

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И
МЕТРОЛОГИИ



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ» –

С.В. Медведевских

11 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
ПОТЕНЦИОСТАТЫ-ИНТЕГРАТОРЫ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЕ
ПИК-100

Методика поверки
МП 23-223-2018

Екатеринбург

2018

1 РАЗРАБОТАНА

**ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)**

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Зыскин В.М. Ст. научный сотрудник лаб. 223 ФГУП «УНИИМ»

Собина А.В. Зав. лабораторией 223 ФГУП «УНИИМ»

Содержание

1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Операции поверки	5
4 Средства поверки	6
5 Требования к квалификации поверителей	6
6 Требования безопасности	6
7 Условия поверки	6
8 Подготовка к поверке	7
9 Проведение поверки	7
9.1 Внешний осмотр, проверка комплектности	7
9.2 Опробование	7
9.3 Определение метрологических характеристик	8
9.3.1 Определение действительного значения встроенного прецизионного резистора для градуировки.	8
9.3.2 Определение абсолютной погрешности установки потенциала рабочего электрода	8
9.3.3 Определение абсолютной погрешности поддержания установленного потенциала рабочего электрода	9
9.3.4 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности градуировочного коэффициента	9
9.3.5 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала	10
9.3.6 Определение абсолютной погрешности потенциостата-интегратора при измерении массовой доли компонента	10
10 Оформление результатов поверки	12
ПРИЛОЖЕНИЕ А Эталоны, СО и вспомогательные средства, применяемые при проведении поверки	13
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Схема установки для опробования потенциостата и определения метрологических характеристик по 9.3.2 - 9.3.4, 9.3.6	14
ПРИЛОЖЕНИЕ В Схема установки для проверки пределов выходного напряжения и выходного тока потенциостата по 9.2.4	15
ПРИЛОЖЕНИЕ Г Схема установки для определения СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала по 9.3.5	16
ПРИЛОЖЕНИЕ Д Форма протокола поверки	17

Государственная система обеспечения единства измерений Потенциостаты-интеграторы кулонометрические ПИК-100 Методика поверки	МП 23-223-2018
--	-----------------------

Дата введения 2018-

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на потенциостаты-интеграторы кулонометрические ПИК-100, модификаций ПИК-100 и ПИК-100М (далее – потенциостаты-интеграторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической в процессе эксплуатации.

Потенциостаты-интеграторы кулонометрические предназначены для измерения массовой доли компонента в металлах, сплавах и химических соединениях методом кулонометрии с контролируемым потенциалом.

Потенциостаты-интеграторы обеспечивают проведение предэлектролиза, электролиза холостого раствора и электролиза раствора с пробой с контролируемым потенциалом рабочего электрода, а также градуировку по электрическим эталонам; измеряют количество электричества, затраченного на электролиз.

Область применения потенциостатов-интеграторов – металлургическая, химическая, атомная промышленность, лаборатории научно-исследовательских институтов.

Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

«Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 24 июля 2013 г. № 328н.

«Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 г. № 116.

«Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015.

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1	2	3	4
Внешний осмотр, проверка комплектности	9.1	Да	Да
Опробование	9.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик:	9.3	Да	Да
Определение действительного значения встроенного прецизионного резистора для градуировки	9.3.1	Да	Да
Определение абсолютной погрешности установки потенциала рабочего электрода	9.3.2	Да	Да
Определение абсолютной погрешности поддержания установленного потенциала рабочего электрода	9.3.3	Да	Да
Определение среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей относительной погрешности градуировочного коэффициента	9.3.4	Да	Да
Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала	9.3.5	Да	Да
Определение абсолютной погрешности потенциостата - интегратора при измерении массовой доли основного компонента	9.3.6	Да	Да

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки должны применяться эталоны, стандартные образцы и вспомогательное оборудование, указанные в приложении А настоящей методики поверки.

4.2 Все используемые эталоны должны иметь действующие свидетельства об аттестации, средства измерений (СИ), входящие в состав эталона – действующие свидетельства о поверке.

4.3 При проведении поверки допускается использование других эталонов и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

5 Требования к квалификации поверителей

К поверке допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование, опыт поверки потенциостатов-интеграторов или физико-химических средств измерений, работающие в организации, аккредитованной на право поверки средств измерений, изучившие настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации 02566751.414315.002 РЭ (далее РЭ) и правила техники безопасности по работе с потенциостатом-интегратором ПИК-100.

6 Требования безопасности

6.1. Требования безопасности должны соответствовать положениям, изложенным в руководстве по эксплуатации на потенциостат-интегратор.

6.2. При проведении поверки необходимо соблюдать «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» и приказ Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 24 июля 2013 г. № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

6.3. При работе с газами в баллонах под давлением должны соблюдаться Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 г. № 116.

6.4. При проведении поверки не допускается сброс газов из баллонов под давлением в воздух рабочего помещения.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия эксплуатации потенциостата-интегратора:

- температура окружающего воздуха, °С	от +18 до +28;
- изменение температуры при проведении поверки, °С	±1;
- относительная влажность воздуха при +25°С, %	от 20 до 70;
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7;
- напряжение источника питания переменного тока, В	от 198 до 242;
- частота источника питания переменного тока, Гц	от 49 до 51;

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки необходимо изучить раздел 2 РЭ и настоящую методику поверки.

8.2 Перед проведением операций поверки необходимо провести следующие подготовительные работы:

- подготовить средства измерений, вспомогательное оборудование, указанные в приложении А настоящей методики поверки, в соответствии с РЭ;
- подготовить потенциостат-интегратор к работе по 2.1, 2.2 РЭ.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

При проведении внешнего осмотра необходимо установить соответствие поверяемого потенциостата-интегратора следующим требованиям:

- комплектность потенциостата-интегратора должна соответствовать подразделу 1.3 РЭ;
- заводской номер потенциостата-интегратора должен соответствовать номеру, указанному в его паспорте;
- должны отсутствовать механические повреждения органов управления и корпуса потенциостата-интегратора, которые могут влиять на его работоспособность;
- коммутационные элементы (переключатели, разъёмы) должны быть исправны и не загрязнены;
- штатные кабели не должны иметь повреждений.

9.2 Опробование

При опробовании в режиме «Тест» программы CPCLab должны быть проверены функции счёта, задания потенциалов, развертки потенциала, пределы выходного напряжения и выходного тока потенциостата-интегратора. Опробование проводят по схеме, приведённой в приложении Б. Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●●».

9.2.1 Проверка счёта

В окне «Счет» задают время интегрирования 10 с.

Включают тумблер «Счет». Наблюдают в окне « ΔN » показания числа импульсов за одну секунду; в окне « t » – отсчет заданного времени, по истечении которого счет прекращается и фиксируется сумма импульсов в окне « N ».

9.2.2 Проверка задания потенциала

В окне «Коррекция потенциала» устанавливают коэффициенты: $a = 1$, $b = 0$. В окне «Потенциал» задают значение 100 мВ и нажимают кнопку «Установить». Включают тумблер «Работа». Наблюдают на мультиметре показание, которое не должно отличаться от заданного более на $\pm 2,5$ мВ. Проверяют установление потенциала минус 100 мВ. После проверок выключают тумблер «Работа» и нажимают кнопку «Сброс» в окне «Потенциал».

9.2.3 Проверка развертки потенциала

В окне «Развертка потенциала» задают $U_n = -100$ мВ (начальный потенциал), $U_k = 100$ мВ (конечный потенциал), время развёртки потенциала 10 с.

Нажимают кнопку «Пуск» в указанном окне; наблюдают изменение потенциала от U_n до U_k в графическом окне.

После проверки нажимают кнопку «Стоп» в окне «Развертка потенциала».

9.2.4 Проверка пределов выходного напряжения и выходного тока потенциостата-интегратора

Проверку пределов выходного напряжения и выходного тока проводят по схеме, приведённой в приложении В. Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●», подключают к потенциостату-интегратору сервисный адаптер (АС) для перекоммутации выходного сигнала на измерительный кабель.

Проверку проводят в режиме «Тест» программы CPCLab. В окне «Потенциал» задают значение + 2100 мВ и включают тумблер «Работа».

Измеряют мультиметром на терминале «Front» выходное напряжение потенциостата-интегратора, а на терминале «Rear» – выходной ток. Производят сброс потенциала, нажимая кнопку «Сброс» в окне «Потенциал». Устанавливают значение потенциала минус 2100 мВ; включают тумблер «Работа». Измеряют отрицательные выходные напряжение и ток потенциостата-интегратора. Производят «Сброс».

ВНИМАНИЕ: ДЛИТЕЛЬНОСТЬ ВКЛЮЧЕНИЯ ЭКВИВАЛЕНТА ЯЧЕЙКИ НЕ ДОЛЖНА ПРЕВЫШАТЬ ОДНОЙ МИНУТЫ!

ОБНУЛЯЙТЕ ЗАДАЮЩИЙ ПОТЕНЦИАЛ ПРИ ЗАВЕРШЕНИИ ПРОВЕРКИ!

Предельные значения выходного напряжения по модулю должны составлять не менее 30 В, а выходного тока по модулю – не менее 0,5 А.

9.3 Определение метрологических характеристик

Схемы подключения мультиметра, частотомера и сервисного модуля МС-09 для определения метрологических характеристик потенциостата-интегратора приведены в приложениях Б, В и Г.

9.3.1 Определение действительного значения встроенного прецизионного резистора для градуировки.

Проводят измерение действительного значения прецизионного резистора для градуировки на компараторе-калибраторе универсальном КМ300КТ с применением рабочего эталона единицы электрического сопротивления 3 разряда в диапазоне от 0,001 до 100000 Ом. Измеренное значение заносят в паспорт на потенциостат-интегратор. Измеренное значение сопротивления вносят в строки $R_{эт}$ в программах CPCLab и CPCLabTest.

9.3.2 Определение абсолютной погрешности установки потенциала рабочего электрода

Перед началом проверки проводят коррекцию потенциала по 2.4.2 руководства пользователя программного обеспечения CPCLab.

Определение абсолютной погрешности установки потенциала рабочего электрода проводят по схеме, приведённой в приложении Б. Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●●». Проверку проводят в режиме «Тест» программы CPCLab.

В окне «Потенциал» задают поочередно значения $U_{зад.i}$: ± 10 ; ± 50 ; ± 100 ; ± 500 ; ± 1000 ; ± 1500 ; ± 2000 В; ± 2500 В; ± 2900 мВ. Каждый раз после задания нового значения включают тумблер «Работа», измеряют цифровым мультиметром Agilent 34401А напряжение $U_{раб.i}$ на МС-09, затем производят сброс кнопкой «Сброс» на панели «Тест».

Абсолютную погрешность установки потенциала рабочего электрода вычисляют по формуле

$$\Delta y_i = | U_{зад.i} | - | U_{раб.i} |, \quad (1)$$

где: Δy_i – абсолютная погрешность установки потенциала в i -точке, мВ;

$U_{зад.i}$ – заданное значение потенциала в i -точке, мВ;

$U_{раб.i}$ – напряжение на эквиваленте рабочего электрода в i -точке, мВ.

Результаты измерений заносят в соответствующую таблицу протокола поверки, приведённого в приложении Д.

Потенциостат-интегратор считают выдержавшим операцию поверки по 9.3.2, если значения Δu_i находятся в интервале $\pm 0,5$ мВ.

9.3.3 Определение абсолютной погрешности поддержания установленного потенциала рабочего электрода

Определение абсолютной погрешности поддержания установленного потенциала рабочего электрода проводят по схеме, приведённой в приложении Б. Проверку проводят в режиме «Тест» программы CPCLab.

Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●●». В окне «Потенциал» задают значение 2000 мВ; включают тумблер «Работа». Измеряют мультиметром напряжение $U_{\text{раб. «●●»}}$ на МС-09 (выходной ток потенциостата при этом составит около 2 мА). Переключают на МС-09 тумблер «Ячейка» в позицию «●»; измеряют мультиметром $U_{\text{раб. «●»}}$ (выходной ток потенциостата при этом составит около 0,5 А). Повторяют указанные операции для значения потенциала минус 2000 мВ.

Выключают тумблер «Работа», сбрасывают потенциал в окне «Потенциал».

ВНИМАНИЕ: ДЛИТЕЛЬНОСТЬ ВКЛЮЧЕНИЯ ЭКВИВАЛЕНТА ЯЧЕЙКИ НЕ ДОЛЖНА ПРЕВЫШАТЬ ОДНОЙ МИНУТЫ!

СБРАСЫВАЙТЕ ЗАДАЮЩИЙ ПОТЕНЦИАЛ ПРИ ЗАВЕРШЕНИИ ПРОВЕРКИ!

Абсолютную погрешность поддержания установленного потенциала рабочего электрода вычисляют по формуле

$$\Delta \Pi_i = | U_{\text{раб. «●●»}} | - | U_{\text{раб. «●»}} |, \quad (2)$$

где: $\Delta \Pi_i$ – абсолютная погрешность поддержания установленного потенциала рабочего электрода в i -точке, мВ;

$U_{\text{раб. «●●»}}$ – напряжение на эквиваленте рабочего электрода в i -точке для тока 2 мА, мВ;

$U_{\text{раб. «●»}}$ – напряжение на эквиваленте рабочего электрода в i -точке для тока 0,5 А, мВ.

Результаты измерений заносят в соответствующую таблицу протокола поверки, приведённого в приложении Д.

Потенциостат-интегратор считают выдержавшим операцию поверки по 9.3.3, если значения $\Delta \Pi_i$ находятся в интервале $\pm 0,2$ мВ.

9.3.4 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности градуировочного коэффициента

Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности градуировочного коэффициента проводят по схеме, приведенной в приложении Б.

Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●●». Проверку проводят в режиме «Градуировка» программы CPCLab в соответствии с 3.2 Руководства пользователя по программному обеспечению CPCLab.

Задают $T_{\text{зм}} = 300$ с, количество циклов $k = 10$, $R_{\text{зм}} = 20$ Ом, вид электролиза – «окисление» и «восстановление». Нажимают кнопку «Пуск». Программа выполняет по десять измерений градуировочного коэффициента для реакций окисления и восстановления. Общее время измерений составляет 200 минут.

По окончании работы программы формируется таблица результатов измерений. Наблюдают значения $\bar{\alpha}_{\text{ср.}}$, $\sigma(\bar{\alpha})$, S_r . Указанные значения рассчитываются по формулам:

$$\sigma(\bar{\alpha}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{9}}, \quad (3)$$

где: $\sigma(\bar{\alpha})$ – СКО случайной составляющей абсолютной погрешности градуировочного коэффициента α_i , мкКл/имп;
 $\bar{\alpha}$ – среднее значение градуировочного коэффициента, мкКл/имп;

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} \alpha_i, \quad (4)$$

$$S_r = \frac{\sigma(\bar{\alpha})}{\bar{\alpha}} \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где S_r – СКО случайной составляющей относительной погрешности градуировочного коэффициента α_i , %.

Потенциостат-интегратор считают выдержавшим операцию поверки по 9.3.4, если значение S_r не превышает 0,005 %.

9.3.5 Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала

Определение СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала проводят по схеме, приведенной в приложении Г. Устанавливают на модуле МС-09 тумблер «Ячейка» в положение «●●». Проверку проводят в режиме приложения CPCLabTest в соответствии с п. 2.4.1 руководства пользователя.

На закладке «Поверка $t_{\text{факт}}$ » по умолчанию установлен список: 100, 300, 600, 750 1000 с, количество параллельных измерений $n = 3$. После пуска программы автоматически выполняются измерения фактического времени $t_{\text{факт}}$ по списку, рассчитываются средние значения, значения СКО, относительного СКО (%) и формируется таблица в соответствии с приложением Д.

Потенциостат-интегратор считают выдержавшим операцию поверки по 9.3.5, если значения относительного СКО $t_{\text{факт}}$ во всех точках не превышают 0,0005%.

9.3.6 Определение абсолютной погрешности потенциостата-интегратора при измерении массовой доли компонента.

Определение абсолютной погрешности потенциостата-интегратора проводят по методике, приведенной в руководстве по эксплуатации (приложение Л) в режиме «Электролиз» программы CPCLab, по результатам не менее 4 измерений, с использованием стандартного образца (СО) состава железа высокой чистоты (ГСО 10816-2016).

9.3.6.1 Определение случайной составляющей абсолютной погрешности измерений массовой доли основного компонента в СО состава железа высокой чистоты.

Выполняют n ($n \geq 4$) измерений массовой доли основного компонента в СО. По результатам n измерений рассчитывают СКО результата измерений ($\bar{A}$) по формуле

$$S_{\bar{A}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}, \quad (6)$$

где A_i – i результат измерений массовой доли основного компонента в СО, %;

$$\bar{A} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n A_i, \quad (7)$$

Доверительные границы ε (без учета знака) случайной составляющей погрешности результата измерений вычисляют по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{A}}, \quad (8)$$

где t – коэффициент Стьюдента ($t = 3,182$ для $n = 4$ и $P = 0,95$).

9.3.6.2 Определение систематической составляющей абсолютной погрешности (Δ_c) измерений массовой доли основного компонента в СО состава железа высокой чистоты.

Систематическую погрешность измерений вычисляют по формуле

$$\Delta_c = |\bar{A} - A_{att.}|, \quad (9)$$

где $A_{att.}$ – аттестованное значение массовой доли основного компонента в СО состава железа высокой чистоты, %.

9.3.6.3 Определение доверительных границ абсолютной погрешности измерений массовой доли основного компонента в СО состава железа высокой чистоты

Доверительные границы абсолютной погрешности измеряемой величины (Δ) вычисляют в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 по формуле

$$\Delta = K \cdot S_{\Sigma}, \quad (10)$$

где K – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

S_{Σ} – оценка суммарного СКО результата измерений, %.

Оценку суммарного СКО измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\bar{A}}^2 + S_{\Delta_c}^2}, \quad (11)$$

где S_{Δ_c} – оценка СКО систематической составляющей погрешности, %

Оценку S_{Δ_c} рассчитывают по формуле

$$S_{\Delta_c} = \sqrt{\frac{\Delta_c^2}{3}}. \quad (12)$$

Коэффициент K для подстановки в формулу (10) вычисляют по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \Delta_c}{S_{\bar{A}} + S_{\Delta_c}}. \quad (13)$$

Аналогичным образом проводят определение абсолютной погрешности потенциостата-интегратора при измерении контрольного раствора ионов железа (III) с массовой долей 1 %, приготовленного с использованием СО состава железа высокой чистоты ГСО 10816-2016 в соответствии с методикой, приведенной в приложении Л руководства по эксплуатации.

Потенциостат-интегратор считают выдержавшим операцию поверки по 9.3.6, если значение абсолютной погрешности при измерении массовой доли компонента в СО состава железа высокой чистоты и в контрольном растворе ионов железа (III) с массовой долей 1 % находится в интервале: $\pm 0,1$ %.

Результаты измерений заносят в таблицу протокола поверки в приложении Д.

10 Оформление результатов поверки

10.1 При проведении поверки ведется запись результатов в протокол поверки по форме, рекомендуемой в приложении Д. Протокол с результатами поверки хранится до проведения следующей поверки.

10.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015.

10.3 При отрицательных результатах поверки потенциостат-интегратор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, свидетельство аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015.

Ст. научный сотрудник
лаб. 223 ФГУП «УНИИМ»

Зыскин В.М.

Зав. лабораторией 223 ФГУП «УНИИМ»

Собина А.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Эталоны, СО и вспомогательные средства,
применяемые при проведении поверки

При проведении поверки используют эталоны, СО и вспомогательные средства, указанные в таблице А.1.

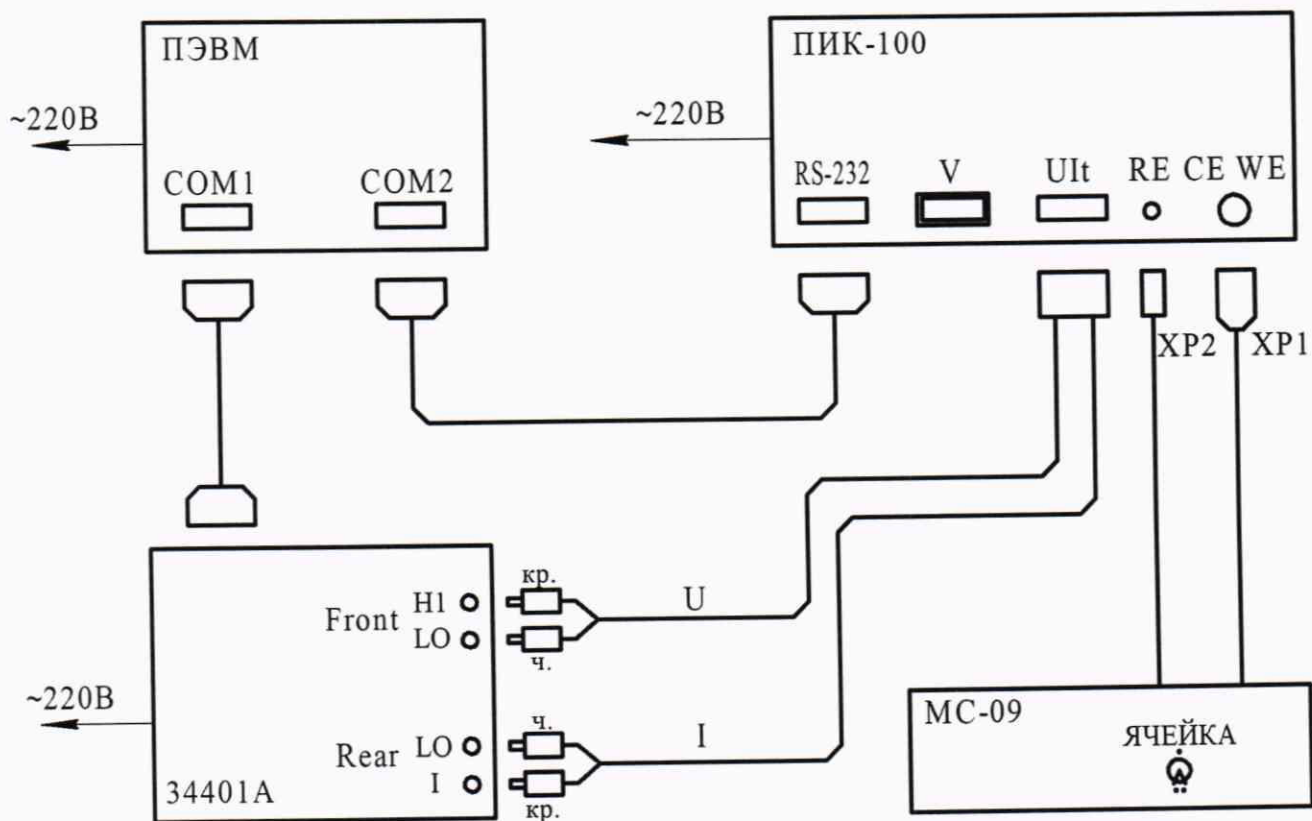
Таблица А.1

Номер пункта документа по поверке	Наименование средств поверки; основные метрологические характеристики средств поверки
1	2
9.2- 9.3.6	Модуль сервисный МС-09 – вспомогательное средство, имитирующее электролитическую ячейку: положение «●» $R_{эв} = 33 \text{ Ом}$, $R_p = 4 \text{ Ом}$, $R_{эс} = 10 \text{ кОм}$ положение «●●» $R_{эв} = 10 \text{ кОм}$, $R_p = 1 \text{ кОм}$, $R_{эс} = 10 \text{ кОм}$.
9.2.4	Адаптер сервисный АС – вспомогательное средство для перекоммутации выходного сигнала на измерительный кабель.
9.3.1	Рабочий эталон единицы электрического напряжения 2 разряда в диапазоне значений от $1 \cdot 10^{-8}$ до 1000 В по ГОСТ 8.027-2001, единицы силы постоянного электрического тока 1 разряда в диапазоне значений от $1 \cdot 10^{-10}$ до 30 А по ГОСТ 8.022-91 (Компаратор-калибратор универсальный КМ300КТ, диапазон сравниваемых сопротивлений от 0,0001 до 100 000 Ом, пределы допускаемой основной погрешности $\pm (0,01-0,0001) \%$). Рабочий эталон единицы электрического сопротивления 3 разряда в диапазоне от 0,001 до 100000 Ом, согласно приложению к приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15.02.2016 г. № 146.
9.3.2- 9.3.6	Рабочий эталон единицы электрического напряжения 3 разряда в диапазоне значений от $1 \cdot 10^{-2}$ до 10 В по ГОСТ 8.027-2001 (Цифровой мультиметр Agilent 34401A: пределы измерения постоянного напряжения 0,1; 1,0; 10; 100; 1000 В и пределы допускаемой относительной погрешности от показания соответственно $\pm 0,0030 \%$; $\pm 0,0020 \%$; $\pm 0,0015 \%$; $\pm 0,0020 \%$; $\pm 0,0020 \%$).
9.3.5	Рабочий эталон единицы времени в диапазоне значений от 50 до 1000 с (Частотомер электронно-счетный Agilent 53131A с пределами измерения временного интервала от 1 нс до 10^5 с; пределы допускаемой относительной погрешности при измерении временного интервала от 50 до 1000 с $\pm 0,0001 \%$).
9.3.6	Рабочий эталон единицы массы 1 разряда в диапазоне значений от 0,001 до 220 г по ГОСТ 8.021-2015 (Весы лабораторные электронные (специального) класса точности, НмПВ – 0,001 г, НПВ – 210 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,00006$ г). Стандартный образец утвержденного типа состава железа высокой чистоты (Fe СО УНИИМ) ГСО 10816-2016. Аттестованная характеристика: массовая доля железа – 99,987 %; доверительные границы абсолютной погрешности – $\pm 0,013 \%$ (при $P = 0,95$).
Примечание – Допускается применение других средств поверки отличающихся от указанных, но обеспечивающих требуемые характеристики точности.	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

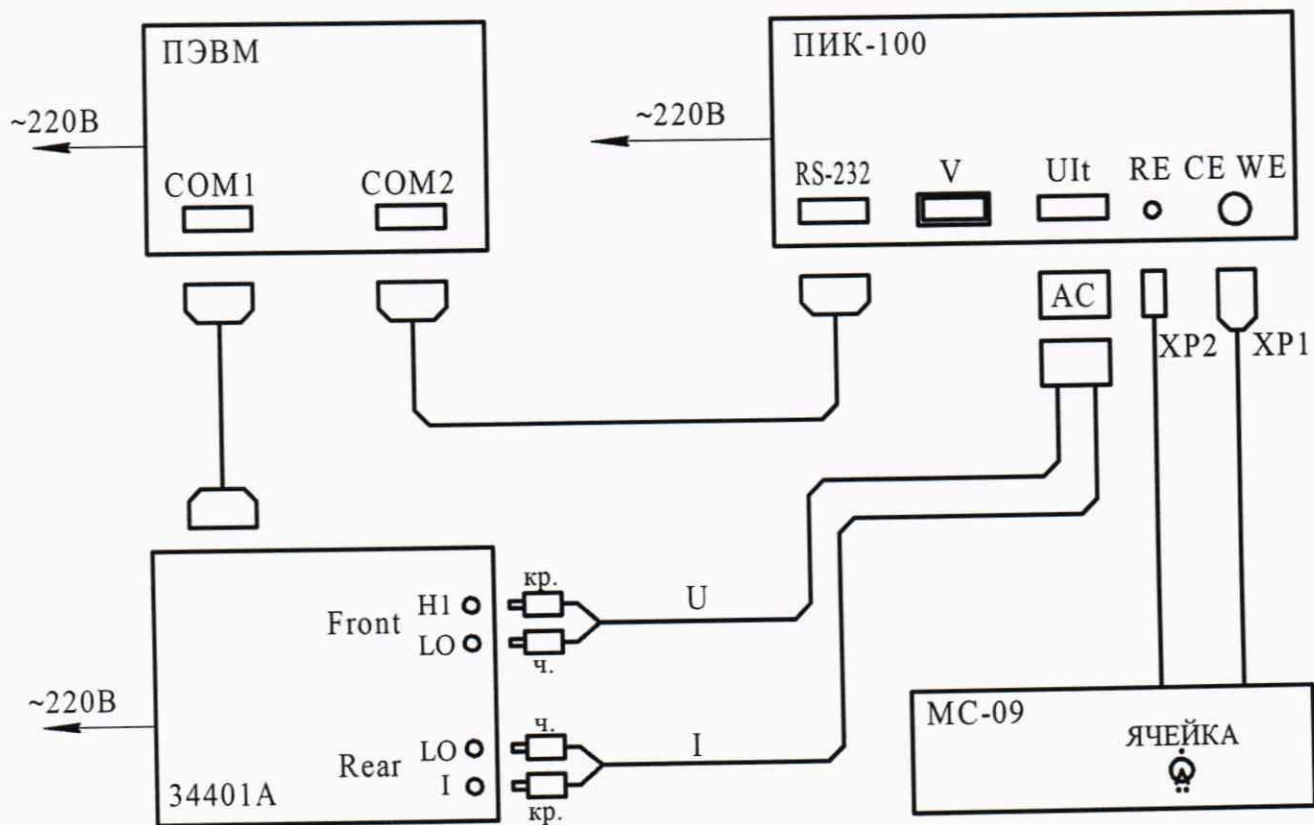
Схема установки для опробования потенциостата
и определения метрологических характеристик
по 9.3.2 - 9.3.4, 9.3.6



ПРИЛОЖЕНИЕ В

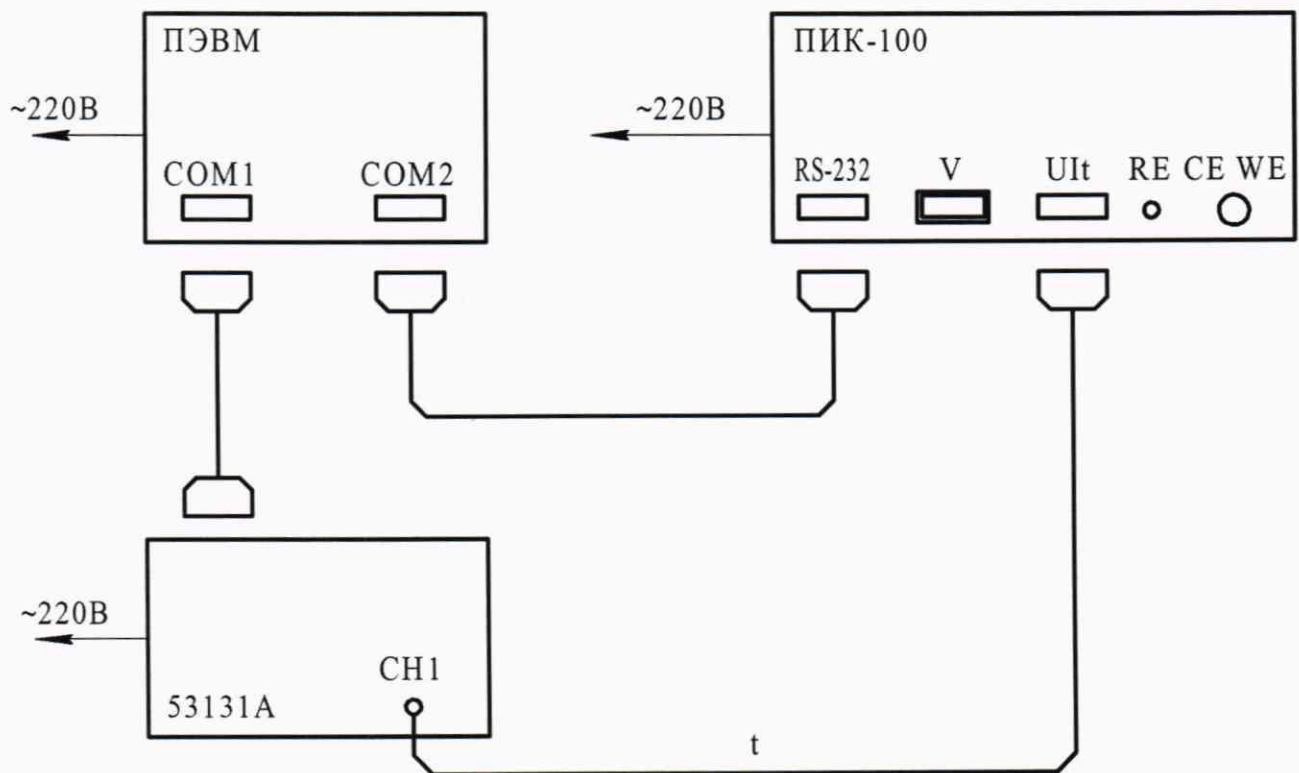
(обязательное)

Схема установки для проверки пределов
выходного напряжения и выходного тока потенциостата
по 9.2.4



ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

Схема установки для определения СКО случайной составляющей
относительной погрешности временного интервала
по 9.3.5



ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №
от « ____ » _____ 20 ____ г.

наименование, тип, заводской номер, год выпуска, разряд поверяемого СИ

Принадлежит _____
наименование юридического лица - владельца СИ

Изготовитель _____
наименование юридического лица - производителя СИ

Методика поверки _____
наименование и номер документа на методику поверки

Средства поверки _____
наименование, тип эталонных СИ и вспомогательных средств, применяемых при поверке

Условия поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

Д.1 Внешний осмотр, проверка комплектности _____

Д.2 Опробование _____

Д.3 Действительное значение прецизионного резистора составляет _____ Ом

Д.4 Абсолютная погрешность (Δu_i) установки потенциала рабочего электрода $U_{зад i}$

Поверяемое значение заданного потенциала $U_{зад i}$, мВ	Напряжение на эквиваленте рабочего электрода $U_{раб i}$, мВ	Погрешность Δu_i , мВ $\Delta u_i = U_{зад i} - U_{раб i} $
10		
50		
100		
500		
1000		
1500		
2000		
2500		
2900		
-10		
-50		
-100		
-500		
-1000		
-1500		
-2000		
-2500		
-2900		

Абсолютная погрешность установки потенциала Δu_i : находится/не находится в интервале $\pm 0,5$ мВ.

Д.5 Абсолютная погрешность (Δp_i) поддержания установленного потенциала рабочего электрода $U_{зad i}$,

Заданное значение потенциала $U_{зad i}$, мВ	Положение тумблера «Ячейка»	Напряжение на эквиваленте рабочего электрода $U_{раб i}$, мВ	Погрешность Δp_i , мВ $\Delta p_i = U_{раб. «\bullet\bullet» i} - U_{раб. «\bullet» i} $
2000	••		
2000	•		
-2000	••		
-2000	•		

Абсолютная погрешность поддержания потенциала Δp_i : находится/не находится в интервале $\pm 0,2$ мВ.

Д.6 СКО случайной составляющей относительной погрешности (S_r) градуировочного коэффициента $\bar{\alpha}$

№ измерения	α_{ox} , мкКл/имп	α_{red} , мкКл/имп
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		

окисление
 $\bar{\alpha}_{ox} =$ мкКл/имп
 $\sigma(\bar{\alpha}) =$ мкКл/имп
 $S_r =$ %

восстановление
 $\bar{\alpha}_{red} =$ мкКл/имп
 $\sigma(\bar{\alpha}) =$ мкКл/имп
 $S_r =$ %

СКО относительной погрешности (S_r) величины $\bar{\alpha}_{cr}$: не превышает/превышает 0,005 %.

Д.7 СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала $t_{факт}$.

$T_{эт}$	100 с	300 с	600 с	750 с	1000 с
№ измерения					
1					
2					
3					
Среднее					
СКО					
ОСКО, %					

СКО случайной составляющей относительной погрешности временного интервала $t_{факт}$.
 во всех точках: не превышают/превышают 0,0005 %.

Д.8 Абсолютная погрешность потенциостата-интегратора (Δ) при определении массовой доли железа в стандартном образце (СО) состава железа высокой чистоты

Измерение	Введено Fe, мг	Измерено Fe, мг	Массовая доля Fe, %	Δ , %
1				
2				
3				
4				

Абсолютная погрешность потенциостата-интегратора (Δ): находится/не находится в интервале $\pm 0,1$ %.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПОВЕРКИ

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от " ____ " _____ 20 ____ г. № _____

Срок действия свидетельства до " ____ " _____ 20 ____ г.

Поверитель

подпись

инициалы, фамилия

Организация, проводившая поверку _____