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»



_____ С.В. Медведевских
_____ 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Калориметры дифференциальные сканирующие DSC-500B

Методика поверки
МП 94-221-2019

Екатеринбург
2019

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА:	ФГУП Уральский научно-исследовательски 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 ±0,7 °С, диапазон измерений относительной влажности (10-100) %, абсолютная погрешность ±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 чётко 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 rate» (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 (ΔТ), °С по формуле

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

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

$T_{изм}$ - 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 (δН), %, 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-500B

Заводской номер:
Принадлежит:
Дата изготовления:
Методика поверки: МП 94-221-2019 «ГСИ. Калориметры дифференциальные сканирующие DSC-500B. 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	ΔТ, °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 Н, 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 _____

gost.e-ecolog.ru