

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор ООО «КИА»

В.Н. Викулин



«28» сентября 2016 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Установки для измерения напряжения и тока
в электрохимических ячейках PARSTAT 4000+**

**Методика поверки
PARSTAT-МП-2016**

**г. Москва
2016**

Настоящая методика поверки распространяется на установки для измерения напряжения и тока в электрохимических ячейках PARSTAT 4000+ (далее – установки), изготавливаемые компанией “Advanced Measurement Technology, Inc., Scientific Instruments / Princeton Applied Research”, США, и устанавливает методы и средства их поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр и подготовка к поверке	6	да	да
Опробование (идентификация и диагностика)	7.2	да	да
Определение метрологических характеристик	7.3	да	да
Определение погрешности воспроизведения и измерения напряжения	7.3.1	да	да
Определение погрешности воспроизведения и измерения силы тока	7.3.2	да	да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

2.2 Вместо указанных в таблице 2 средств поверки разрешается применять другие аналогичные средства поверки, обеспечивающие требуемые технические характеристики.

2.3 Применяемые средства поверки должны быть исправны, поверены, и иметь документы о поверке.

Таблица 2 – Средства поверки

№	Наименование средства поверки	Номер пункта методики	Рекомендуемый тип средства поверки
1	Измеритель постоянного напряжения и силы тока	7.3.1 7.3.2	Мультиметр Agilent 3458A, Госреестр № 25900-03
2	Катушка сопротивления 0.01 Ω	7.3.2	Мера электрического сопротивления универсальная однозначная МС 3080М, Госреестр № 61295-150; номинал 0.01 Ω

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица с высшим или среднетехническим образованием, и имеющие практический опыт в области электрических измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.3.019-80 и требования, изложенные в разделе 2 инструкции по эксплуатации установки.

4.2 Во избежание несчастного случая и для предупреждения повреждения установки необходимо обеспечить выполнение следующих требований:

- подсоединение установки к сети должно производиться с помощью сетевого кабеля из комплекта прибора;
- заземление установки и средств поверки должно производиться посредством заземляющего провода сетевого кабеля;
- запрещается работать с установкой при снятых крышках или панелях;
- запрещается работать с установкой в условиях температуры и влажности, выходящих за пределы рабочего диапазона, а также при наличии в воздухе взрывоопасных веществ;
- запрещается работать с установкой в случае обнаружения ее повреждения.

5 УСЛОВИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха (23 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106.7 кПа.

6 ВНЕШНИЙ ОСМОТР И ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра проверяются:

- чистота и исправность разъемов, отсутствие механических повреждений корпуса и ослабления крепления элементов установки;
- комплектность установки.

6.1.2 При наличии дефектов или повреждений, препятствующих нормальной эксплуатации установки, ее направляют в ремонт.

6.2 Подготовка к поверке

6.2.1 Перед началом работы поверитель должен изучить руководство по эксплуатации установки, а также руководства по эксплуатации применяемых средств поверки.

6.2.2 Соединить установку с компьютером кабелем USB из комплекта установки. Кабелем из комплекта установки подсоединить ее к сети 220 V; 50 Hz.

Подключить разъем D измерительного кабеля к разъему на передней панели установки и зафиксировать его предусмотренными для этого по бокам разъема винтами.

6.2.3 Включить питание установки.

6.2.4 Выполнить установку программы VersaStudio на компьютер.

6.2.5 Перед началом выполнения операций по определению метрологических характеристик установка и мультиметр должны быть выдержаны во включенном состоянии в соответствии с указаниями руководств по эксплуатации. Минимальное время прогрева установки 30 min.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Общие указания по проведению поверки

В процессе выполнения операций результаты измерений заносятся в протокол поверки. Полученные результаты должны укладываться в пределы допускаемых значений, которые указаны в таблицах настоящего раздела документа. При получении отрицательных результатов по какой-либо операции необходимо повторить операцию. При повторном отрицательном результате прибор следует направить в сервисный центр для проведения регулировки и/или ремонта.

7.2 Опробование (идентификация и диагностика)

7.2.1 Идентификация

В главном меню программы, показанном на рисунке 1, выбрать **Help, About**. Записать индицируемый номер версии программного обеспечения в таблицу 7.2.

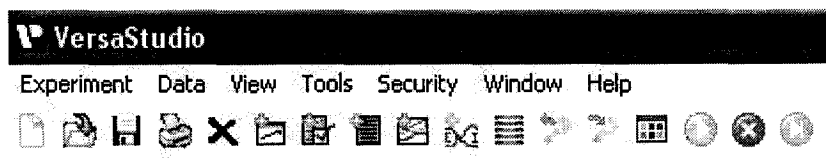


Рисунок 1 – Главное меню VersaStudio

7.2.2 Диагностика

7.2.1 В главном меню программы выбрать **Tools, Virtual Potentiostat**. При этом появится окно, показанное на рисунке 2.

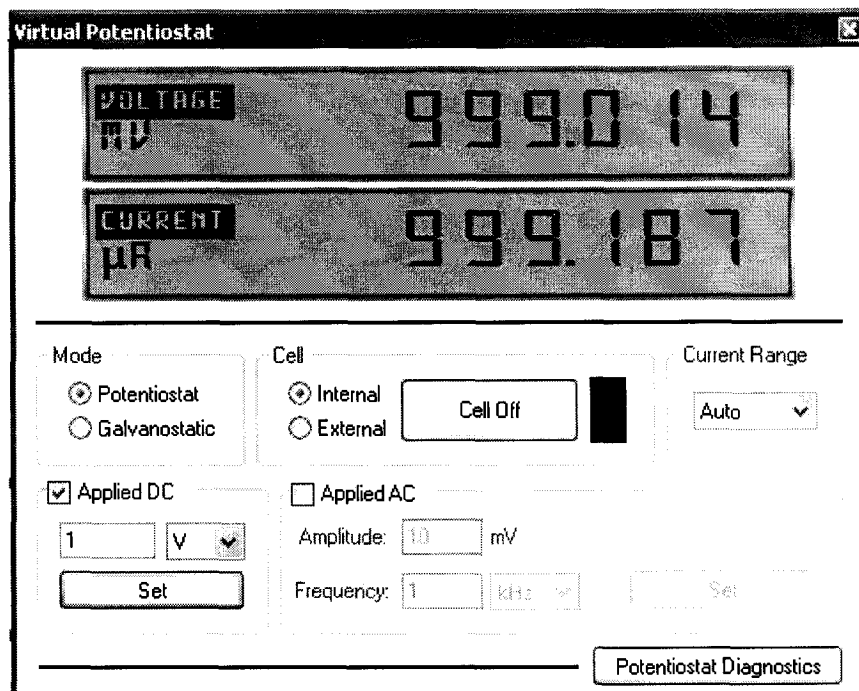


Рисунок 2 – Окно Virtual Potentiostat

7.2.2 Кликнуть **Potentiostat Diagnostics, Perform Self Check** (игнорируя “0.0V Aux Out”). Дождаться завершения диагностики, записать результат проверки в таблицу 7.2.

Таблица 7.2.1 – Опробование

Содержание проверки	Результат проверки	Критерий проверки
Проверка идентификации		Номер версии программы VersaStudio 2.44.4 и выше
Диагностика (Self Check)		Отсутствие сообщений об ошибках

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение погрешности воспроизведения и измерения напряжения

7.3.1.1 Установить мультиметр в режим измерения постоянного напряжения с автоматическим выбором предела измерения.

7.3.1.2 Выполнить соединения измерительного кабеля установки с гнездами мультиметра и резистором нагрузки следующим образом.

Присоединить наконечники кабеля:

- «зеленый» и «серый» к гнезду “INPUT HI” мультиметра;
- «красный» и «белый» к гнезду “INPUT LO” мультиметра.

Присоединить резистор нагрузки с сопротивлением ($1 \text{ k}\Omega \pm 10 \%$) параллельно входу “INPUT” мультиметра.

7.3.1.3 В окне **Virtual Potentiostat** (рисунок 2) выбрать **Potentiostat, Applied DC, Cell External, Cell On**.

7.3.1.4 Устанавливать значения напряжения, указанные в столбце 1 таблицы 7.3.1.

После ввода нового значения нажимать клавишу **Set**.

Записывать измеренные мультиметром значения напряжения в столбец 2 таблицы 7.3.1, измеренные установкой значения напряжения (отсчеты на дисплее “VOLTAGE”) в столбец 4 таблицы 7.3.1.

7.3.1.5 Установить значение напряжения 0 mV , нажать **Cell On**.

7.3.1.6 Вычислить значения абсолютной погрешности измерения напряжения

$$\Delta U = (U_M - U_0).$$

Записать значения абсолютной погрешности в столбец 5 таблицы 7.3.1.

Таблица 7.3.1 – Погрешность установки и измерения напряжения

Установленное значение напряжения	Измеренное мультиметром значение напряжения U_0	Пределы допускаемых значений воспроизведения напряжения	Измеренное установкой значение напряжения U_M	Абсолютная погрешность измерения напряжения $(U_M - U_0)$	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения напряжения
1	2	3	4	5	6
10 mV		8.990 ... 11.010			± 1.01
100 mV		98.90 ... 101.10			± 1.10
1 V		0.9980 ... 1.0020			± 0.002
10 V		9.999 ... 10.011			± 0.011

7.3.2 Определение погрешности воспроизведения и измерения силы тока

7.3.2.1 Для измерения силы тока до 200 мА установить мультиметр в режим измерения постоянного тока с автоматическим выбором предела измерения.

7.3.2.2 Выполнить соединения измерительного кабеля установки с гнездами мультиметра следующим образом.

Присоединить концы кабеля:

- «зеленый» и «серый» к гнезду “INPUT I” мультиметра;
- «красный» и «белый» к гнезду “INPUT LO” мультиметра.

7.3.2.3 В окне **Virtual Potentiostat** (рисунок 1) выбрать **Galvanostat, Applied DC, Cell External, Cell On**.

7.3.2.4 Устанавливать значения силы тока от 200 нА до 20 мА, указанные в столбце 1 таблицы 7.3.2.

После ввода нового значения нажимать клавишу **Set**.

Записывать измеренные мультиметром значения силы тока (знак будет отрицательным) в столбец 2 таблицы 7.3.2, измеренные установкой значения силы тока (отсчеты на дисплее “CURRENT”) в столбец 4 таблицы 7.3.2.

7.3.2.5 Закрывать панель **Virtual Potentiostat**.

В главном меню программы (рисунок 1) выбрать **Experiment, New**.

При этом появится окно **Select An Action**, показанное на рисунке 3.

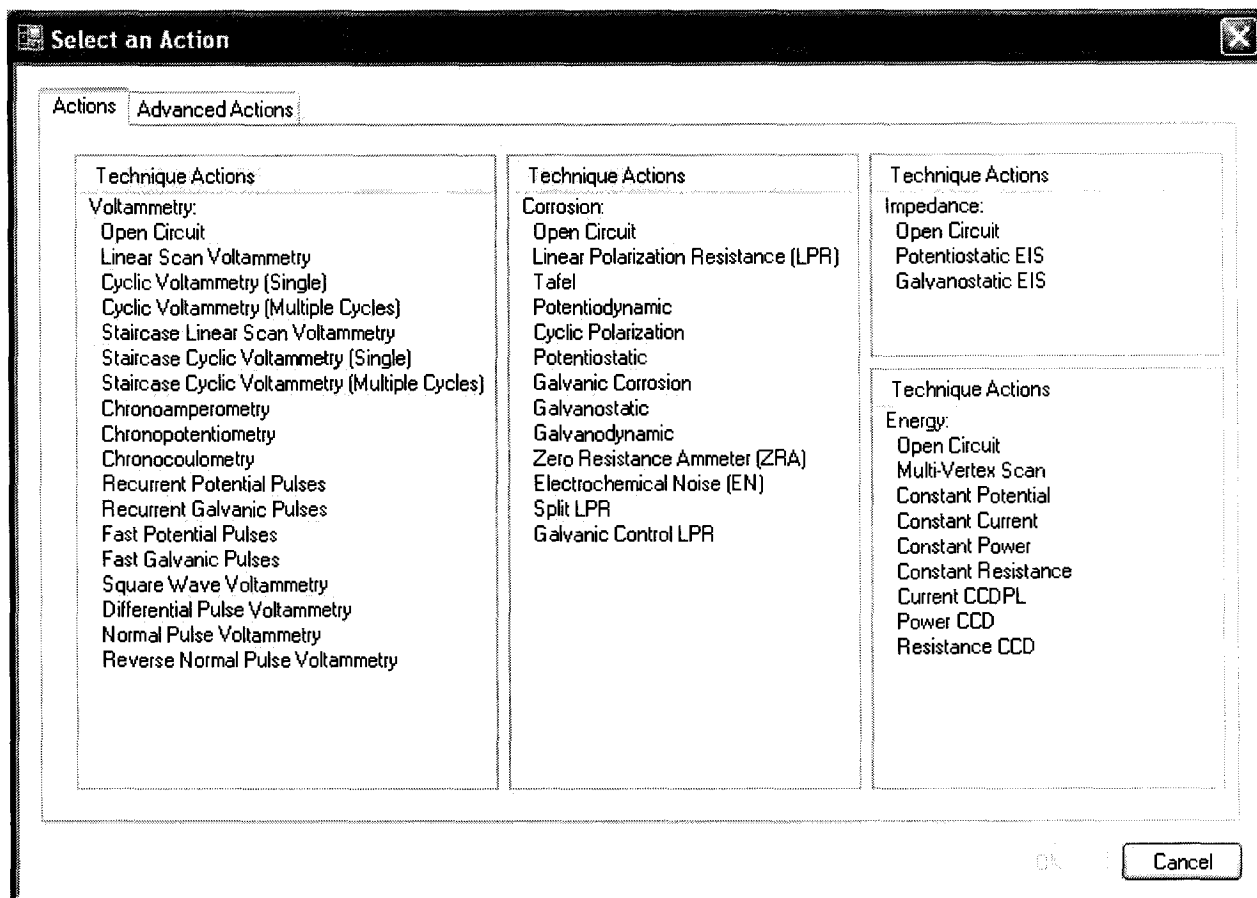


Рисунок 3 – Окно Select An Action

7.3.2.6 Выбрать **Corrosion, Galvanostatic**, подтвердить выбор клавишей **OK**.

Ввести название файла, в котором будут сохранены собранные данные, нажать **OK (Save)**. Появится окно **Experiment Properties**.

7.3.2.7 В окне **Experiment Properties** сделать установки:

- Cell in Use External, Time per Point 1 s, Duration (s) 10
- Current 200 mA;

7.3.2.8 Нажать клавишу **Run** (зеленого цвета).

Записать измеренное мультиметром значение силы тока (знак будет отрицательным) в столбец 2 таблицы 7.3.2, измеренное установкой значение силы тока (отсчет среднего значения в правой части окна) в столбец 4 таблицы 7.3.2.

7.3.2.9 Установить значение силы тока 0 mA, нажать клавишу **Run**.

7.3.2.10 Отсоединить наконечники кабеля от мультиметра.

Таблица 7.3.2 – Погрешность установки и измерения силы тока

Установленное значение силы тока	Измеренное мультиметром значение силы тока I_0	Пределы допускаемых значений воспроизведения силы тока	Измеренное установкой значение силы тока I_M	Абсолютная погрешность измерения силы тока $(I_M - I_0)$	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения силы тока
1	2	3	4	5	6
200 nA		198.6 ... 201.4			± 1.4
2 μ A		1.986 ... 2.014			± 0.014
20 μ A		19.86 ... 20.14			± 0.14
200 μ A		198.6 ... 201.4			± 1.4
2 mA		1.986 ... 2.014			± 0.014
20 mA		19.86 ... 20.14			± 0.14
200 mA		198.6 ... 201.4			± 1.4
1 A		0.993 ... 1.007			± 0.007

7.3.2.11 Перевести мультиметр в режим измерения постоянного напряжения с автоматическим выбором предела измерения.

7.3.2.12 Выполнить соединения измерительного кабеля установки с гнездами мультиметра и клеммами меры сопротивления 0.01 Ω следующим образом.

Присоединить наконечники кабеля:

- «зеленый» и «серый» к клемме “I1” меры сопротивления;
- «красный» и «белый» к клемме “I2” меры сопротивления.

Соединить клемму “U1” меры сопротивления с гнездом “INPUT HI” мультиметра; клемму “U2” меры сопротивления с гнездом “INPUT LO” мультиметра.

7.3.2.13 В окне **Experiment Properties** установить силу тока 1 A.

7.3.2.14 Рассчитать измеренное значение силы тока $I_0 = U/R$, где U – отсчет напряжения на мультиметре, R – номинальное значение меры сопротивления. Записать данное значение I_0 в столбец 2 таблицы 7.3.2.

Записать измеренное установкой значение силы тока I_M (отсчет среднего значения в правой части окна) в столбец 4 таблицы 7.3.2.

7.3.2.15. Установить значение силы тока 0 A, нажать клавишу **Run**.

7.3.2.16 Вычислить значения абсолютной погрешности измерения силы тока $\Delta I = (I_M - I_0)$.

Записать значения абсолютной погрешности в столбец 5 таблицы 7.3.2.

7.3.2.17 Закрывать программу VersaStudio.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Протокол поверки

8.1.1 При выполнении операций поверки оформляется протокол в произвольной форме с указанием следующих сведений:

- полное наименование аккредитованной на право поверки организации;
- номер и дата протокола поверки
- наименование и обозначение поверенного средства измерения, установленные опции;
- заводской (серийный) номер;
- обозначение документа, по которому выполнена поверка;
- наименования, обозначения и заводские (серийные) номера использованных при поверке средств измерений, сведения об их последней поверке;
- температура и влажность в помещении;
- полученные значения метрологических характеристик;
- фамилия лица, проводившего поверку.

8.1.2 При положительных результатах поверки допускается протокол поверки не оформлять, а результаты поверки привести на оборотной стороне свидетельства о поверке по форме раздела «Метрологические и технические характеристики» описания типа или по форме таблиц раздела 7.3 настоящей методики поверки.


8.2 Свидетельство о поверке

При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке и наносится знак поверки в виде наклейки в соответствии с Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

8.3 Извещение о непригодности

При отрицательных результатах поверки, выявленных при внешнем осмотре, опробовании, или выполнении операций поверки, выдается извещение о непригодности в соответствии с Приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.

Главный метролог ООО «КИА»


В.В. Супрунюк

Заместитель генерального директора
по метрологии ЗАО «АКТИ-Мастер»


Д.Р. Васильев