

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

2025 г.

«ГСИ. Спектрометры инфракрасные FluidScan.
Методика поверки»

МП 103-241-2024

Екатеринбург

2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лабораторией 241 Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в январе 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки	5
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	6
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений	7
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	8
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	9
13	Оформление результатов поверки.....	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрометры инфракрасные FluidScan. Методика поверки	МП 103-241-2024
---	-----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Спектрометры инфракрасные FluidScan (далее – спектрометры) производства Spectro Scientific, США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка спектрометров должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость спектрометров к ГЭТ 173-2017 «Государственному первичному эталону единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2018 г. № 2832. Передача единицы осуществляется методом прямых измерений.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки спектрометров, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ¹⁾ , %	3
Чувствительность ²⁾ , у.е.·% ⁻¹ , не менее	2·10 ³
Предел обнаружения ³⁾ , млн ⁻¹	5
¹⁾ При использовании ГСО 10796-2016/ГСО 10798-2016, ГСО 10056-2011 и ГСО 9922-2011 с массовой долей воды от 0,001 % до 1 % ²⁾ При использовании ГСО 10796-2016/ГСО 10798-2016, ГСО 10056-2011 и ГСО 9922-2011 с массовой долей воды от 0,01 до 0,1 % ³⁾ При использовании ГСО 10796-2016/ГСО 10798-2016, ГСО 10056-2011 и ГСО 9922-2011 с массовой долей воды от 0,001 до 0,01 %	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта № 2832 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик:			
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	да	да	11.1
- определение чувствительности	да	да	11.2
- определение предела обнаружения	да	да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, спектрометр бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке спектрометра допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе со спектрометром.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая доля воды от 0,005 % до 5,0 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 8,0$ % до $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	ГСО 10796-2016 / ГСО 10798-2016
	Массовая доля воды от 0,001 % до 0,015 %, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 4,0$ % при $P=0,95$	ГСО 10056-2011
	Массовая доля воды от 0,015 % до 2 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от $\pm 4,0$ % до $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	ГСО 9922-2011

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, и другие стандартные образцы, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого спектрометра с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида спектрометра сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений спектрометра;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре спектрометра выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Спектрометр подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Опробование

При опробовании проверить работоспособность органов управления и регулировки спектрометра в соответствии с РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) спектрометра. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии встроенного ПО выводится на экран при включении спектрометра. Номер версии внешнего ПО может быть выведен в окне ПО спектрометра при обращении к подпункту меню в ПО «Опции» → «О приборе».

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для	
	встроенного ПО	внешнего ПО
Идентификационное наименование ПО	FluidScan	Fluid Manager
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V.6.X ¹⁾	v6.X ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО	—	—
¹⁾ X относится к метрологически незначимой части ПО и принимает цифровые значения от 0 до 99 или буквенные значения от a до z. Формат номера может содержать от 1 до 3 значений X, разделенных точкой.		

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала провести путем измерений выходного сигнала – абсорбции¹ с помощью стандартных образцов (далее – СО) массовой доли воды в органической жидкости, указанных в таблице 3. Выбрать не менее трех СО, аттестованное значение массовой доли воды в которых находится в диапазоне от 0,001 до 1 %.

11.1.2 В окне программного обеспечения выбрать «GSO Verification» с параметром Water abs/0.1mm. Область инфракрасного спектра от 3500 до 3150 см⁻¹.

11.1.3 Провести не менее трех измерений выходного сигнала для каждого СО.

11.2 Определение чувствительности

11.2.1 Определение чувствительности провести путем измерений выходного сигнала – абсорбции с помощью СО по таблице 3. Выбрать один СО, аттестованное значение массовой доли воды в котором находится в диапазоне от 0,01 до 0,1 %.

11.2.2 Установить параметры измерений в соответствии с п. 11.1.2. Провести не менее трех измерений выходного сигнала в СО. Допускается проводить определение чувствительности одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала по 11.1.

11.3 Определение предела обнаружения

11.3.1 Определение предела обнаружения провести путем измерений выходного сигнала – абсорбции с помощью СО по таблице 3. Выбрать один СО, аттестованное значение массовой доли воды в котором находится в диапазоне от 0,001 до 0,01 %.

¹ Спектрометр снимает спектр поглощения в единицах измерений абсорбции (Abs). Для удобства использования, единицы Abs в спектрометре нормированы к толщине ячейки (толщине анализируемого слоя). Толщина ячейки составляет 100 мкм (0,1 мм). Поэтому, при измерении выходного сигнала, под условными единицами (у.е.) подразумеваются показания спектрометра, выраженные в единицах Abs/0.1mm.

11.3.2 Установить параметры измерений в соответствии с п. 11.1.2. Провести не менее трех измерений выходного сигнала в СО. Допускается проводить определение предела обнаружения одновременно с определением относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала по 11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала i -ого СО (Y_i , у.е.) и относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений выходного сигнала i -ого СО ($\sigma_{\text{вых}i}$, %) по формулам

$$Y_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n} \quad (1)$$

$$\sigma_{\text{вых}i} = \frac{100}{Y_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - Y_i)^2}{n-1}} \quad (2)$$

где Y_{ij} – j -ый результат измерений выходного сигнала в i -ом СО, у.е.;

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать значения, приведенного в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать чувствительность для каждого j -ого результата измерений выходного сигнала в СО (N_j , у.е.·%⁻¹) и среднее арифметическое значение чувствительности (N , у.е.·%⁻¹) по формулам

$$N_j = \frac{Y_j}{C}, \quad (3)$$

$$N = \frac{\sum_{j=1}^n N_j}{n} \quad (4)$$

где Y_j – j -ый результат измерений выходного сигнала в СО, у.е.;

C – аттестованное значение массовой доли воды в СО (указано в паспорте на СО), %;

n – количество измерений.

Полученные значения чувствительности должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, рассчитать среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала СО (Y_0 , у.е.), среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала СО (S_0 , у.е.) и предел обнаружения (C_0 , млн⁻¹) по формулам

$$Y_0 = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{0j}}{n} \quad (5)$$

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{0j} - Y_0)^2}{n-1}} \quad (6)$$

$$C_0 = \frac{3 \cdot S_0}{N} \cdot 10^4 \quad (7)$$

где Y_j – j -ый результат измерений выходного сигнала в СО, у.е.;

N – чувствительность, рассчитанная по формуле 4, у.е.·%⁻¹;

n – количество измерений.

Полученные значения предела обнаружения не должны превышать значения, приведенного в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки спектрометр признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование спектрометра не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки спектрометр признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906.

13.6 По заявлению владельца спектрометра или лица, представившего спектрометр на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению спектрометра.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец