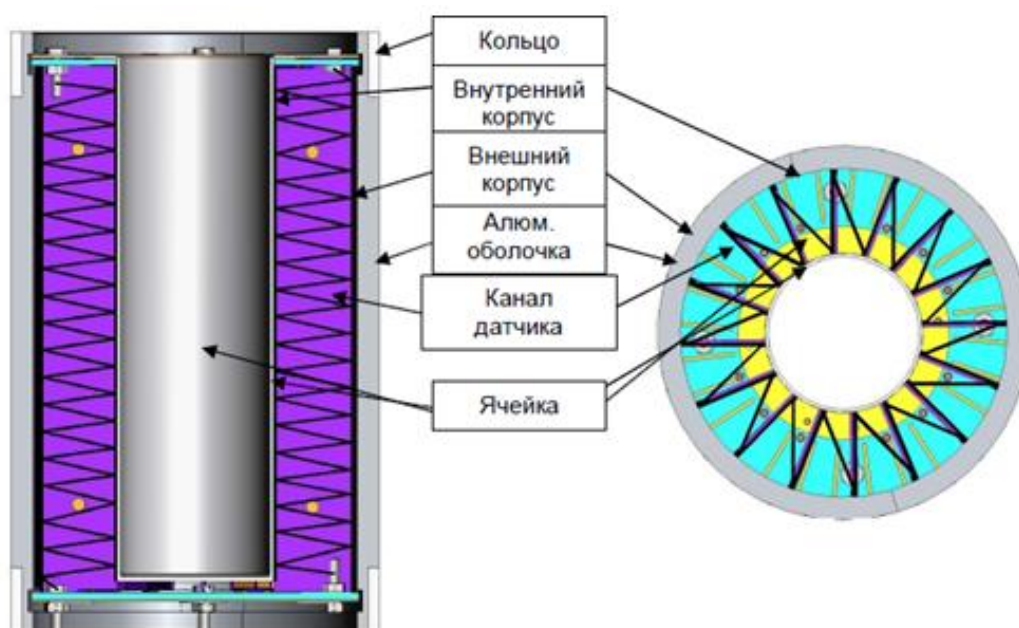


Рисунок 2 – Схема микрокалориметрического модуля калориметра

Функционирование калориметра возможно только при наличии следующих неотъемлемых частей:

- комплекта измерительных и калибровочных ячеек;
- блока питания калориметра;
- контроллера CS EVOLUTION;
- блока калибровки калориметра по Джоуль-эффекту мод. EJ3;
- персонального компьютера (рабочей станции) с программным обеспечением «CALISTO».

Программное обеспечение

Программное обеспечение калориметра теплового потока изотермического Calvet мод. MS 80 состоит из двух частей: встроенной части, размещенной на встроенных, защищенных от записи микросхемах контроллера CS EVOLUTION, и внешней части – программного обеспечения (программного комплекса) «CALISTO», работающего под управлением операционной системы персонального компьютера. Разделение ПО с выделением метрологически значимой части не предусмотрено (все ПО считается метрологически значимым).

Встроенное программное обеспечение (ПО) является неотъемлемой частью калориметра, обеспечивающей его работоспособность. Основной задачей встроенного ПО является базовое (низкоуровневое) управление режимами работы калориметра и передача измерительной информации программному комплексу «CALISTO» для ее дальнейшей обработки.

Программное обеспечение «CALISTO» разработано изготовителем для решения задач измерения количества теплоты и температуры. Программное обеспечение «CALISTO» устанавливается на персональном компьютере, связь которого с калориметром осуществляется посредством двунаправленного интерфейса Ethernet (рис. 3).

Программное обеспечение «CALISTO» выполняет функции сбора, обработки, представления, хранения и передачи измерительной информации, осуществляет непрерывный контроль параметров.

В ПО «CALISTO» предоставляется возможность программным образом осуществлять настройку калориметра, выбор режимов работы и установку параметров эксперимента, калибровку калориметра с использованием специальных калибровочных ячеек, оптимизацию параметров, управление работой, обработку выходной информации, печать и сохранение результатов анализа.

ПО «CALISTO» является комбинацией двух составляющих (модулей): «Acquisition» (сбор данных) и «Processing» (обработка). Оба модуля являются отдельными программными продуктами, однако, функционирование программного комплекса «CALISTO» возможно только при работе обоих модулей и обеспечении двустороннего обмена информацией между ними (оба модуля являются неотъемлемыми частями ПО «CALISTO»).

Модуль Acquisition:

- управляет процедурами сбора данных;
- позволяет управлять одним или несколькими калориметрами Setaram через ПК;
- отслеживает ход эксперимента, производит сохранение информации в режиме реального времени;
- предоставляет возможность изменять значения параметров в ходе эксперимента.

Модуль Processing:

- осуществляет обработку поступающих сигналов;
- осуществляет импорт файлов, сохранённых в Calisto Acquisition;
- предоставляет возможности для управления экспериментами: архивирование, восстановление, удаление результатов экспериментов.

Конструктивно калориметр имеет защиту встроенного программного обеспечения от преднамеренных или непреднамеренных изменений, реализованную изготовителем на этапе производства путем установки системы защиты микроконтроллера от чтения и записи.

Каждая копия ПО «CALISTO» может быть использована только зарегистрированным пользователем (зарегистрированной организацией), так как требует активации, которая возможна только путем ввода имени и пароля, предоставленного производителем конечному пользователю калориметра.

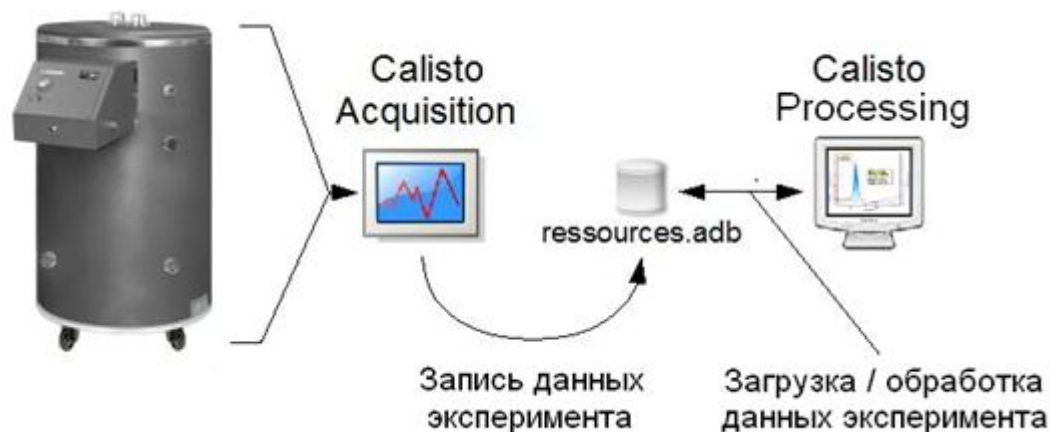


Рисунок 3 – Схема взаимодействия встроенного ПО калориметра и модулей ПО «CALISTO»

Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Идентификационные данные программного обеспечения калориметра

Идентификационные данные (признаки)	Значения		
	Встроенное ПО контроллера CS EVOLUTION	CALISTO Acquisition	CALISTO Processing
Идентификационные наименования модулей ПО	Встроенное ПО контроллера CS EVOLUTION	CALISTO Acquisition	CALISTO Processing
Номера версий модулей ПО ¹⁾	7.45	1.41	1.41
Цифровые идентификаторы (контрольные суммы) модулей ПО	недоступен ²⁾	e1d28a2863ee411e9e56fad4e2ec82f5 ³⁾	0902fcec2a300cc450d1b99743638e0 ³⁾

Примечания:

¹⁾ – Номер версии ПО не ниже указанного в таблице (кроме случаев обновления ПО, официально подтвержденного Изготовителем);

²⁾ – Контрольная сумма не может быть рассчитана, так как программирование микроконтроллера CS EVOLUTION и его защита от чтения и записи осуществляется Изготовителем на стадии изготовления калориметра. Идентификация осуществляется только по номеру версии.

³⁾ – Контрольная сумма модулей ПО рассчитана по алгоритму MD5.

Уровень защиты ПО и измерительной информации от непреднамеренных и преднамеренных изменений в соответствии с п. 4.5 документа Р 50.2.077–2014 соответствует уровню «средний».

Метрологические и технические характеристики

Метрологические и технические характеристики калориметров теплового потока изотермических Calvet MS 80 представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические и технические характеристики калориметров

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений количества теплоты физических, химических, биологических процессов (включая количество теплоты фазовых переходов), протекающих в изотермическом режиме *, Дж	от 1 до 1000, от - 1000 до - 1
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений количества теплоты исследуемого процесса, %	±1,0
Диапазон поддержания внутренней температуры калориметрического блока, °С	от (комнатной температуры +5 °С) до 200 °С
Скорость изменения температуры калориметрической ячейки, °С/ч, не более	2,0
Калориметрическая чувствительность **, мкВ/мВт, не менее	30
Уровень шума в изотермическом режиме ***, мкВт, не более	0,1
Наружный диаметр экспериментальной ячейки, мм	17
Габаритные размеры калориметрического блока, мм, не более:	
– высота	1100
– ширина	875
– глубина	691
Масса калориметрического блока, кг, не более	230
Напряжение питания переменного тока, В	220 ^{+10%} _{-15%}
Частота напряжения питания, Гц	50±1
Потребляемая мощность, В·А	650
Условия эксплуатации:	
– диапазон температуры окружающей среды, °С	от 15 до 35
– относительная влажность воздуха, %	от 10 до 60
– атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
Средний срок службы, лет, не менее	10
* – реализована возможность измерений процессов с выделением (экзотермических) и поглощением (эндотермических) энергии;	
** – отношение изменения значения сигнала датчика теплового потока [мкВ] к изменению мощности исследуемого теплового процесса [мВт];	
*** – среднее квадратическое отклонение (амплитуда) результатов измерений мощности исследуемого теплового процесса.	

Знак утверждения типа

наносится типографским способом на титульный лист Руководства по эксплуатации и на боковую поверхность корпуса калориметра в виде наклейки.

Комплектность средства измерений

Комплект поставки калориметра теплового потока изотермического Calvet мод. MS 80 определяется заказом и отражается в спецификации.

Основной комплект поставки калориметра включает:

- калориметр теплового потока изотермический Calvet мод. MS 80;
- блок питания калориметра;
- контроллер CS EVOLUTION;
- блок калибровки калориметра по Джоуль-эффекту мод. EJ3;
- комплект измерительных и калибровочных ячеек;
- персональный компьютер (рабочая станция) с установленным программным обеспечением CALISTO;
- руководство по эксплуатации;
- руководство пользователя программного обеспечения CALISTO (в 2-х частях: модули «Acquisition» и «Processing»);
- методика поверки МП 2414–0064–2016;
- комплект запасных частей и принадлежностей.

Поверка

осуществляется по документу МП 2414–0064–2016 «Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 31 мая 2016 г.

Основные средства поверки:

– средство измерений по ГОСТ 8.027–2001 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы» – вольтметр, либо мультиметр с возможностью измерений постоянного напряжения в диапазоне от 0,5 до 10 В, с пределами допускаемой относительной погрешности измерений не более $\pm 0,5 \cdot 10^{-2}$;

– средство измерений по ГОСТ Р 8.764-2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений электрического сопротивления» – мера электрического сопротивления постоянного тока P331 или P3030 (номинальное значение сопротивления 1000 Ом, класс точности не ниже 0,01).

Знак поверки наносится на лицевую поверхность коммутационной панели калориметра в виде наклейки (см. рисунок 1).

Сведения о методиках (методах) измерений

«Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80. Руководство по эксплуатации (версия 1.0)».

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к калориметрам теплового потока изотермическим Calvet мод. MS 80

Техническая документация фирмы–изготовителя.

Изготовитель

Фирма «SETARAM Instrumentation», Франция
Адрес: 7, rue de l'Oratoire, 69300 Caluire, France
Телефон: +33 (0) 472102525
Факс: +33 (0) 478286355
Адрес в Интернет: <http://www.setaram.com>
Адрес электронной почты: sales@setaram.com

Заявитель

ООО «КОМЕФ», ИНН 7709540746

Адрес: 105120, Москва, Наставнический пер., д. 6

Телефон/факс: +7 (495) 916-11-73 / 916-15-94 / 916-18-67

Адрес в Интернет: <http://www.komef.ru>

Адрес электронной почты: komef@komef.ru

Испытательный центр

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

Адрес: 190005 Санкт-Петербург, 190005, Московский пр., 19

Телефон: +7 (812) 251-76-01, факс: +7 (812) 713-01-14

Адрес в Интернет: <http://www.vniim.ru>

Адрес электронной почты: info@vniim.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № RA.RU.311541 от 01.01.2016 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

«___» _____ 2016 г.

М.п.