

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



Гоголинский К.В.

«31» мая 2016 г.

Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80

Методика поверки

МП 2414-0064-2016

н.р. 65027-16

Руководитель лаборатории калориметрии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»,
к.т.н.

A blue ink signature of E.N. Korshagina.

Е.Н.Корчагина

Научный сотрудник лаборатории калориметрии
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

A blue ink signature of Y.V. Kazartsev.

Я.В.Казарцев

Санкт-Петербург

2016 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80. Методика устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

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).

Интервал между поверками 2 года.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ, ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ

2.1 В настоящей методике применены следующие нормативные ссылки:

ГОСТ 8.027–2001 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы».

ГОСТ 8.395–80 «ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования».

ГОСТ Р 8.764–2011 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений электрического сопротивления».

2.2 В настоящей методике применены следующие термины с соответствующими определениями:

Калибровочный блок модели «ЕJ3» (далее – калибровочный блок) – средство подачи электрической энергии различной мощности и длительности, которая трансформируется в тепловую энергию электрическим нагревателем калибровочной ячейки. Калибровочный блок снабжен разъемом для подключения калибровочной ячейки, а также интерфейсами управления и отображения, через которые производится задание исходных данных, вывод измеряемых параметров, технической информации, сообщений об ошибках.

Калибровочный нагреватель (нагреватель калибровочной ячейки) – электрический нагреватель, расположенный внутри калибровочной ячейки, устанавливаемой в калориметр в процессах калибровки и поверки. Калибровочный нагреватель осуществляет преобразование электрической энергии в тепловую (по закону Джоуля-Ленца). Калибровочный блок и калибровочные ячейки входят в базовый комплект поставки калориметра и являются его неотъемлемыми частями.

Поверочный кабель – многожильный электрический кабель с выводами и разъемами соответствующей распайки, реализующий схему подключения калибровочного блока, нагрузочного сопротивления и средств поверки в соответствии с электрической схемой, приведенной в Приложении А.

2.3 В настоящей методике применены следующие сокращения:

ГМС – государственная метрологическая служба;

МХ – метрологические характеристики;

ПО – программное обеспечение;

СИ – средство измерений;

РЭ – руководство по эксплуатации;

2.4 В настоящей методике использованы следующие обозначения:

P_0 – заданное значение электрической мощности, подаваемой калибровочным блоком, [мВт];

τ_{EJ3} – заданное значение времени подачи электрической мощности, [с];

U_{EJ3} – измеренная калибровочным блоком величина напряжения в электрической цепи «калибровочный блок – нагрузочное сопротивление», [В];

R_{EJ3} – измеренная калибровочным блоком величина нагрузочного сопротивления, [Ом].

P_{EJ3} – рассчитываемое по измеренным значениям U_{EJ3} и R_{EJ3} , значение электрической мощности, подаваемой калибровочным блоком [мВт];

U_{ref} – значение напряжения в электрической цепи «калибровочный блок – нагрузочное сопротивление», измеренное при помощи средства поверки (вольтметра / мультиметра) по настоящей методике, [В];

R_{ref} – действительное значение нагрузочного сопротивления, [Ом];

P_{ref} – значение электрической мощности, рассчитываемое по измеренному значению U_{ref} и известному значению R_{ref} [мВт];

Q_{ref} – расчетное значение количества электрической энергии, поданной калибровочным блоком, [Дж];

Q_{MS80} – измеренное калориметром значение поданного количества теплоты, [Дж].

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Сущность метода поверки калориметра заключается в сравнении расчетных значений поданного в калориметр количества теплоты с измеренными значениями.

Подача теплоты в калориметр производится электрическим способом, с использованием калибровочного блока и двух идентичных калибровочных ячеек, помещаемых в ячейки калориметра «Sample» и «Reference». В процессе поверки проводится имитационное выделение теплоты, аналогичное реальным исследуемым процессам.

Калибровочный блок подает электрическую энергию различной мощности и длительности, которая трансформируется в тепловую энергию при помощи нагревателя калибровочной ячейки, помещаемой в ячейку калориметра «Sample» (при отключенной ячейке «Reference»). Имитация эндотермических процессов проводится при помощи калибровочной ячейки, помещаемой в ячейку калориметра «Reference» (при отключенной ячейке «Sample»).

3.2 Для обеспечения прослеживаемости результатов измерений, получаемых с использованием калибровочного блока, к Государственным первичным эталонам в соответствии с поверочными схемами ГОСТ 8.027–2001, ГОСТ Р 8.764–2011, при поверке выполняется обязательная процедура «определение погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком».

Процедура заключается в сравнении значений электрической мощности, рассчитываемой по показаниям калибровочного блока, с реально поданной мощностью, рассчитываемой по показаниям поверенного вольтметра (мультиметра) с использованием в качестве нагрузки поверенной меры электрического сопротивления известного номинала.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки калориметра выполняются следующие операции, указанные в таблице 1 (стр. 5).

Таблица 1 – Список операций, выполняемых при проведении поверки калориметра

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке*	периодической поверке
Внешний осмотр СИ	7.1	да	да
Подтверждение соответствия ПО СИ	7.2	да	да
Определение погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком	7.3	да	да
Определение относительной погрешности калориметра и проверка диапазона измерений способом имитационного выделения/поглощения теплоты (с использованием калибровочного блока)	7.4	да	да

* – после операций ремонта или технического обслуживания калориметра, связанных с разборкой внешнего и внутренних корпусов калориметрического блока, ремонта контроллера CS Evolution и/или калибровочного блока проводится первичная поверка после ремонта

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1 Средства поверки, применяющиеся при проведении процедуры поверки калориметра, приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки калориметра

Средства поверки, их основные технические и (или) метрологические характеристики	Номер пункта МП
Средство измерений по ГОСТ 8.027–2001 – вольтметр (мультиметр) с возможностью измерений постоянного напряжения в диапазоне от 0,5 до 10 В, с пределами допускаемой относительной погрешности измерений не более $\pm 0,5 \cdot 10^{-2}$ (с дискретностью не менее 4-х разрядов в дробной части).	7.3
Средство измерений по ГОСТ Р 8.764–2011 – мера электрического сопротивления постоянного тока P331 или P3030, номинальное значение сопротивления 1000 Ом, класс точности не ниже 0,01.	

5.2 С целью контроля параметров окружающей среды (по п. 6.3) применяют измерители температуры, давления и влажности с пределами относительной погрешности не более $\pm 0,1\%$.

5.3 Средства поверки, приведенные в таблице 2 и п. 5.2, должны иметь действующие свидетельства о поверке.

6 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

6.1 Поверку калориметров может проводить сотрудник органа ГМС, юридического лица или метрологического института, аккредитованного на право поверки СИ данного типа. Проводящий поверку должен быть аттестован по специальности «Поверка и калибровка СИ», ознакомлен с РЭ поверяемого калориметра: «Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80. Руководство по эксплуатации (версия 1.0)», руководством пользователя ПО «CALISTO» а также с документом, устанавливающим общие требования к выбору нормальных условий измерений при поверке – ГОСТ 8.395–80.

6.2 Калориметр поверяют на месте его установки. Перемещение (транспортирование) калориметра для целей его поверки не допускается.

6.3 При проведении поверки калориметра должны соблюдаться условия окружающей среды и требования к электрическому питанию, указанные в таблице 3, а также условия эксплуатации применяемых средств поверки.

Таблица 3 – Условия поверки калориметра

диапазон температуры окружающей среды, °С	от 15 до 25
относительная влажность воздуха, %	от 20 до 70
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
напряжение питания переменного тока, В	$220^{+10\%}_{-15\%}$
частота напряжения питания, Гц	50 ± 1

6.4 При проведении поверки должны отсутствовать: внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность измерительной системы калориметра, нестабильность (перепады) напряжения и частоты питающей сети, превышающие пределы, установленные в таблице 3.

6.5 Не допускается попадание прямых солнечных лучей на корпус калориметрического

блока, наличие сквозняков и резких (более $\pm 1^\circ\text{C}/\text{час}$) колебаний температуры воздуха в помещении.

6.6 При выполнении операций поверки запрещается прикасаться к калориметрическому блоку, калибровочному блоку, поверочному и фирменному кабелям (за исключением моментов подключения и отключения средств поверки). Во время проведения экспериментов запрещается вносить изменения параметров работы в ПО «CALISTO» (модуль «Acquisition»), предусмотренные РЭ.

6.7 При выполнении операций поверки необходимо минимизировать присутствие поверителя и посторонних лиц в помещении с калориметром. Присутствие в помещении допускается только в моменты подготовки к поверке, при запуске калориметрического опыта, при обработке и сохранении результатов измерений, и других операциях, требующих вмешательства поверителя и/или технического персонала.

6.8 Калориметр предоставляется на поверку своевременно откалиброванным согласно требованиям его эксплуатационной документации.

6.9 Требования техники безопасности:

6.9.1 Все работы, относящиеся к поверке калориметра, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в его эксплуатационной документации, а также в документе [1].

6.9.2 При проведении поверки соблюдают правила ПОТ Р М–016–2001 РД 153–34.0–03.150–00 [2] и правила ПТЭЭП [3].

6.9.3 Электрические компоненты калориметрической установки должны быть подключены к контуру защитного заземления. Заземление должно быть выполнено в соответствии с правилами ПТЭЭП [3].

6.10 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

6.10.1 Устанавливают 2 калибровочные ячейки в соответствующие ячейки калориметра «Sample» и «Reference».

6.10.2 Производят запуск ПО «CALISTO», загрузку модулей «Acquisition» и «Processing».

6.10.3 Перед проведением поверки калориметр должен находиться в рабочем (изотермическом) режиме с внутренней температурой калориметрического блока 80°C в течение не менее 7 суток от момента его включения в электрическую сеть. Калибровочный блок и применяемые средства поверки выдерживают в рабочем состоянии в течение времени установления рабочего режима, предусмотренного их эксплуатационной документацией.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр СИ

7.1.1. При внешнем осмотре устанавливают:

- комплектность и маркировку калориметра, отвечающую требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность калориметра;
- исправность всех разъемов кабелей и сетевых выключателей калориметра;
- наличие и соответствие применяемых средств поверки требованиям, приведенным в п. 5 настоящей Методики;

7.1.2 Калориметр, забракованный при внешнем осмотре, дальнейшей поверке не подлежит.

7.2 Подтверждение соответствия идентификационных данных ПО СИ

7.2.1 Проводят идентификацию номера версии встроенного ПО контроллера CS EVOLUTION, а также номеров версий и контрольных сумм исполняемого кода модулей «Acquisition» и «Processing» программного обеспечения «CALISTO», после чего сверяют полученные значения с идентификационными данными ПО, указанными в описании типа.

7.2.2 Версия встроенного ПО контроллера CS EVOLUTION проверяется в диалоговом окне «Controller Information» модуля «Acquisition»: проверяются пункты «Controller Type» (наименование контроллера) и «Software Version». При этом питание контроллера должно быть включено.

7.2.3 Версии исполняемых файлов «Data_Acquisition.exe» и «Processing.exe», расположенных в основной директории (папке) ПО «CALISTO», могут быть проверены как стандартными средствами операционной системы Microsoft Windows – в контекстном меню «Свойства» (вкладка «Подробно»), так и непосредственно из главного меню программ по команде «? -> About».

7.2.4 Проверку контрольных сумм исполняемого кода файлов «Data_Acquisition.exe» и «Processing.exe» проводят при помощи любой программы расчета контрольных сумм, реализующей алгоритм MD5 (например, «MD5 Hasher»).

7.2.5 При несовпадении идентификационных данных ПО с данными, указанными в таблице 4, за исключением случаев обновления ПО, характеризующихся изменением (увеличением) младших номеров версий «Y» – X.Y или X.Y.Y (официально подтвержденным изготовителем), калориметр дальнейшей поверке не подлежит.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения СИ

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

7.3 Определение погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком

7.3.1 Производят подключение калибровочного блока, нагрузочного сопротивления и средств поверки с использованием поверочного кабеля в соответствии с электрической схемой, приведенной в Приложении А. При включении в сеть калибровочный блок должен издавать звуковой сигнал.

7.3.2 Устанавливают следующие параметры работы калибровочного блока:

- «PARAMETERS» → «P Limitation» = «0»;
- «PARAMETERS» → «Total Time», «EJ Time» = «350».

7.3.3 Проводится опробование. В пункте меню «PARAMETERS» → «Power» устанавливается значение подаваемой электрической мощности 100 мВт, и командой «COMMANDS» → «Start Pulse» мощность подается на подключенное нагрузочное сопротивление.

7.3.4 При правильно собранной электрической схеме используемый вольтметр (или мультиметр) начнет отображать величину падения напряжения на нагрузочном сопротивлении 1000 Ом.

7.3.5 Производят подачу мощности на нагрузочное сопротивление в течение установленного в п. 8.3.1 периода. В меню калибровочного блока проверяют параметры:

- «EJ STATUS» → «Pulse EJ on»;
- «ERROR MESSAGE» → «System O.K.».

Вывод калибровочным блоком сообщений об ошибках свидетельствует о неправильной сборке измерительной схемы.

7.3.6 Проводят серию опытов с последовательно устанавливаемыми значениями подаваемой электрической мощности согласно таблице 5.

Таблица 5 – Значения задаваемой электрической мощности в серии опытов

Опыт №	1	2	3	4	5
P_0 , мВт	100	50	20	10	2

7.3.7 В течение периода подачи электрической мощности ожидают стабилизации показаний вольтметра/мультиметра – от 120 до 300 с, и записывают в протокол поверки (Приложение Б) измеренное значение U_{ref} , а также индицируемые калибровочным блоком значения U_{EJ3} и R_{EJ3} (пункты меню «INSTANTANEOUS VALUES» → «U(t)» и «R(t)»).

Примечание: калибровочный блок имеет ограничение по дискретности всех показаний в 3 знака в дробной части, при проведении поверки все его показания следует записывать строго с дискретностью 3 знака после запятой. При использовании вольтметра/мультиметра с дискретностью более 4-х разрядов в дробной части возможна нестабильность показаний последних знаков. В этом случае записываемое значение U_{ref} следует ограничить 4-мя знаками после запятой.

7.3.8 Командой «COMMANDS» → «Stop EJ» прекращают подачу мощности, и после паузы в 1 – 2 мин, необходимой для стабилизации нулевых показаний вольтметра/мультиметра, переходят к следующему опыту.

7.3.9 Переходят к обработке полученных результатов. Электрическая мощность P_{EJ3} в каждом единичном опыте рассчитывается по измеренным значениям U_{EJ3} и R_{EJ3} :

$$P_{EJ3} = \frac{U_{EJ3}^2}{R_{EJ3}} \quad (1)$$

7.3.10 Опорное значение электрической мощности P_{ref} рассчитывается по измеренному значению U_{ref} известному значению R_{ref} :

$$P_{ref} = \frac{U_{ref}^2}{R_{ref}} \quad (2)$$

7.3.11 Погрешность задания электрической мощности калибровочным блоком – отклонение расчетного значения электрической мощности P_{EJ3} от опорного значения P_{ref} рассчитывается по формуле:

$$\delta_{EJ3} = \frac{P_{ref} - P_{EJ3}}{P_{ref}} \cdot 100\% \quad (3)$$

7.3.12 Для всех проведенных опытов проверяется условие пригодности:

$$|\delta_{EJ3}| \leq 0,3\% \quad (4)$$

7.3.13 Результаты определения погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком считаются положительными, если условие пригодности выполняется в каждом из проведенных опытов.

7.4 Определение относительной погрешности калориметра способом имитационного выделения/поглощения теплоты (с использованием калибровочного блока)

7.4.1 Подключают калибровочную ячейку, находящуюся в ячейке калориметра «Sample» к калибровочному блоку фирменным электрическим кабелем по 4-х проводной схеме. Калибровочная ячейка, находящаяся в ячейке калориметра «Reference», должна быть отключена.

7.4.2 В модуле «Acquisition» ПО «CALISTO» задают параметры проведения калориметрического опыта: название и пояснение к проводимому опыту, время проведения опыта (включая ход «базовой линии»), температуру проведения опыта, равную 80 °С, температуру безопасности, равную 100 °С.

7.4.3 Запускают процесс измерений и ожидают не менее 30 мин. при работе калориметра в изотермическом режиме для набора данных начальной «базовой линии» мощности теплового потока.

7.4.4 Задают параметры подачи электрической мощности на калибровочном блоке в соответствии с таблицей 6, и производят подачу мощности.

Таблица 6 – Параметры подачи электрической мощности в ходе проведения опытов

№№ опыта	P_0 , мВт	τ_{EJ3} , с	Q_{ref} , Дж
1,3	2	5000	± 10
2,4	100	5000	± 500

7.4.5 После завершения подачи мощности и утилизации выделившегося тепла в калориметрическом блоке ожидают не менее 30 мин. для набора данных конечной «базовой линии».

7.4.6 Проводят обработку результатов опыта в модуле «Processing» ПО «CALISTO»: проводят операции сортировки массива полученных данных, линейной аппроксимации и интегрирования измеренной кривой мощности теплового потока с целью получения количества теплоты Q_{MS80} , выделившейся в ячейке калориметра.

7.4.7 Полученные данные – измеренное калориметром количество теплоты Q_{MS80} , и параметры подачи электрической мощности (P_0 и τ_{EJ3}) калибровочным блоком вносят в протокол поверки (Приложение Б). Переходят к проведению следующего опыта в соответствии с таблицей 7. Для проведения опытов с имитационным поглощением тепла электрический кабель отключают от ячейки «Sample» и подключают ко второй калибровочной ячейке, установленной в ячейку калориметра «Reference».

Таблица 7 – Серия опытов имитационного выделения/поглощения тепла

№ опыта	Q_{ref} , Дж
1	10
2	500
3	-10
4	-500

7.4.8 Переходят к обработке полученных результатов. Расчетное значение количества поданной энергии Q_{ref} калибровочным блоком в единичном опыте принимается в качестве опорного:

$$Q_{ref} = P_0 \cdot \tau_{EJ3} \quad (5)$$

7.4.9 Для каждого опыта серии измерений рассчитывается значение погрешности калориметра δ_{MS80} – отклонение результата измерений калориметра Q_{MS80} от опорного значения Q_{ref} .

$$\delta_{MS80} = \frac{Q_{ref} - Q_{MS80}}{Q_{ref}} \cdot 100\% \quad (6)$$

7.4.10 Для всех проведенных опытов проверяется условие пригодности:

$$|\delta_{MS80}| \leq 1,0\% \quad (7)$$

7.4.11 Результаты определения относительной погрешности калориметра и проверки диапазона измерений считаются положительными, если условие пригодности выполняется в каждом из проведенных опытов.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

8.2 Положительными результатами поверки считают такие, при которых выполнены условия пригодности (4) и (7) в п.п. 7.3.12, 7.4.8.

8.3 На калориметр, признанный годным при первичной и периодической поверке, выдают свидетельство о поверке в соответствии с документом [1].

8.4 Если калориметр по результатам поверки признан непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с документом [1].

8.5 Знак поверки наносят на лицевую поверхность коммуникационной панели калориметра в виде наклейки.

Библиография

- [1] Приказ Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке.
- [2] ПОТ Р М-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (утверждены Постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 5 января 2001 г. № 3; приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 27 декабря 2000 г. № 163).
- [3] ПТТЭП Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (утверждены Приказом Министерства энергетики РФ от 13.01.2003 г. № 6).

Подключение средств поверки
при определении погрешности задания электрической мощности
калибровочным блоком

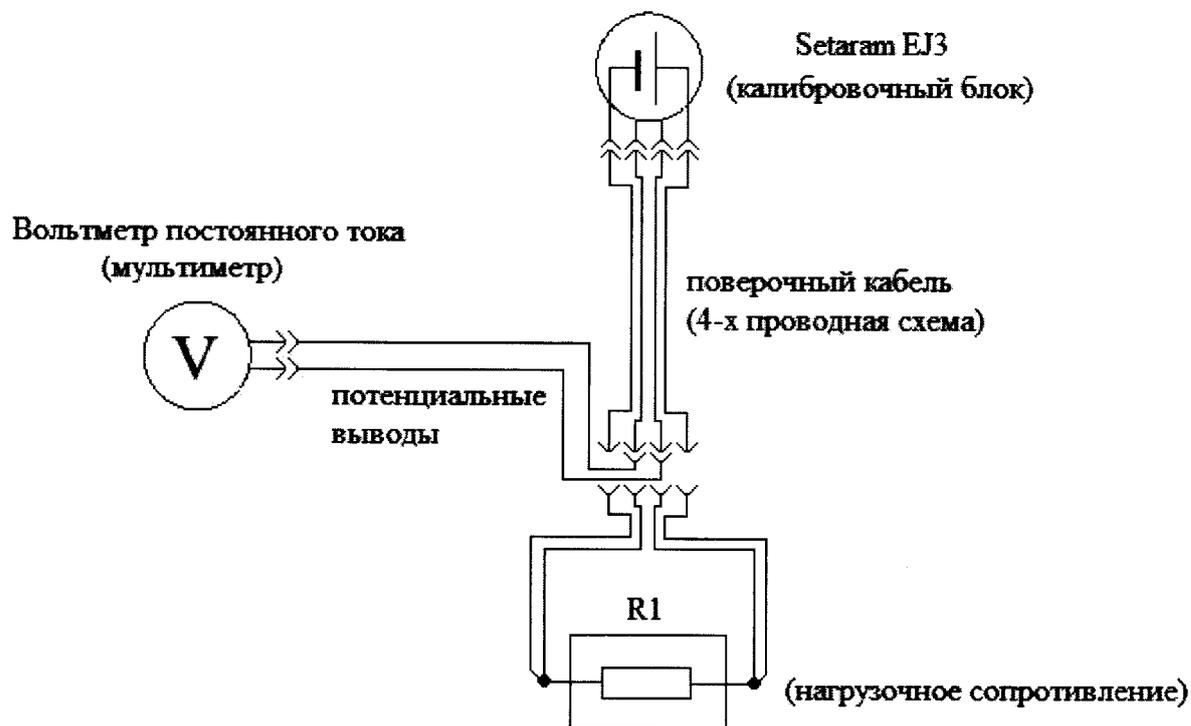


Рисунок Б.1 – Электрическая схема подключения средств поверки при определении погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком

Примечание: подключение оборудования следует производить в обесточенном состоянии.

Форма протокола поверки

Протокол поверки № _____

Поверка проведена в соответствии с нормативным документом МП 2414–0064–2016 «Калориметры теплового потока изотермические Calvet мод. MS 80. Методика поверки».

А.1 Средство измерений (СИ) – калориметр теплового потока изотермический Calvet мод. MS 80, зав. № _____, принадлежащий _____, ИНН _____.

А.2 Средства поверки:

А.2.1 Средство измерений постоянного напряжения (вольтметр/мультиметр)

<наименование, модель>, зав. № _____,
<свидетельство о поверке № _____, выдано _____>,
<дата очередной поверки _____. _____.20 ____ г.>.

А.2.2 Мера электрического сопротивления постоянного тока

<наименование, модель>, зав. № _____,
<свидетельство о поверке № _____, выдано _____>,
<дата очередной поверки _____. _____.20 ____ г.>.

А.3 Условия окружающей среды:

- температура, °С _____
- атмосферное давление, Па _____
- относительная влажность, % _____

А.4 Результаты поверки:

А.4.1 Результаты внешнего осмотра: _____.

А.4.2 Подтверждение соответствия ПО: _____.

А.4.3 Определение относительной погрешности задания электрической мощности калибровочным блоком:

P_0 , мВт	U_{EJ3} , В	R_{EJ3} , Ом	P_{EJ3} , мВт	U_{ref} , В	R_{ref} , Ом	P_{ref} , мВт	δ_{EJ3} , %	$\delta_{норм.}$, %	Условие пригодности
100								0,3	<выполнено>
50							<...>		
20							<...>		
10							<...>		
2							<...>		