

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



_____ А.Е. Коломин

«22» 11 2021 г.

Анализаторы инфракрасные Picarro

Методика поверки

МП 205-10-2021

г. Москва

2021 г.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы инфракрасные Picarro (далее – анализаторы), предназначенные для измерений отношения атомных долей стабильных изотопов лёгких газообразующих элементов (водорода, кислорода) в воде и устанавливает методы первичной поверки моделей L2130-i, L2140-i при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость к Международным эталонам использованием для градуировки приборов СО Геологической службы США USGS46, USGS47 и USGS48, метрологические характеристики которых установлены по отношению к международным стандартным образцам МАГАТЭ: VSMOW (Венский эталон средней океанической воды) и SLAP (эталон лёгких антарктических осадков).

Проведение поверки для меньшего числа компонентов или на меньшем числе поддиапазонов в соответствии с пунктом 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.08.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений не предусмотрено.

Интервал между поверками – 1 год.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в табл. 1.
Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	При первичной поверке	При периодической поверке с демонтажем и без демонтажа
Внешний осмотр	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик	10	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да
Оформление результатов поверки	12	Да	Да

2.2 При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от плюс 18 до плюс 25 °С;
- относительная влажность воздуха от 20 до 60 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К поверке допускаются лица, с высшим или средним техническим образованием, изучившие настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию на газоанализатор и требования безопасности при работе в химической лаборатории.

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
8 - 10	Измеритель параметров микроклимата «Метеоскоп-М», диапазон измерений относительной влажности (от 3 до 97 %), диапазон измерений температуры (от минус 40 до плюс 85 °С), диапазон измерений атмосферного давления (от 80 до 110 кПа), рег. № 32014-11
10	Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018
10	Шприц 10 мкл SGE Analytical Science (арт. № 002982, 10R-C/T-5/0,47C) или автодозатор жидких проб Picarro
10	Виала вместимостью 2 см ³ с закручивающейся крышкой 9мм (2ml screw vial kit THERMO TTR-T - 100pk)
10	Шприц медицинский (дозатор) вместимостью 1 – 5 см ³
Примечание - допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик анализаторов с требуемой точностью	

6. ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и средствами пожаротушения.

6.2 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.3 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные:

- в руководстве по эксплуатации анализатора;
- в эксплуатационных документах средств измерений, используемых при поверке.

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- анализатор не должен иметь повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность;

- комплектность (при первичной поверке) и маркировка анализатора должны соответствовать руководству по эксплуатации.

7.2 Если установлено, что анализатор соответствует перечисленным выше требованиям, то переходят к подготовке к поверке и опробованию.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ

8.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

8.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности средств поверки.

8.3 Подготовить поверяемый анализатор и средства поверки к работе в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации (инструкцией)

8.4 Опробование заключается в проверке общего функционирования анализатора при включении электрического питания согласно п. 1.2 руководства по эксплуатации.

8.4.1 Включите тумблеры питания на внешних форвакуумных насосах в положение «On».

8.4.2 Включите тумблер питания на задней стенке анализатора в положение «On».

8.4.3 Включите тумблер питания на задней стенке испарителя в положение «On».

8.4.4 Нажмите на круглую кнопку слева на передней панели анализатора, после чего кнопка засветится зеленым светом и будет слышен звук работающего вентилятора. На мониторе, подключенном к встроенному в анализатор компьютеру, начнется загрузка Windows и ПО анализатора. Далее в автоматическом режиме будет происходить проверка работоспособности каждого программного модуля, о чем будут свидетельствовать появляющиеся соответствующие «галочки». После этого отобразится окно CRDS Data Viewer.

8.4.5 В течение 3 - 60 минут (в зависимости от температуры и давления в кювете на момент включения анализатора) в окне CRDS Data Viewer можно будет наблюдать увеличение и стабилизацию температур термостата (Warm Box) и кюветы (Cavity), а также понижение и стабилизацию давления газа в кювете. Как только температура кюветы достигнет 78,5 °С, а давление в кювете – 6,666 кПа (50 Торр) - анализатор автоматически перейдет в режим измерений.

8.4.6 Результат опробования считают положительным, если:

- органы управления анализатора функционируют;
- после окончания загрузки ПО и достижения вышеуказанных параметров термостата и кюветы анализатор автоматически переходит в режим измерений.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Для проверки соответствия программного обеспечения необходимо в окне графического универсального интерфейса (GUI) кликнуть мышью на строчку Help/About меню, появится окно, где указана версия программного обеспечения. Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считают положительным, если:

- в окне GUI появилось наименование ПО «PICARRO CRDS»;
- номер версии программного обеспечения не ниже g2000-1.7.0.133.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

10.1 Перед проверкой метрологических характеристик анализатора необходимо провести калибровку анализатора с использованием СО Геологической службы США USGS46, USGS47 и USGS48, поставляемых вместе с анализатором, в соответствии с разделом «Калибровка» РЭ.

10.2 В виалу вместимостью 2 см³ поместить дистиллированную воду любым чистым медицинским шприцом или дозатором и плотно закрыть крышкой с септой.

Отобрать шприцом 1 мкл воды (при отсутствии автодозатора).

Запустить программу Coordinator Launcher (Координатор анализатора) и по команде

программы ввести шприцом пробу воды в инжектор испарителя.

10.3 Анализатор начинает производить измерения отношения стабильных изотопов водорода и кислорода, по окончании которых программа выводит результаты измерений $\delta^{18}\text{O}$, ‰ и $\delta^2\text{H}$, ‰ на монитор и затем предложит инжестировать следующую пробу. В случае применения автодозатора программа выполнит необходимое количество измерений (20) автоматически и последовательно выведет результаты измерений на экран монитора.

11. ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

Рассчитать значение СКО отношения атомных долей стабильных изотопов ($S(\delta^N A)$, ‰), используя последние 10 (из 20-ти) результатов измерений по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left(\delta^N A_i - \delta^{\bar{N}} A \right)^2}{n-1}},$$

где $\delta^N A_i$ – i -ый результат измерения для элемента A ;

- $\delta^{\bar{N}} A$ – среднее значение результатов измерений;

- n – количество единичных измерений ($n=10$)

Анализатор считается выдержавшим испытания, если значения СКО (S) не превышают значений $S(\delta^N A)$, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Пределы допускаемого СКО величины $\delta^N A$

Элемент	Изотоп ($^N A$)	$S(\delta^N A)$, ‰
О(кислород)	^{18}O	0,1
Н(водород)	^2H	0,5

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

12.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят сведения о результатах их поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

12.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, 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 Министерства промышленности и торговли РФ от 31 июля 2020 г. № 2510).

12.4 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

Начальника отдела 205 ФГУП «ВНИИМС»

С.В. Вихрова

Ст.н.с. отдела 205 ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.

И.А. Питерских