

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Калориметры  
дифференциальные сканирующие  
моделей DSC4000, DSC6000, DSC8000, DSC8500  
фирмы " PerkinElmer, Inc.", США

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 2413-0042-2016

*п.р. 65206-17*

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И. Менделеева»

*А.И. Походун*  
А.И. Походун  
Ст. научный сотрудник  
*В.И. Кулагин*  
В.И. Кулагин

Санкт-Петербург  
2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на калориметры дифференциальные сканирующие моделей DSC4000, DSC6000, DSC8000, DSC8500, изготовленные фирмой "PerkinElmer, Inc.", США (далее калориметры) 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	+	+
Опробование	5.3	+	+
Проверка электрического сопротивления изоляции	5.2	+ *)	-
Определение метрологических характеристик калориметра	5.4	+	+
Проверка соответствия ПО поверяемому СИ	5.5	+	+

\*) - только после ремонта, связанного с полной сборкой/разборкой калориметра

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):

-индий ГСО 2313-82;  $T_{пл} = 429,85\text{K}$   $\delta_T = 0,1\text{K}$ ,  $H_{пл} = 28,58\text{ Дж/г}$   $\delta_H = 0,15\text{ Дж/г}$

-олово ГСО 2314-82,  $T_{пл} = 505,20$   $\delta_T = 0,12\text{K}$ ,  $H_{пл} = 59,92\text{ Дж/г}$   $\delta_H = 0,25\text{ Дж/г}$

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

2.1.3. Весы неавтоматического действия с характеристиками не хуже: дискретность 0,01мг,  $M_{ax} = 20\text{г}$ , 2 класс точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

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  
напряжение питания сети, В

от 84 до 106.  
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;
- наличие на калориметре знаков утверждения типа.

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  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  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 “Pyris Thermal Manager ” 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 теплофизических свойств.

5.4.1. Абсолютную погрешность измерения температуры и относительную погрешность определения удельной теплоты определяют в точках фазовых переходов (плавления) галлия, индия, олова, и цинка.

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 ( $\Delta_T$ ) 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 галлия, индия и олова  $N_{\text{изм}}$ ;

в) значение относительной погрешности измерения удельной теплоты  $\Delta N$  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. Каждое из полученных значений абсолютной погрешности измерения температуры и относительной погрешности измерения удельной теплоты не должны превышать пределов допустимых погрешностей, установленных в описании типа данного прибора.

#### 5.5. Подтверждение соответствия ПО указанному в эксплуатационной документации

5.5.1 При поверке calorimetра 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 «PYRIS»

Номер версии автономного(внешнего) ПО высвечивается на экране монитора после нажатия клавиши «Help»

Для данных СИ номер версии должен быть не ниже «V11.0»

Идентификация версии внутреннего ПО осуществляется из раздела Pyris Config через команду Edit после нажатия кнопки Firmware Version при подключенном calorimetре.

Для данного СИ номер версии должен быть не ниже «V1.0.0.»

## **6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

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

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

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

6.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Форма протокола поверки

Протокол  
первичной/периодической поверки №\_\_ от \_\_\_\_\_

Средство измерения калориметр дифференциальный сканирующий  
модель , № в Фед.инф.фонде  
заводской № \_\_\_\_\_  
принадлежащий \_\_\_\_\_

Поверка осуществляется в соответствии с МП 2413-0042-2016 «Калориметры дифференциальные сканирующие моделей DSC4000, DSC6000, DSC8000, DSC8500 фирмы " PerkinElmer, Inc.", США

Условия проведения поверки:

Сведения о средствах поверки:

Результаты поверки:

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_
3. Результаты подтверждения соответствия применяемого ПО \_\_\_\_\_
4. Результаты определения метрологических характеристик

Таблица 1

№ опыта	Измеряем. ГСО	Измеренное $T_{пл}$	Номинальное $T_{пл}$	$\Delta T, ^\circ C$
1	In			
2	Zn			
3	Ga			

№ опыта	Измеряем. ГСО	Измеренное $H_{пл}$	Номинальное $H_{пл}$	$\Delta H/H, \%$
1	In			
2	Zn			
3	Ga			

Значение погрешности

Предел допустимой абсолютной погрешности

Приложение :

термограммы опытов

Прибор годен (не годен)к применению