



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ,
И.о зам. генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»

Е.В.Морин

« 30 » 07 2014 г.

**Анализаторы микропланшетные STAR,
PHERAstar FS, CLARIOstar, POLARstar Omega, FLUOstar Omega,
SPECTROstar Omega, SPECTROstar Nano.**

МП РТ 2098 - 2014

Методика поверки.

МОСКВА
2014 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы микропланшетные STAR, PHERAstar FS, CLARIOstar, POLARstar Omega, FLUOstar Omega, SPECTROstar Omega, SPECTROstar Nano, (далее по тексту - анализатор), выпускаемых фирмой «BMG LABTECH», Германия и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Анализаторы предназначены для определения массовой концентрации неорганических и органических примесей в жидких пробах фотометрическим и флуориметрическим методами измерения.

Межповерочный интервал 1 год.

1. Операции и средства поверки.

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции и использованы эталонные и вспомогательные средства, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	№ пункта методики	Эталонные и вспомогательные средства
1.	Внешний осмотр.	5.1.	
2	Опробование	5.2	Комплект светофильтров НОСМОП-8У, абсолютная погрешность измерения оптической плотности до 1,0 Б – ± 0,005Б, св.1,0 до 2,0 Б - ±0,05Б.
3	Определение предела допускаемой абсолютной погрешности измерения оптической плотности.	5.3	
5	Определение предела допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн.	5.4	Светофильтр ПС-7 из комплекта светофильтров КС – 102.
4	Определение предела допускаемой относительной погрешности измерения массовой концентрации флуоресцеина.	5.5	Дистиллированная вода, ГОСТ 6709. Флуоресцеин ТУ 6-09-2464-82 марки чд, Мерные колбы 2 – го класса точности ГОСТ 1770 – 74, пипетки мерные. дозаторы 2 – го класса точности ГОСТ 29228 – 81. весы электронные, Весы электронные аналитические минимальная нагрузка весов не более 10 мг, класс точности по ГОСТ Р 53228-2008 – I

Примечание: допускается применение иных эталонных средств с метрологическими характеристиками не хуже указанных в таблице 1.

2. Условия проведения поверки

2.1. Поверка анализатора должна проводиться при следующих внешних условиях:

температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5

относительная влажность, % 65 ± 15

напряжение и частота электропитания 220 В ± 10%, 50 Гц

2.2. В помещении, где производится поверка, не должно быть повышенных уровней электромагнитного излучения, шума и вибрации.

2.3. Не допускается попадание на анализатор прямых солнечных лучей.

3. Требования безопасности

При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, указанные в Руководстве эксплуатации анализатора, а также правила техники безопасности, принятые на предприятии, эксплуатирующем анализатор.

4. Подготовка к поверке

4.1. Подготовить анализатор к работе в соответствии с указаниями руководства пользователя анализатора.

4.2. Включить анализатор и прогреть его в течение 10 мин.

5. Порядок проведения поверки

5.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса и соединительных проводов;
- наличие четких надписей на сигнальных элементах;
- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер прибора);
- отсутствие сколов, царапин, загрязнений на оптических деталях прибора.

5.2. Опробование.

5.2.1. Опробование анализатора проводится с использованием управляющей программы ПЭВМ. При опробовании должно быть установлено:

- работоспособность деталей кюветного отделения, крышки кюветного отделения;
- работоспособность сигнальных светодиодов;
- правильность обработки задаваемых режимов программы измерений.

5.2.2. Провести идентификацию ПО на соответствие ПО поверяемому СИ.

При печати результатов измерения на бланке печатается идентификатор ПО, который должен совпадать с заводским номером СИ.

Результат опробования считается положительным, если заданная программа измерения выполняется без сбоев и идентификатор ПО соответствует поверяемому СИ.

5.3. Определение предела допускаемой абсолютной погрешности измерения оптической плотности.

Определение погрешности измерения оптической плотности провести с помощью комплекта светофильтров НОСМОП-8У.

5.3.1 Установить планшет со светофильтрами в анализатор.

С помощью программного обеспечения измерить оптическую плотность всех светофильтров на всех длинах волн, указанных в свидетельстве о поверке комплекта.

5.3.2 Повторить действия п.4.3.1 три раза.

5.4 Определение абсолютной погрешности шкалы длин волн.

5.4.1. Установить планшет со светофильтром ПС-7.

Прописать спектр в диапазоне длин волн (340 ... 900) нм. Определить длины волн с максимальным поглощением.

5.4.2. Повторить действия п.4.3.3 три раза.

5.4.3. Определить абсолютную погрешность шкалы длин волн по формуле:

$$\Delta\lambda = \max |\lambda_{\text{дейст}} - \lambda_{\text{изм}}|, \text{ нм},$$

где $\lambda_{\text{дейст}}$ – действительные значения пиков поглощения светофильтра ПС-7, указанные в свидетельстве о поверке.

Результат операции считается положительным, если абсолютная погрешность шкалы длин волн не превышает 1,0 нм.

5.5. Определение предела допускаемой относительной погрешности измерения флуоресцеина.

5.5.1. Для определения погрешности измерения готовят растворы с концентрацией: 0,5 нмоль/дм³, 1,0 нмоль/дм³, 2,5 нмоль/дм³, 5,0 нмоль/дм³, 10,0 нмоль/дм³ в соответствии с методикой приготовления растворов (Приложение 1).

Установить длину волны возбуждения – 485 нм, длину волны эмиссии – 520 нм.

Установить число вспышек на одну лунку – 40.

Налить с помощью дозатора по 200 мкл в пять соседних лунок растворов с концентрациями 0,5 в две следующие лунки нмоль/дм³, 1,0 нмоль/дм³, 2,5 нмоль/дм³, 5,0 нмоль/дм³, 10,0 нмоль/дм³ и в две следующие лунки по 200 мкл бидистиллированной воды.

5.5.2. В соответствии с руководством по эксплуатации построить градуировочную кривую.

5.5.3. Для каждого *i*-го раствора с концентрациями в диапазоне построенной градуировочной кривой сделать по 3 определения концентраций растворов C_i .

5.5.4. Рассчитать относительные погрешности для каждого измерения каждого раствора:

$$\Theta_1 = (C_1 - C_d) / C_d \times 100. \%$$

где C_d - действительное значение массовой доли элемента в стандартном образце.

Результат поверки считается положительным, если максимальная относительной погрешности не превышает 5,0 %.

6. Оформление результатов поверки

6.1. При положительных результатах поверки анализатор признается годным, и на него выдается свидетельство о поверке по форме, утвержденной Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии.

6.2. Анализатор, не удовлетворяющий хотя бы одному из требований п.п.5.1 – 5.5 настоящей методики, признается непригодным и к применению не допускается. Отрицательные результаты поверки оформляются выдачей извещения о непригодности.

И.о. начальника лаборатории 448
ФБУ «Ростест – Москва»



А.В.Квачев

Инженер по метрологии 1 категории



В.А.Механникова

Процедура приготовления поверочных растворов.

Мерные колбы, используемые для приготовления растворов, заполнить на 0,5 объема бидистиллированной водой, внести 1 см³ концентрированной азотной кислоты и тщательно перемешать, промывая колбы. Слить раствор кислоты, колбы промыть бидистиллированной водой и высушить.

Процедура приготовления стокового раствора с концентрацией 10 ммоль/дм³ (10⁵ нмоль/дм³).

Налить 0,5 объема бидистиллированной воды в мерную колбу объемом 1000 см³, добавить 37,6 мг порошка флуоресцеина натрия и тщательно перемешать.

Долить бидистиллированной воды до отметки 1000 см³ и снова перемешать.

Налить получившийся раствор в колбу из полипропилена объемом 15 см³.

Приготовление поверочного раствора с концентрацией 10 нмоль/дм³.

В мерную колбу объемом 100 см³, заполненную на 0,5 объема бидистиллированной водой, вносят аликвоту исходного раствора, объем в колбе заполняют до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовление поверочного раствора с концентрацией 10 нмоль/дм³ проводят в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

№ п/п	Концентрация флуоресцеина в исходном растворе, нмоль/дм ³	Вместимость пипетки, см ³	Вместимость колбы, см ³	Концентрация флуоресцеина в полученном растворе, нмоль/дм ³	Относительная погрешность, %
2.	10 ⁵	1	100	10 ³	1,2
3.	10 ³	1	100	10	

Приготовление растворов с концентрацией 0,5, 1,0, 2,0, 5,0 нмоль/дм³ проводят в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2.

№ п/п	Концентрация исходного раствора, нмоль/дм ³	Объем исходного раствора, мл	Объем бидистиллированной воды, мл	Концентрация полученного раствора, нмоль/дм ³	Относительная погрешность, %
1.	10	5	5	5	1,6
2.	10	2	8	2	
3.	10	1	9	1	
4.	5	1	9	0,5	1,8

Погрешность приготовления растворов.

Погрешность приготовления растворов определяется по формуле:

$$\Theta = \sqrt{\Theta_0^2 + \Theta_{in}^2 + \Theta_{ik}^2 + 2\Theta_t^2},$$

где: Θ_0 - относительная погрешность весов;

Θ_{in} - относительная погрешность мерной пипетки на i -м этапе разбавления;

Θ_{ik} - относительная погрешность мерной колбы на i -м этапе разбавления;

Θ_t - относительная погрешность, вызванная отклонением температуры от 20°C на 5°C . Множитель 2 показывает, что при приготовлении раствора температура может изменяться дважды - в мерной пипетке и в мерной колбе ($\Theta_t = 0,103\%$).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ №

Средство измерений

Тип прибора и зав. номер

Принадлежащее

Средства поверки:

Условия поверки:

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр ——— годен (брак)

2. Отробование ——— годен (брак)

3. Определение абсолютной погрешности измерения оптической плотности.

4. Определение абсолютной погрешности установки длин волн.

5. Определение относительной погрешности измерения флуоресцеина.

Наименование характеристики	Полученная	Допускаемая
Абсолютная погрешность измерения оптической плотности, Б		0,03
Абсолютная погрешность установки длин волн, нм		1,0
Относительная погрешность измерения флуоресцеина, %		5,0

Заключение

Годен / негоден

Свидетельство

№

Поверитель