

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И.Ханов

8 апреля 2015 г.

**Калориметры дифференциальные сканирующие моделей DSC131 EVO, MICRO
DSC7 EVO, MICRO SC, MHTC96 EVO
фирмы «SETARAM Instrumentation», Франция**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП_2413-0035-2015**

и.р. 61275-15

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

 А.И.Походун
Ст.научный сотрудник

 В.И.Кулагин

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на калориметры дифференциальные сканирующие моделей DSC131 EVO, MICRO DSC7 EVO, MICRO SC, МНТС96 EVO, (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	+	+
Проверка электрического сопротивления изоляции	5.2	*)	*)
Опробование	5.3	+	+
Определение метрологических характеристик	5.4	+	+
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.5	+	+

*) только после ремонта

1.2. При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

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):

- галлий ГСО 2312-82; $T_{пл} = 303,1\text{К}$, $\delta_T = 0,15\text{К}$, $H_{пл} = 80,2\text{ Дж/г}$, $\delta_H = 0,30\text{ Дж/г}$

-индий ГСО 2313-82; $T_{пл} = 429,7\text{К}$, $\delta_T = 0,1\text{К}$, $H_{пл} = 28,6\text{ Дж/г}$, $\delta_H = 0,15\text{ Дж/г}$

-цинк ГСО 2315-82; $T_{пл} = 692,7\text{К}$, $\delta_T = 0,4\text{ К}$, $H_{пл} = 107,5\text{ Дж/г}$, $\delta_H = 3,2\text{ Дж/г}$

- сурьма ГСО 2316-82; $T_{пл} = 904,5\text{К}$, $\delta_T = 0,4\text{ К}$

2.1.3. Государственные стандартные образцы термодинамических свойств ГСО 149-86 – корунд и ГСО 1363-78 хлористый калий.

2.1.4. Весы аналитические с характеристиками не хуже: дискретность 0.01 мг, НПВ 20 г, 1 класс точности по ГОСТ Р53228-2008 ;

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	от 15 до 25;
относительная влажность, %	от 40 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106.
напряжение питания сети, В	230

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;

изделия, 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 (20 ± 5) °С и относительной влажности от 30 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 клавиша «on/off» и дайте прогреться прибору 45 мин;

-с помощью ПО «CALISTO» задаются начальные и конечные температуры опыта, 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

5.4.1. Абсолютную погрешность измерения температуры и относительную погрешность определения удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) галлия, индия, олова, цинка и сурьмы, а относительную погрешность измерения удельной теплоемкости – измерением удельной теплоемкости. ГСО 149-86 – корунда и ГСО 1363-78 хлористого калия.

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

а) задают начальную температуру «Start temperature» на 60 °С ниже контрольной точки температуры плавления ГСО;

б) задают конечную температуру «End temperature» на 20 °С выше контрольной точки температуры плавления ГСО;

в) задают скорость прогрева «Rate» –10 °С/мин;

г) вводят в память программы значение массы образца ГСО;

д) устанавливают в зону печи в соответствующие места чашечки с запресованными соответствующими ГСО и запускают измерение.

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

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

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

где $T_{\text{дейст}}$ – 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 и олова $N_{\text{изм}}$;

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

$$\Delta N = (N_{\text{изм}} - N_{\text{ст}}) / N_{\text{ст}} * 100\% \quad (2),$$

где

$N_{\text{ст}}$ – удельная теплота плавления ГСО, указанная в прилагаемом к нему паспорте.

5.4.4. Погрешность измерения удельной теплоемкости определяют путем сравнения измеренных значений теплоемкости ГСО 149-86 и ГСО 1363-78 с их паспортными значениями. Для этого согласно инструкции по эксплуатации в КАЛОРИМЕТР последовательно помещают взвешенные и упакованные в чашечки ГСО 149-86 и ГСО 1363-78 и проводят измерения теплоемкости с интервалом 50 К в последовательности, регламентируемой SOFT «измерение теплоемкости».

Значение относительной погрешности измерения удельной теплоемкости рассчитывают по формуле

$$\delta c = (C_{\text{изм}} - C_{\text{ст}}) / C_{\text{ст}} * 100 \quad (3),$$

где

$C_{\text{ст}}$ – удельная теплоемкость ГСО, 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 , установленных для данного прибора

5.5. Подтверждение соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации

5.5.1 При поверке калориметра проверяют соответствия ПО данному типу СИ .

Идентификационными данными является наименование ПО и номер версии.

Идентификационное наименование ПО высвечивается при включении прибора.

Название используемого ПО должно быть «CALISTO»

Номер версии высвечивается на экране монитора после нажатия клавиши «Help»

Для данных СИ номер версии должен быть не ниже «V1.38»

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

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

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

Приложение 1.

« 03 » июня 20 г.

Санкт-Петербург

Протокол поверки №000

Средство измерений калориметр дифференциальный сканирующий
 модель DSC131 EVO
 заводской № _____ 000
 принадлежащий _____

Поверка осуществлялась в соответствии с методикой поверки МП 2413-0035-2015
 «Калориметры дифференциальные сканирующие DSC фирмы «SETARAM
 Instrumentation», Франция

С применением следующих средств поверки:

ГСО №№ _____ из партии ФГУП УНИИМ _____ года, срок
 годности _____

Условия проведения поверки:

температура окружающего воздуха, °С 00;
 относительная влажность воздуха, % 00;
 атмосферное давление, кПа 000,0

1. Результаты определения абсолютной погрешности измерений температуры фазовых переходов представлены в табл. 1

Таблица 1

№ опыта	вещество	Измеренное $T_{пл}$	паспортное $T_{пл}$	ΔT
1	In		429,7	
2	In		429,7	
3	In		429,7	
5	Zn		692,6	
6	Zn		692,6	
7	Sb		904,5	
8	Sb		904,5	

Максимальное значение абсолютной погрешности _____

Установленный предел допустимой абсолютной погрешности _____

Приложение :

термограммы опытов

2. Результаты идентификации ПО

При включении прибора на экране ПС - привести высвеченное наименование ПО

После нажатия клавиши «Instrument Configuration» - привести номер версии

Вывод:

Идентификационные данные ПО соответствуют (не соответствуют) данному СИ

Прибор годен (не годен) к применению

Ф.И.О
 поверителя