

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофотометры "Multiskan Spectrum" и устанавливает методы и средства их первичной поверки (после ввоза в РФ или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл.1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2.	Проверка электрического сопротивления изоляции.	6.2	да	нет
3.	Проверка электрической прочности изоляции.	6.3	да	нет
4.	Опробование	6.4	да	да
5.	Определение метрологических характеристик:			
	-определение погрешности при измерении оптической плотности в канале микропланшета	6.5	да	да
	-определение погрешности при измерении оптической плотности в канале кювет	6.6	да	да

Проверка электрического сопротивления изоляции и электрической прочности изоляции проводится после ремонта силовых блоков прибора сервис-инженером фирмы, авторизованной изготовителем.

Допускается проводить поверку только одного из каналов в том случае, если второй канал не используется.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2. При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в табл.2.

Таблица 2

Наименование средства поверки	Метрологические и основные технические характеристики
1. Комплект светофильтров поверочных КСП-01.	Спектральный диапазон 340 - 750 нм. Относительная погрешность измеренного значения оптической плотности не хуже $\pm 1,5\%$.
2. Комплект нейтральных светофильтров КС-105.	Спектральный диапазон 200-1000 мкм. Абсолютная погрешность измеренного значения коэффициента пропускания не хуже $\pm 0,5\%$
3. Мегаомметр типа М1101.	Номинальное напряжение 500 В, класс точности 1.
4. Установка для проверки электрической прочности изоляции, типа УПО-3000.	Мощность 0,25 кВА, выходное напряжение 1500 В, частота 50 Гц.

Допускается использование других средств поверки, допущенных к применению в РФ в установленном порядке, с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Используемые средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|------------------------------------------|-------------------------------|
| диапазон температуры окружающей среды | $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$; |
| диапазон атмосферного давления | от 84 до 106,7 кПа; |
| диапазон относительной влажности воздуха | от 45 до 80 %; |
| напряжение питания | $(220 \pm 22)\text{В}$; |
| частота питания переменного тока | $(50 \pm 1) \text{Гц}$. |
- Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) перед проведением поверки прибор следует выдержать при температуре поверки в течение не менее двух часов;
- 2) поверяемые приборы должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого фотометра следующим требованиям:

- комплектность должна соответствовать техническому описанию и инструкции по эксплуатации;
- не допускаются дефекты корпуса, нечеткая маркировка или отсутствие маркировки клавиш управления на лицевой панели;

6.2. Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку проводить в нормальных условиях при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и Проверку сопротивления изоляции первичных электрических цепей спектрофотометра проводить мегаомметром М4100-3, который подключать между контактом заземления прибора и каждым контактом вилки. Кнопка "Сеть" должна находиться в выключенном состоянии, сетевые предохранители должны быть вынуты. относительной влажности не более 80 %.

Через одну минуту после приложения измерительного напряжения зафиксировать по шкале мегаомметра величину сопротивления изоляции. Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.2., если сопротивление изоляции не менее 20 МОм

6.3. Проверка электрической прочности изоляции

Проверку электрической прочности изоляции проводить на пробойной установке УПУ-1М при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 80 %.

Испытательное напряжение частотой 50 Гц прикладывать между соединенными вместе сетевыми контактами и контактом заземления поверяемого спектрофотометра. Испытательное напряжение повышается плавно, начиная с нуля до 1500 В со скоростью, допускающей возможность отсчета показаний вольтметра, но не менее 100 В/с. Изоляцию выдерживают под воздействием испытательного напряжения в течение 1 мин. Затем напряжение снижается до нуля с такой же скоростью.

Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п.6.3., если за время испытаний отсутствовали пробой или поверхностный разряд.

6.4 . Опробование

6.4.1. Включить питание прибора. Убедиться, что прибор успешно прошел самопроверку, автоматически проводимую при включении.

6.5 Определение относительной погрешности спектрофотометра при измерении оптической плотности в канале микропланшета.

6.5.1. Определение проводится с помощью светофильтров поверочных КСП-01. Определение погрешности проводится на длинах волн, указанных в свидетельстве о поверке светофильтров.

6.5.2. Установить планшет со светофильтрами в спектрофотометр.

Измерить оптическую плотность контрольных светофильтров, используя программное обеспечение спектрофотометра. Порядок обращения к программе приведен в приложении 2 настоящей методики.

Измерения провести 3 раза, каждый раз заново помещая планшет с фильтрами в направляющие.

Вычислить разность между измеренными и действительными значениями оптической плотности светофильтра по формуле:

$$\Delta D_{\lambda ij} = D_{\lambda ij}^{\text{изм}} - D_{\lambda j}^{\text{пасп}}, \quad (1)$$

где $D_{\lambda j}^{\text{пасп}}$ - действительное значение оптической плотности контрольного светофильтра, указанное в свидетельстве о его поверке ($j=1 \dots n$)

где $D_{\lambda ij}^{\text{изм}}$ - результат i -го измерения оптической плотности j -го светофильтра ($i=1 - 3$).

6.5.3. Повторить операции по п.п. 6.5.2 для всех длин волн, указанных в свидетельстве о поверке на светофильтры.

6.5.4. Вычислить относительную погрешность фотометра (в процентах) по формуле:

$$\delta_{ij} = (\Delta D_{\lambda ij}) / (D_{\lambda j}^{\text{пасп}}) \times 100 \quad (2)$$

6.5.5. Для светофильтров, оптическая плотность которых $\geq 0,4$ вычислить относительную погрешность фотометра (в процентах) по формуле (2).

За величину относительной погрешности фотометра (δ) принимается наибольшее значение из всех полученных величин δ_{ij} .

6.5.6. За величину абсолютной погрешности (Δ) принимается наибольшее значение $\Delta D_{\lambda ij}$ (для светофильтров, оптическая плотность которых меньше 0,4).

6.5.7. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.5, если значение δ не превышает $\pm 3,0 \%$, а значение Δ не превышает $\pm 0,012$.

6.6 Определение относительной погрешности спектрофотометра при измерении оптической плотности в канале кюветы.

6.6.1. Определение проводится с помощью светофильтров КС-105. Определение погрешности проводится на длинах волн, указанных в свидетельстве о поверке светофильтров. Перед проведением измерений выполнить пересчет значений коэффициентов пропускания светофильтров, указанных в свидетельстве о поверке в оптическую плотность по формуле:

$$D = -\lg(T/100) \quad (3)$$

где: D- оптическая плотность

T- коэффициент пропускания, указанный в свидетельстве о поверке светофильтров

6.6.2. Установить светофильтр на место кюветы с образцом. Кювету для опорного образца извлечь из прибора.

Измерить коэффициент пропускания первого светофильтра из набора, используя программное обеспечение спектрофотометра. Порядок обращения к программе приведен в приложении 3 настоящей методики.

Измерения провести 3 раза, каждый раз заново помещая светофильтр в спектрофотометр.

Вычислить разность между измеренными и действительными значениями оптической плотности светофильтра по формуле:

$$\Delta D_{\lambda ij} = D_{\lambda ij}^{\text{изм}} - D_{\lambda j}^{\text{пасп}}, \quad (4)$$

где $D_{\lambda j}^{\text{пасп}}$ - действительное значение оптической плотности контрольного светофильтра, рассчитанное из значений T, указанных в свидетельстве о его поверки ($j=1 \dots n$)

где $D_{\lambda ij}^{\text{изм}}$ - результат i-го измерения оптической плотности j-го светофильтра ($i=1 \dots 3$).

6.6.3. Повторить операции по п.п. 6.5.5 для всех длин волн, указанных в свидетельстве о поверке на светофильтры.

6.6.4. Для светофильтров, оптическая плотность которых $\geq 0,4$ вычислить относительную погрешность фотометра (в процентах) по формуле (2).

За величину относительной погрешности фотометра (δ) принимается наибольшее значение из всех полученных величин δ_{ij} .

6.6.5. За величину абсолютной погрешности (Δ) принимается наибольшее значение $\Delta D_{\lambda ij}$ (для светофильтров, оптическая плотность которых меньше 0,4).

6.6.6. Прибор считается прошедшим поверку по п. 6.5, если значение δ не превышает $\pm 3,0 \%$, а значение Δ не превышает $\pm 0,012$.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки необходимо вести протокол поверки по форме, приведенной в приложении 1.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если спектрофотометр удовлетворяет требованиям настоящей инструкции по поверке.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной Госстандартом форме

7.4. Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие прибора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.5. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемый прибор: Спектрофотметр Multiskan Spectrum № _____ ,
выпущенный (отремонтированный) _____ (дата выпуска или ремонта, предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие).

2. Средства поверки.

3. Результаты поверки

Таблица

Наименование параметра	Допускаемое значение параметра по техническому описанию и инструкции по эксплуатации	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение о пригодности прибора поверяемым параметрам (годен, не годен)
1	2	3	4
1. Проведение внешнего осмотра	Визуально		
2. Опробование	Визуально		
3. Канал микропланшета			
Относительная погрешность при измерении оптической плотности, %			
Абсолютная погрешность при измерении оптической плотности, %			
4. Канал кювет			
Относительная погрешность при измерении оптической плотности, %			
Абсолютная погрешность при измерении оптической плотности, %			

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности)
№ _____

Поверитель

Дата поверки

Порядок обращения к программе при определении относительной погрешности спектрофотометра при измерении оптической плотности в канале микропланшета.

Включите прибор. Затем включите персональный компьютер и запустите программу Multiskan Spectrum.

Для начала измерения оптической плотности необходимо выполнить процедуру создания протокола в программе Multiskan Spectrum. Для этого выберите в основном окне управления прибором в меню команду Create New Protocol (Создать новый протокол). Появится новое окно диалога Reader Protocol (Протокол ридера) с несколькими закладками.

На закладке Options(Опции) установите переключатель в группе Read Options (Типы измерений) в поле Endpoint (Измерение по конечной точке). В группе переключателей Plate Type Options (Выбор типа планшета) установите переключатель в поле Microplate (Микропланшет). Затем в группе Plate Size (Размер планшета) установите переключатель в поле 96 Wells (96 лунок). В группе Read Points per Well (Количество измеряемых точек в лунке) возможно только единственное значение – 1. Оно устанавливается по умолчанию. В поле со списком Plate Selection (Выбор планшета) оставьте значение по умолчанию – 96 Wells Microplate (96-луночный микропланшет). В поле Protocol Name (Название Протокола) введите название протокола. Название файла может содержать до 256 символов. Если название файла содержит более 32 символов, то в поле Protocol Name (Название Протокола) будут видны только первые 32 символа.

На закладке Settings (Установки) в группе Photometric Data Save Options (Выбор сохранения данных фотометрии) установите флажок в поле Photometric Data Save (Сохранение данных фотометрии) и введите затем название файла в поле File Name (Название файла).

На закладке Endpoint (Измерение по конечной точке) введите значение длины волны в поле со списком Test Wavelength (Длина волны теста) в диапазоне от 200 до 1000 нм. Поле Ref. Wavelength (Контрольная длина волны) оставьте пустым.

Закладка Plate Map (Схема планшета) используется для указания лунок, в которых необходимо произвести измерения. Установите переключатель в группе в Plate Map Selection (Выбор схемы планшета) в поле Plate Map (Схема планшета), и выделите лунки, где необходимо произвести измерение, щелкнув мышью в одном углу выбранной области и протащив её, чтобы выделить участок, где должны производиться измерения. Например, если Вы щелкните мышью на поз. A1 и протащите курсор до G6, ряды A1-A6, B1-B6, C1-C6 и т.п. будут отмечены звездочкой.

Сохраните протокол, нажав кнопку ОК. Программа вернется в основное окно программы Multiskan Spectrum.

Нажмите на кнопку Plate out (выдвинуть каретку) в основном окне программы и установите планшет на каретку прибора. Планшет должен быть сориентирован так, чтобы позиция A1 находилась в верхнем левом углу каретки. Нажмите кнопку Plate in (втянуть каретку). Выберите протокол, который только что сохранили. Для этого выберите Open Existing Protocol (Открыть существующий протокол) в рабочей области. Выделите нужный протокол и нажмите Open (Открыть). Протокол высветится на дисплее, а также будет показан на программном дереве.

Нажмите клавишу Start (Пуск) для выполнения выбранного протокола. Если каретка находится в выдвинутом положении, она будет втянута внутрь прибора.

Во время считывания планшета появится информационное окно с описанием текущей операции. Чтобы остановить считывание планшета, нажмите клавишу Cancel (Отмена). Если Вы нажмете Cancel (Отмена), все данные, собранные к этому моменту, будут утеряны.

Когда планшет считан, на дисплее отобразится отчет, включающий в себя результаты для каждой лунки. Результаты измерения автоматически сохраняются в файле, который был указан на закладке Options (Опции) в корневой директории программы Multiskan Spectrum.

Клавиша Print (Печать) создает печатный протокол данных анализа.

Приложение 3

Порядок обращения к программе при определении абсолютной погрешности спектрофотометра при измерении коэффициентов пропускания в канале кюветы.

Откройте крышку кюветного отсека и установите светофильтр в гнездо. Закройте крышку.

Команда Quick Read (Быстрое считывание) используется, чтобы выбрать параметры для быстрого считывания абсорбции на одной длине волны в кюветах. В режиме Quick Read (Быстрое считывание), появляется диалоговое окно Quick Absorbance Reading (Быстрое считывание абсорбции).

Введите длину волны в указанное поле и нажмите клавишу Read (Читать). После считывания будет автоматически появляться отчет, в котором будет отражен результат измерения оптической плотности.