

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»



Н.П. Муравская

9 декабря 2014 г.

ГСИ. Анализаторы автоматические биохимические «Sapphire 800»


Методика поверки
№ МП 016.Д4-14

и.р. 61253-15

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода

Разработал:
Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»


Е.А. Рекстина

Москва
2014 г

3 Требования к квалификации поверителей и требования безопасности

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализаторы;
- имеющие навык работы в химической или биохимической лаборатории;
- соблюдающие требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок (ПОТЭЭ), получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории.

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации анализатора.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха от 18 до 25 °С;
- относительная влажность не более 85 %.

4.2 Не допускается попадание на прибор прямых солнечных лучей.

5 Проведение поверки

5.1 Внешний осмотр

Проверку внешнего вида анализатора проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографического изображения и образца анализатора, представленного на поверку, проверку отсутствия механических повреждений, а также проверку надписей на шильдике анализатора и запись серийного номера и модели анализатора в протокол поверки.

5.2 Опробование

5.2.1 Опробование анализатора проводится путём включения анализатора в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации.

5.2.1.1 Выполнить вход в операционную систему и в программу управляющего программного обеспечения.

5.2.2 Анализатор считают прошедшим операцию опробования, если на мониторе компьютера отображается главный экран управляющего программного обеспечения.

5.2.3 Идентификация программного обеспечения

Программное обеспечение (далее, ПО) разделено на две части. Метрологически значимая часть ПО прошита в памяти микроконтроллера. Интерфейсная часть ПО запускается на персональном компьютере и служит для отображения, обработки и сохранения результатов измерений.

Идентификационные данные (признаки) метрологически значимой части программного обеспечения анализаторов приведены в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение
1	2
Идентификационное наименование ПО	Sapphire 800
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.xx*; 4.xx.xx*.
Цифровой идентификатор ПО	Данные являются собственностью производителя и являются защищёнными для доступа дилера и пользователей
Другие идентификационные данные	

Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы автоматические биохимические «Sapphire 800» (далее анализаторы), производства фирмы «Audit Diagnostics», Ирландия, предназначенные для измерений оптической плотности и молярной концентрации ионов натрия, калия, хлора жидких проб при проведении биохимических исследований, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции и средства поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
		Первичная поверка	Периодическая поверка
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование анализаторов	5.2	Да	Да
Проверка диапазона измерений оптической плотности, диапазонов измерений концентраций К, Na, Cl	5.3	Да	Да
Определение пределов допустимой абсолютной погрешности измерений оптической плотности, относительного среднего квадратичного отклонения измерений концентраций К, Na, Cl	5.4	Да	Да

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики.
5.3 - 5.4	1) Комплект мер оптической плотности КМОП-Н. Пределы допускаемой абсолютной погрешности оптической плотности мер №№ 1–2 составляют $\pm 0,007$ Б; мер №№ 3–5 составляют $\pm 0,07$ Б; 2) ГСО 9917-2011, ГСО 9969-2011. Абсолютная погрешность аттестованных значений растворов указана в приложении Б к данной методике поверки.

2.2 Средства измерений, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

2.3 Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

5.3 Проверка диапазона измерений оптической плотности, диапазонов измерений концентраций К, Na, Cl

5.3.1 Перед проведением испытаний необходимо подготовить анализатор к работе и выйти на режим определения оптической плотности в соответствии с приложением Б к данной методике поверки.

5.3.2 Проверку диапазона измерений оптической плотности и диапазонов измерений концентраций К, Na, Cl совмещают с операцией определения среднего квадратического отклонения измерений оптической плотности/ измерений концентраций К, Na, Cl.

5.3.3 Анализаторы считаются прошедшими поверку, если:

- диапазон измерений оптической плотности составляет, Б: 0,020 - 3,300;
- диапазон измерений концентраций К, Na, Cl соответствуют следующим диапазонам:
 - К (калий), ммоль/ л 1,0 - 200,0
 - Na (натрий), ммоль/ л 10,0 - 400,0
 - Cl (хлор), ммоль/ л 10,0 - 400,0

5.4 Определение пределов допустимой абсолютной погрешности измерений оптической плотности, относительного среднего квадратичного отклонения измерений концентраций К, Na, Cl

5.4.1 Подготовить набор мер КМОП-Н к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на набор.

5.4.2 Подготовить смеси аттестованные калия, натрия и хлора в соответствии с приложением Б к данной методике поверки.

5.4.3 Провести 10-ти кратное измерение оптической плотности мер 1 - 5 из набора КМОП-Н на длинах волн 340, 380, 405, 450, 480, 505, 546, 570, 600, 660, 700, 800 нм в соответствии с процедурой, описанной в приложении Б данной методике поверки.

5.4.4 Провести 10-ти кратное измерение концентраций К, Na, Cl в аттестованных смесях в соответствии с процедурой, описанной в приложении Б данной методике поверки.

5.4.5 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение оптической плотности, D_{cp} , Б, для каждой меры на каждой длине волны и среднее арифметическое значение концентраций К, Na, Cl, D_{cp} , ммоль/ л, для каждой аттестованной смеси по формуле:

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{10} D_i}{10}, \quad (1)$$

где D_i - измеренное значение оптической плотности.

5.4.6 Рассчитать пределы допустимой абсолютной погрешности измерений оптической плотности по формуле:

$$\Delta = D_{cp} - D_{ном}, Б, \quad (2)$$

Где D_{cp} среднее арифметическое значение оптической плотности, Б

$D_{ном}$ - номинальное значение оптической плотности, указанное в свидетельстве о поверке на комплект мер оптической плотности КМОП-Н.

5.4.7 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение, S_0 , %, измерений концентраций К, Na, Cl в аттестованных смесях по формуле

$$S_0 = \frac{S}{D_{cp}} \cdot 100 \quad (3)$$

Анализатор считается прошедшим поверку, если:

1 рассчитанные значения допустимой абсолютной погрешности измерений оптической плотности в диапазоне измерений оптической плотности от 0,020 до 2,000 не превышают $\pm 0,06$ Б, в диапазоне измерений оптической плотности от 2,001 до 3,300 не превышают $\pm 0,6$ Б.

2 рассчитанные значения относительного среднего квадратического отклонений измерений концентрации калия не превышают ± 10 % в диапазоне концентрации калия 1,0 – 200,0 ммоль/ л;

3 рассчитанные значения относительного среднего квадратичного отклонения измерений концентрации натрия не превышают ± 10 % в диапазоне концентрации натрия 10,0 - 400,0 ммоль/ л;

4 рассчитанные значения относительного среднего квадратичного отклонения измерений концентрации хлора не превышают ± 10 % в диапазоне концентрации хлора 10,0 - 400,0 ммоль/ л;

6 Оформление результатов поверки

6.1 Результаты поверки заносятся в протокол, который хранится в организации, проводившей поверку.

6.2 Анализаторы автоматические биохимические Sapphire 800, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению.

6.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке в соответствии с правилами ПР 50.2.006-94 «ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений».

6.4 Анализаторы автоматические биохимические Sapphire 800, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
к Методике поверки № МП 016.Д4-14
«ГСИ. Анализаторы автоматические
биохимические Sapphire 800»

ПРОТОКОЛ

Первичной/ периодической поверки от « _____ » _____ 20 _____ года

Средство измерений: Анализатор автоматический биохимический Sapphire 800
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входят несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /
Заводской № _____ №/№ _____
Заводские номера бланков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН, КПП

Поверено в соответствии с Методикой поверки
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата
«ГСИ. Анализаторы автоматические биохимические Sapphire 800»,
утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2014 г.

С применением эталонов: _____
(наименование, заводской №, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов Температура, °С

Влажность, % Атмосферное давление, мм рт.ст.
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Измерение оптической плотности		Измерение концентраций ионов*			
		Пара метр	Аттестованное значение концентрации, ммоль/ л	Полученное значение концентрации, ммоль/ л	Допустимая абсолютная погрешность измерений оптической плотности, Б
Длина волны, нм*			1		
Мера 1	$D_{ср}, Б$		100		
	$S, Б$		200		
Мера 2	$D_{ср}, Б$	К*	10		
	$S, Б$		200		
Мера 3	$D_{ср}, Б$		400		
	$S, Б$		10		
Мера 4	$D_{ср}, Б$		200		
	$S, Б$		400		
Мера 5	$D_{ср}, Б$		Внимание! Поверка характеристик ионо-селективного блока производится при его наличии. Комплект поставки ионо-селективного блока и наличие электродов Na, K, Cl согласовывается с потребителем.		
	$S, Б$				

* - информация указывается по комплекту поставки анализатора

Рекомендации: _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Поверитель _____
Подписи, Ф.И.О.

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ СМЕСЕЙ
ИОНОВ НАТРИЯ, КАЛИЯ И ХЛОРИД-ИОНОВ
НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 9917-2011, ГСО 9969-2011**

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов на основе разбавления ГСО 9917-2011, ГСО 9969-2011. Аттестованные смеси ионов натрия, калия и хлорид-ионов предназначены для поверки и калибровки Анализаторов автоматических биохимических Sapphire 800. Аттестованное значение концентрации ионов натрия в смесях находится в диапазоне от 10 до 400 ммоль/л. Аттестованное значение концентрации ионов калия в смесях находится в диапазоне от 1 до 200 ммоль/л. Аттестованное значение концентрации хлорид-ионов в смесях находится в диапазоне от 10 до 400 ммоль/л.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов с погрешностью аттестованных значений ионов натрия, калия и хлорид-ионов, не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Весы лабораторные, класс точности специальный (1) по ГОСТ 24104-2001

Б.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74

Б.3.3 1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-1000-10000» с переменным объемом дозирования $1000-10000 \text{ мм}^3$, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,6+0,00002(1000-V_T)] \%$, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,5+0,00002(1000-V_T)] \%$, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм^3 ;

1-канальный механический дозатор «ЭКОХИМ-ОП-1-100-1000» с переменным объемом дозирования $100-1000 \text{ мм}^3$, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности $\pm[1,0+0,0004(100-V_T)] \%$, предел допускаемого СКО случайной составляющей основной относительной погрешности $\pm[0,8+0,0003(100-V_T)] \%$, где V_T – объем дозы, установленной на дозаторе переменного объема, мм^3 , или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-9, 29228-91.

Б.3.4 ГСО 9917-2011, ГСО 9969-2011.

Б.3.5 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1 Применение ГСО 9917-2011, ГСО 9969-2011 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов

Б.6.1 Приготовление аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха 20 ± 5 , °С
- атмосферное давление 96 - 104, кПа
- относительная влажность воздуха 60 ± 15 , %

Б.6.2 Приготовленные смеси ионов натрия, калия и хлорид-ионов следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре 20 ± 2 °С, вдали от прямых солнечных лучей.

Смеси ионов натрия, калия и хлорид-ионов устойчивы в течение 2 недель.

Б.7 Приготовление аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 0,0585 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 1 имеет концентрацию ионов натрия 10 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 1,17 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 2 имеет концентрацию ионов натрия 200 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 2,34 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 3 имеет концентрацию ионов натрия 400 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 0,00745 г хлорида калия (ГСО 9969-2011). Переносят хлорид калия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до

метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 4 имеет концентрацию ионов калия 1 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 0,7450 г хлорида калия (ГСО 9969-2011). Переносят хлорид калия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 5 имеет концентрацию ионов калия 100 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 1,49 г хлорида калия (ГСО 9969-2011). Переносят хлорид калия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 6 имеет концентрацию ионов калия 200 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 0,0585 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 9 имеет концентрацию хлорид-ионов 10 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 1,17 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 10 имеет концентрацию хлорид-ионов 200 ммоль/ л.

В бюкс, помещённый на чашку лабораторных весов, вводят 2,34 г хлорида натрия (ГСО 9917-2011). Переносят хлорид натрия в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученная аттестованная смесь № 11 имеет концентрацию хлорид-ионов 400 ммоль/ л.

Б.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов.

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов (ΔA), рассчитанные по формуле (Б.1), приведены в таблицах 2, 3 и 4, соответственно.

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100 \quad (\text{Б.1})$$

где

δ - относительная погрешность приготовления аттестованных смесей, рассчитываемая по формуле (6):

X - концентрация приготовленных смесей;

$$\delta = \sqrt{\delta_B^2 + \delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где δ_B – погрешность весов лабораторных;

δ_1 – относительная погрешность измерения мерной колбы;

δ_2 – относительная погрешность измерения 1-канального механического дозатора;

Б.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных смесей

рассчитывается по формулам (Б.3 и Б.4):

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \% \quad (\text{Б.3})$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \% \quad (\text{Б.4})$$

где

ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора;

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм³.

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных смесей ионов натрия, калия и хлорид-ионов приведены в таблицах 2, 3, 1 и 4, соответственно.

Таблица 1 – Метрологические характеристики аттестованных смесей ионов натрия

№ аттестованной смеси	Концентрация смеси, ммоль/ л	Абсолютная погрешность аттестованного значения смеси ионов натрия, ΔA , ммоль/ л
1	10	0,02
2	200	0,4
3	400	0,8

Таблица 3 – Метрологические характеристики аттестованных смесей ионов калия

№ аттестованной смеси	Концентрация смеси, ммоль/ л	Абсолютная погрешность аттестованного значения смесей ионов калия, ΔA , ммоль /л
4	1	0,0024
5	100	0,2000
6	200	0,4000

Таблица 4 – Метрологические характеристики аттестованных смесей хлорид-ионов

№ аттестованной смеси	Концентрация смеси, ммоль/ л	Абсолютная погрешность аттестованного значения смесей хлорид-ионов, ΔA , ммоль/ л
9	10	0,02
10	200	0,40
11	400	0,80