

Федеральное бюджетное учреждение «Государственный региональный
центр стандартизации, метрологии и испытаний
в г. Санкт-Петербурге, Ленинградской и Новгородской областях,
Республики Карелия»
(ФБУ «Тест-С.-Петербург»)

СОГЛАСОВАНО:
Генеральный директор
ООО «ОмЛиберСайнс»

_____ Д.В. Жужельский
«__» февраля 2024 г.

УТВЕРЖДЕНО:
Заместитель генерального директора
ФБУ «Тест-С.-Петербург»

_____ Р.В. Павлов
«__» февраля 2024 г.

МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ

Потенциостаты-гальваностаты серии CS

МК 432-146-2024

Разработчик: ФБУ «Тест-С.-Петербург»
Количество страниц: _____

г. Санкт-Петербург
2024 г.

Содержание

Вводная часть	3
Нормативные ссылки.....	3
Определения	3
Технические требования	3
Требования к квалификации калибровщиков	4
Требования к обеспечению безопасности	4
Подготовка к процедуре калибровки	4
Процедура калибровки	5
Обработка результатов измерений.....	7
Оформление результатов калибровки	9
Приложение А – Рекомендуемая форма протокола калибровки	10

Вводная часть

Настоящая методика разработана в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.879-2014 и распространяется на потенциостаты-гальваностаты серии CS (далее по тексту – CS) и устанавливает методы и средства их калибровки. Перечень моделей, в которых выпускается CS: CS120M, CS150M, CS300M, CS310M, CS350M.

Области применения CS:

- 1) Электрохимическое растворение и осаждение;
- 2) Электрохимический анализ;
- 3) Изучение коррозии металлов в воде, бетоне, почве и т.д.;
- 4) Быстрая оценка эффективности ингибитора коррозии, стабилизатора воды, покрытия и катодной защиты;
- 5) Оценка характеристик энергетических материалов (литий-ионные аккумуляторы, солнечные элементы, топливные элементы, суперконденсаторы), современные функциональные материалы, фотоэлектронные материалы.

Рекомендуемый интервал между калибровками – 1 год.

1 Нормативные ссылки

ГОСТ Р 8.879-2014 «ГСИ. Методики калибровки средств измерений. Общие требования к содержанию и изложению»;

ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»;

ГОСТ 34100.3-2017 «Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения»;

ГОСТ 12.3.019-80 «Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности».

2 Определения

В настоящей методике калибровки применяются следующие термины с соответствующими определениями:

калибровка средств измерений: Совокупность операций, выполняемых в целях определения действительных значений метрологических характеристик средств измерений.

методика калибровки средств измерений: Документ, регламентирующий процедуру калибровки средств измерений.

неопределенность измерений: Неотрицательный параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

сертификат калибровки: Документ, удостоверяющий факт и результаты калибровки средства измерений, который выдается организацией, осуществляющей калибровку.

3 Технические требования

3.1 Требования к неопределенностям измерений

По требованию заказчика может быть проведена оценка неопределенности результатов измерений. Оценку проводят с учетом рекомендаций, основанных на положениях ГОСТ 34100.3-2017.

Расширенная неопределенность может быть рассчитана согласно разделу 8 настоящей методики.

3.2 Требования к средствам калибровки и вспомогательному оборудованию

3.2.1 При проведении калибровки применяют следующие средства калибровки:

Таблица 1 – Средства калибровки

Перечень рекомендуемых основных и вспомогательных средств калибровки	Метрологические характеристики
Пикоамперметр Keithley 6485, рег. № 41659-09	от 20 нА до 20 мА, ПГ ± (0,1-0,3) %
Вольтметр универсальный цифровой GDM-78261, рег. № 52669-13	от 20 мА до 2 А, ПГ ± (0,15-0,5) %; от 0 до 10 В, ПГ ± (0,0047-0,074) %
Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13	от минус 10 °С до плюс 60 °С, ПГ ± 0,4 °С; от 10 % до 95 %, ПГ ± 3,0 %; от 300 до 1200 гПа, ПГ ± 5 гПа

3.2.2 Все средства измерений, применяемые при калибровке, должны иметь актуальные сведения о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений и/или сертификаты о калибровке и/или свидетельства об аттестации эталона.

3.2.3 Допускается при проведении калибровки использовать другие средства калибровки, обеспечивающие определение необходимых параметров с требуемой точностью.

3.2.4 Допускается проводить калибровку в точках и диапазонах, указанных в заявке на калибровку и определяемых заказчиком.

3.3 Требования к условиям проведения калибровки

При проведении калибровки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды от 18 °С до 22 °С;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,0 кПа.

4 Требования к квалификации калибровщиков

К проведению калибровки допускаются лица, имеющие право проведения калибровки средств измерений, изучившие эксплуатационные документы на калибруемые средства измерений, средства калибровки и настоящую методику, а также прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5 Требования по обеспечению безопасности

При проведении калибровки необходимо соблюдать требования безопасности, установленные ГОСТ 12.3.019-80 «Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности», «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии». Также должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на калибруемые средства измерений и применяемые средства калибровки.

6 Подготовка к процедуре калибровки

Перед проведением калибровки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- изучить эксплуатационную документацию на калибруемый CS и на применяемые средства калибровки;
- выдержать CS в условиях окружающей среды, указанных в п. 3.3, не менее 2 ч, если он находился в климатических условиях, отличающихся от указанных в п. 3.3 и подготовить его к работе

в соответствии с эксплуатационной документацией;

- подготовить к работе средства калибровки в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации;
- провести контроль условий калибровки на соответствие требованиям, указанным в пункте 3.3 с помощью оборудования, указанного в таблице 1.

7 Процедура калибровки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида CS описанию и изображению, приведенному в руководстве пользователя;
- соответствие комплектности CS прилагаемой документации;
- отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения калибровки или результаты калибровки.

7.2 Опробование

Опробование CS проводить в следующей последовательности:

- включить CS и подключить его к персональному компьютеру согласно эксплуатационной документации;
- установить минимальное значение напряжения постоянного тока заявленных диапазонов и убедиться, что напряжение на выходе близко к установленному значению;
- установить максимальное значение напряжения постоянного тока заявленных диапазонов и убедиться, что напряжение на выходе близко к установленному значению;
- установить минимальное значение силы постоянного тока заявленных диапазонов и убедиться, что сила тока на выходе близка к установленному значению;
- установить максимальное значение силы постоянного тока заявленных диапазонов и убедиться, что сила тока на выходе близка к установленному значению.

CS допускается к дальнейшей калибровке, если при опробовании выполняются все вышеуказанные требования.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 нА до 20 мА

Определение абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 нА до 20 мА калибруемого CS проводить при помощи пикоамперметра Keithley 6485 в следующей последовательности:

- 1) собрать схему, приведенную на рисунке 1;



Рисунок 1 – Структурная схема определения абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 нА до 20 мА

- 2) включить CS и средства калибровки согласно их эксплуатационной документации;
- 3) последовательно воспроизвести с CS пять значений силы постоянного тока, соответствующих (0-5) %, (20-30) %, (45-55) %, (70-80) %, (95-100) % поддиапазона от 20 до 200 нА;
- 4) измерить пикоамперметром Keithley 6485 значения силы постоянного тока для каждого воспроизводимого сигнала;

- 5) определить абсолютную погрешность воспроизведения силы постоянного тока по формуле (1);
- б) повторить п.п. 1)-4) для поддиапазонов:
 - от 200 нА до 2 мкА;
 - от 2 до 20 мкА;
 - от 20 до 200 мкА;
 - от 200 мкА до 2 мА;
 - от 2 до 20 мА.
- 7) в каждой точке выполнить не менее 5 измерений.

7.3.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 мА до 2 А

Определение абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 мА до 2 А калибруемого CS проводить при помощи вольтметра универсального цифрового GDM-78261 в следующей последовательности:

- 1) собрать схему, приведенную на рисунке 2;

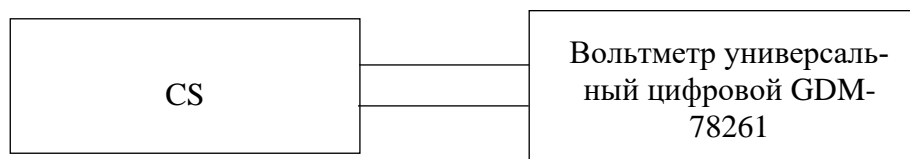


Рисунок 2 – Структурная схема определения абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока в диапазоне от 20 мА до 2 А и абсолютной погрешности воспроизведения напряжения постоянного тока

- 2) включить CS и средства калибровки согласно их ЭД;
- 3) последовательно воспроизвести с CS пять значений силы постоянного тока, соответствующих (0-5) %, (20-30) %, (45-55) %, (70-80) %, (95-100) % поддиапазона от 20 до 200 мА;
- 4) измерить вольтметром универсальным цифровым GDM-78261 значения силы постоянного тока для каждого воспроизводимого сигнала;
- 5) определить абсолютную погрешность воспроизведения силы постоянного тока по формуле (1);
- б) повторить п.п. 1)-5) для поддиапазона от 200 мА до 2 А;
- 7) в каждой точке выполнить не менее 5 измерений.

7.3.3 Определение абсолютной погрешности воспроизведения напряжения постоянного тока

Определение абсолютной погрешности воспроизведения напряжения постоянного тока калибруемого CS проводить при помощи вольтметра универсального цифрового GDM-78261 в следующей последовательности:

- 1) собрать схему, приведенную на рисунке 2;
- 2) включить CS и средства калибровки согласно их ЭД;
- 3) последовательно воспроизвести с CS пять значений напряжения постоянного тока, соответствующих (0-5) %, (20-30) %, (45-55) %, (70-80) %, (95-100) % поддиапазона от 0 до $\pm 2,5$ В;
- 4) измерить вольтметром универсальным цифровым GDM-78261 значения напряжения постоянного тока для каждого воспроизводимого сигнала;
- 5) определить абсолютную основную погрешность воспроизведения напряжения постоянного тока по формуле (1);
- б) повторить п.п. 1)-5) для поддиапазонов:
 - от $\pm 2,5$ до ± 5 В;
 - от ± 5 до ± 10 В.
- 7) в каждой точке выполнить не менее 5 измерений.

8 Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений и расчет неопределенности (при необходимости) проводят в следующей последовательности:

8.1 Отклонение показаний CS от показаний эталона при воспроизведении силы и напряжения постоянного тока в каждой калибруемой точке, вычисляют по формуле:

$$\Delta(X) = X_x - X_{эт}, \quad (1)$$

где X_x – значение силы (напряжения) постоянного тока, воспроизводимое калибруемым CS, нА (мкА, mA, A, B);

$X_{эт}$ – значение силы (напряжения) постоянного тока, измеряемое эталонным средством измерений, нА (мкА, mA, A, B).

8.2 Выявление и анализ факторов, влияющих на результаты измерений

Для выявления и анализа факторов, влияющих на результаты измерений, составляется математическая модель:

$$\Delta(X) = X_{изм} - (X_{эт} + \Delta(X_{эт}) + \Delta d_{эт}), \quad (2)$$

где $X_{изм}$ – значение силы постоянного тока (напряжения постоянного тока), воспроизводимое калибруемым CS, нА (мкА, mA, A, B);

$\Delta(X_{эт})$ – поправка на погрешность (неопределенность) эталона в калибруемой точке;

$\Delta d_{эт}$ – поправка на дискретность отсчета эталонного средства измерений.

Величина $X_{эт}$ непосредственно измеряется при калибровке, поэтому ее значение и стандартная неопределенность определяются путем статистической обработки полученных при измерении данных.

8.3 Оценка значений $X_{эт}$ производится путем определения среднего арифметического результатов измерений

$$\overline{X_{эт}} = \frac{\sum_{i=1}^n X_{эти}}{n}, \quad (3)$$

где $X_{эти}$ – значение силы (напряжения) постоянного тока, измеренное эталонным средством измерений, нА (мкА, mA, A, B);

n – количество измерений.

Стандартная неопределенность $u_A(\overline{X_{эт}})$ находится как стандартное отклонение среднего результатов измерений:

$$u_A(\overline{X_{эт}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_{эти} - \overline{X_{эт}})^2}{n(n-1)}}, \quad (4)$$

Оценкой значения $X_{изм}$ является значение силы (напряжения) постоянного тока, установленное на калибруемом CS.

Оценка входной величины $\Delta(X_{эт}) = 0$.

Стандартная неопределенность, связанная с погрешностью эталона, оцениваемая по типу B, в предположении о равномерном законе распределения:

$$u_{B(\Delta(X_{эт}))} = \frac{\Delta_{эт}}{\sqrt{3}}, \text{ нА (мкА, mA, A, B)} \quad (5)$$

или

$$u_{B(\Delta(X_{\text{эт}}))} = \frac{U_{\text{эт}}}{k_{\text{эт}}}, \quad (6)$$

где $\Delta_{\text{эт}}$ – предел допускаемой погрешности эталонного средства измерений, нА (мкА, mA, A, В);
 $U_{\text{эт}}$ – расширенная неопределенность эталонного средства измерений, указанная в сертификате калибровки, нА (мкА, mA, A, В);
 $k_{\text{эт}}$ – коэффициент охвата эталонного средства измерений, указанный в сертификате калибровки.

Оценка входной величины $\Delta d_{\text{эт}} = 0$.

Интервал, в котором находится оценка входной величины, определяется как половина единицы последнего разряда снимаемых показаний:

$$d_{\text{эт}} = \pm \frac{E_{\text{эт}}}{2}, \quad (7)$$

где $E_{\text{эт}}$ – единица последнего разряда снимаемых показаний, нА (мкА, mA, A, В).

Стандартная неопределенность, связанная с дискретностью, оцениваемая по типу В, в предположении равномерного закона распределения, выражается в виде:

$$u_B(\Delta_{d_{\text{эт}}}) = \frac{d_{\text{эт}}}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

8.4 Оценка числового значения измеряемой величины

Для определения числового значения измеряемой величины $\Delta(X)$, подставляют полученные числовые значения входных величин в выражение (9).

$$\Delta(X) = X_{\text{изм}} - \overline{X_{\text{эт}}} \quad (9)$$

8.5 Вычисление вкладов неопределенностей входных величин в неопределенность измеряемой величины. Определение коэффициентов чувствительности

Коэффициенты чувствительности находят как частные производные выходной величины по каждой из входных величин:

$$c(\overline{X_{\text{эт}}}) = c(d_{\text{эт}}) = c(\Delta_{(X_{\text{эт}})}) = -1 \quad (10)$$

Вклады неопределенности входных величин равны стандартным неопределенностям этих величин с учетом знака.

8.6 Вычисление суммарной стандартной неопределенности

Суммарная стандартная неопределенность при единичных коэффициентах чувствительности определяется:

$$u_c(\Delta(X)) = \sqrt{u_A^2(\overline{X_{\text{эт}}}) + u_B^2(\Delta_{d_{\text{эт}}}) + u_B^2(\Delta_{(X_{\text{эт}})})}, \quad (11)$$

8.7 Определение расширенной неопределенности

Расширенная неопределенность результата измерений рассчитывается путем умножения суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$ при доверительной вероятности $P = 0,95$, при допущении нормального распределения.

$$U(\Delta(X)) = k \cdot u_c(\Delta(X)), \quad (12)$$

8.9 Запись результата измерения с учетом неопределенности

Результат измерения с учетом неопределенности записывается в виде:

$$\Delta(X) = \left(\Delta(X) \pm U(\Delta(X)) \right), \quad (13)$$

9 Оформление результатов калибровки

Результаты калибровки заносят в протокол, рекомендуемая форма которого приведена в приложении А. По результатам калибровки оформляют сертификат калибровки в соответствии с действующим Руководством по качеству.

Приложение А
Рекомендуемая форма протокола калибровки

ПРОТОКОЛ КАЛИБРОВКИ № _____ от _____
(число, месяц, год)

Наименование и модель (модификация) СИ	
Заводской номер СИ	
Изготовитель СИ	
Год выпуска СИ	
Наименование документа, на основании которого выполнена калибровка	
Владелец СИ	
Номер счета	
Условия проведения калибровки:	
температура окружающего воздуха, °С	
относительная влажность воздуха, %	
атмосферное давление, кПа	
Средства калибровки	

Результаты калибровки:

- 1 Внешний осмотр
- 2 Опробование
- 3 Определение метрологических характеристик.
- 3.1 Определение абсолютной погрешности воспроизведения силы постоянного тока

Таблица 1 – Результаты измерений силы постоянного тока

Предел измерения	Точка калибровки (заданное значение CS, нА, (мкА, mA, A))	Показания эталона, нА, (мкА, mA, A)	Среднее значение по эталонному СИ, нА, (мкА, mA, A)	Абсолютная погрешность, нА, (мкА, mA, A)

- 3.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения напряжения постоянного тока

Таблица 2 – Результаты измерений напряжения постоянного тока

Предел измерения	Точка калибровки (заданное значение CS, В)	Показания эталона, В	Среднее значение по эталонному СИ, В	Абсолютная погрешность, В

- 3.3 Бюджет неопределенности измерения

Таблица 3 – Бюджет неопределенности измерения

Предел измерения	Калибруемая точка	Входная величина	Оценка входной величины	Стандартная неопределенность	Тип оценивания	Коэффициент чувствительности	Вклад в суммарную стандартную неопределенность

- 3.4 Расширенная неопределенность измерения

$$U(\Delta_{(X)}) = k \cdot u_c(\Delta_{(X)}), \text{ нА (мкА, mA, A, B)}$$

- 3.5 Результат калибровки

$$\Delta(X) = (\Delta(X) \pm U(\Delta_{(X)})), \text{ нА (мкА, mA, A, B)}$$

Лицо, выполнившее калибровку _____

(подпись)

_____ И.О. Фамилия

Страница __ из __
протокол № _____ от _____