

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)

Согласовано
Исполнительный директор ООО
«БАЛИТЕХ-15»



И.А. Каширская

2019 г.

Утверждаю
Директор ФГУП «УНИИМ»



В. Медведевских

2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Калориметры дифференциальные сканирующие
DSC-500B**

Методика поверки
МП 94-221-2019

Екатеринбург
2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА:** ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ:** А.Е. Тюрнина, зам.зав.лабораторией 221 ФГУП «УНИИМ»
А.М. Непомилуев, с.н.с. ФГУП «УНИИМ»
А.П. Шипицын, старший инженер ФГУП «УНИИМ»
- 3 УТВЕРЖДЕНА:** ФГУП «УНИИМ» 19.12.2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|---|
| 1 Область применения..... | 4 |
| 2 Нормативные ссылки..... | 4 |
| 3 Операции поверки..... | 4 |
| 4 Средства поверки..... | 4 |
| 5 Требования безопасности..... | 5 |
| 6 Требования к квалификации поверителя..... | 5 |
| 7 Условия поверки и подготовка к ней..... | 5 |
| 8 Проведение поверки..... | 5 |
| 9 Оформление результатов поверки..... | 7 |
| Приложение А. Форма протокола поверки | 8 |

| | |
|--|-----------------------|
| Государственная система обеспечения единства измерений Калориметры дифференциальные сканирующие DSC-500B Методика поверки | МП 94-221-2019 |
|--|-----------------------|

Введена с 19.12.2019 г.

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на калориметры дифференциальные сканирующие DSC-500B (далее – калориметры), предназначенные для измерения термодинамических характеристик (температура, удельная теплота фазовых переходов) твёрдых, порошкообразных и жидких материалов.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 "Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке" с изменениями в соответствии с Приказом Минпромторга России № 5329 от 28.12.2018 г;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок";

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия;

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции | Номер пункта методики | Проведение операции | |
|---|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | | при первичной поверке | при периодической поверке |
| Внешний осмотр | 8.1 | + | + |
| Опробование. Идентификация программного обеспечения | 8.2 | + | + |
| Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры | 8.3 | + | + |
| Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов | 8.4 | + | + |

3.2 Если при выполнении хотя бы одной из операций по 3.1 будет установлено несоответствие калориметров установленным требованиям, калориметры бракуют.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

| Номер пункта методики | Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки |
|-----------------------|--|
| 7.1 | Термогигрометр электронный «CENTER», модель 313, диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,7$ °С, диапазон измерений относительной влажности (10-100) %, абсолютная погрешность $\pm 2,5$ %. |
| 8.3 | Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2313-82/ГСО 2315-82. |
| 8.4 | Комплект СОТСФ (стандартные образцы температур и теплот фазовых переходов) утвержденного типа ГСО 2313-82/ГСО 2314-82. |
| 8.3, 8.4 | Весы лабораторные электронные MSA225S-100-DA, (0,001-200) г, класс точности 1. |

4.2 Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта.

4.3 Допускается применять другие средства измерений, которые по своим характеристикам удовлетворяют требованиям настоящей методики.

5 Требования безопасности

При проведении поверки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные в эксплуатационной документации на калориметры и средства поверки, ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности, ГОСТ Р 52931-2008 Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия.

6 Требования к квалификации поверителя

К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику, эксплуатационную документацию на калориметры и средства поверки и работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерения теплофизических величин.

7 Условия поверки и подготовка к ней

7.1 При проведении поверки соблюдают следующие нормальные условия:

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

7.2 Перед поверкой калориметры необходимо выдержать в условиях по 7.1 не менее 2 ч.

7.3 Перед проведением поверки выполняют подготовительные работы, указанные в инструкции по эксплуатации на калориметры и в эксплуатационных документах на средства поверки.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешний осмотр производят визуально. При внешнем осмотре следует:

- установить наличие эксплуатационной документации;
- установить наличие документов о результатах предыдущей поверки;
- визуально оценить внешний вид калориметра и отсутствие видимых повреждений, влияющих на работоспособность калориметра;
- убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера калориметра;
- проверить комплектность калориметра.

8.1.2 Результаты осмотра считают положительными, если калориметр, его внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, комплектность соответствует эксплуатационной документации, тип и серийный номер калориметра четко видны на маркировке, имеется в наличии эксплуатационная документация и документ о результатах предыдущей поверки.

8.1.3 Разукомплектованные, имеющие дефекты и отсутствие маркировки калориметры к дальнейшей поверке не допускаются.

8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании проверить правильность функционирования калориметра и подтвердить соответствие программного обеспечения.

8.2.2 Встроенное программное обеспечение калориметра идентифицируется через пункт меню Help/About.

Проверка идентификационных данных встроенного программного обеспечения калориметров проводится путем сравнения номера версии (идентификационного номера) ПО с номером версии, указанным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения калориметров

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|---------------|
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | не ниже v 2.7 |

8.2.3 Результаты считают положительными, если идентификационные данные программного обеспечения калориметров соответствуют приведенным в таблице 3.

8.3 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры

8.3.1 Подготовить калориметр к работе в соответствии с руководством по эксплуатации и использованию (далее – РЭ).

8.3.2 Открыть измерительное приложение в ПО калориметра, предварительно взвешенные навески ГСО поместить в тигли, которыми укомплектован калориметр и ввести значение массы навески ГСО в «The sample weight». Тигли с ГСО по одному разместить в печи согласно РЭ. Каждый ГСО отдельно нагревают дважды. Первый нагрев для равномерного распределения эталонного вещества, второй – контрольный. Провести по три измерения каждого ГСО, указанного в таблице 2. Начальную и конечную температура нагрева задать в «Add temperature» ниже 60 °С и выше 60 °С, соответственно, от точки плавления ГСО, в этом же окне задать «Heating gate» (скорость нагрева) – 10 °С/мин после чего нажать «Download temperature». Обработку кривой DSC осуществлять в соответствии с РЭ.

8.3.3 Рассчитать значение абсолютной погрешности измерения температуры (ΔT), °С по формуле

$$\Delta T = T_{\text{изм}} - T_{\text{действ}}, \quad (1)$$

где $T_{\text{действ}}$ - температура плавления ГСО 2313-82...ГСО 2315-82, указанная в паспорте на комплект СОТСФ, °С;

$T_{\text{изм}}$ - температура плавления, измеренная калориметром, °С.

8.3.4 Результаты считают положительными, если абсолютная погрешность измерений температуры находится в пределах, указанных в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики калориметров

| Наименование характеристики | Значение |
|---|--------------|
| Диапазон измерений температуры, °С | от 25 до 500 |
| Диапазон измерений удельной теплоты фазовых переходов, кДж/кг | от 25 до 500 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С | ±1,0 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов, % | ±3,0 |

8.4 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов

8.4.1 Подготовить калориметр к работе в соответствии с РЭ.

8.4.2 Провести измерения удельной теплоты фазовых переходов в соответствии с 8.3.2 для ГСО 2313-82 и ГСО 2314-82.

8.4.3 Рассчитать значение относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов (δH), %, по формуле

$$\delta H = (H_{изм} - H_{ст}) / H_{ст} \cdot 100, \quad (2)$$

где $H_{ст}$ - удельная теплота плавления ГСО, указанная в паспорте на ГСО, кДж/кг;

$H_{изм}$ - удельная теплота плавления, измеренная калориметром, кДж/кг.

8.4.4 Результаты считают положительными, если относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов находится в пределах, указанных в таблице 4.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, представленный в Приложении А, который хранят в организации, проводившей поверку.

9.2 Калориметр, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признают пригодным к применению.

9.3 При положительных результатах поверки знак поверки наносится на корпус калориметра в виде наклейки и в свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

9.4 При отрицательных результатах поверки калориметр признают непригодным к эксплуатации и оформляют извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815.

Зам.зав. лабораторией 221
ФГУП «УНИИМ»



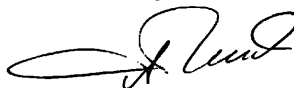
А.Е. Тюрнина

С.н.с. лаборатории 221
ФГУП «УНИИМ»



А.М. Непомилуев

Старший инженер лаборатории 221
ФГУП «УНИИМ»



А.П. Шипицын

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____

Калориметр дифференциальный сканирующий DSC-500В

Заводской номер:

Принадлежит:

Дата изготовления:

Методика поверки: МП 94-221-2019 «ГСИ. Калориметры дифференциальные сканирующие DSC-500В. Методика поверки».

Средства поверки:

Условия поверки:

Операции поверки:

А.1 Результаты внешнего осмотра:

А.2 Результаты опробования:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|----------|
| Номер версии (идентификационный номер) ПО | |

А.3 Результаты определения абсолютной погрешности измерения температуры

| № измерения | Измеряемый ГСО | Измеренное значение температуры, °С | Аттестованное значение ГСО, °С | ΔT , °С | Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С |
|-------------|----------------|-------------------------------------|--------------------------------|-----------------|--|
| | | | | | |

А.4 Результаты определения относительной погрешности измерения удельной теплоты фазовых переходов, %:

| № измерения | Измеряемый ГСО | Масса навески, мг | Измеренное значение H , кДж/кг | Аттестованное значение ГСО, кДж/кг | Относительная погрешность измерений удельной теплоты фазовых переходов, % | Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной теплоты фазовых переходов, % |
|-------------|----------------|-------------------|----------------------------------|------------------------------------|---|---|
| | | | | | | |

А.5 Дополнительная информация

Термограммы измерения температур плавления стандартных образцов приведены в приложении 1 к протоколу поверки.

Заключение по результатам поверки:

На основании положительных результатов поверки нанесен знак поверки на корпус калориметра в виде наклейки № _____ и выдано свидетельство о поверке № _____ от _____ 20__ г.

На основании отрицательных результатов поверки выдано извещение о непригодности № _____ от _____ 20__ г.

Дата поверки _____ Подпись поверителя _____

Организация, проводившая поверку _____