ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО МЕТРОЛОГИИ

**Р 50.2.064—
2009**

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

2 ВНЕСЕНЫ Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1048-ст

4 Настоящие рекомендации по метрологии разработаны с учетом основных нормативных положений международных рекомендаций МОЗМ Р 135 «Спектрофотометры для медицинских лабораторий»

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящих рекомендаций, изменениях и поправках к ним, а также тексты изменений и поправок публикуются в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2010

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины, определения и сокращения . . . 2
4 Операции поверки . . . 2
5 Средства поверки . . . 2
6 Требования к квалификации поверителей . . . 3
7 Требования безопасности . . . 3
8 Условия поверки . . . 3
9 Подготовка к поверке . . . 3
10 Проведение поверки . . . 3
10.1 Внешний осмотр . . . 3
10.2 Опробование . . . 3
10.3 Проверка спектрального диапазона . . . 3
10.4 Проверка диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) . . . 3
10.5 Определение погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) . . . 3
10.6 Определение погрешности установки длины волны . . . 4
10.7 Определение разрешающей способности . . . 5
10.8 Определение уровня рассеянного излучения . . . 5
10.9 Проверка стабильности . . . 5
11 Оформление результатов поверки . . . 5
Приложение А (обязательное) Форма протокола поверки . . . 6
Библиография . . . 7

Р Е К О М Е Н Д А Ц И И П О М Е Т Р О Л О Г И И

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Spectrophotometers for medical laboratories. Methods for verification

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на спектрофотометры для измерений оптической плотности, используемые в клинических лабораториях для определения концентрации составляющих в образцах крови, сыворотки, плазмы, мочи фотометрическим методом и устанавливают методику их первичной и периодической поверок.

Примечание — При невозможности поверки какого-либо спектрофотометра в соответствии с настоящими рекомендациями его поверку проводят по методике поверки, приведенной в руководстве по эксплуатации на конкретный спектрофотометр.

Рекомендуемый межповерочный интервал — 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 50267.0—92 (МЭК 601-1—88) Изделия медицинские электрические. Часть 1. Общие требования безопасности

ГОСТ 8.395—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 8.557—2007 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания в диапазоне длин волн 0,2—50,0 мкм, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн 0,2—20,0 мкм

ГОСТ 8.588—2006 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений оптической плотности материалов

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяют в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины, определения и сокращения

В настоящих рекомендациях применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 поверка средств измерений: Установление органом государственной метрологической службы (или другим официально уполномоченным органом, организацией) пригодности средства измерений к применению на основании экспериментально определяемых метрологических характеристик и подтверждение их соответствия установленным обязательным требованиям по [1].

3.2 диапазон измерений: Область значений измеряемой величины, в пределах которой нормированы пределы допускаемых погрешностей измерений этой величины спектрофотометром по [1].

3.3 погрешность результата измерений: Отклонение результата измерения от истинного (действительного) значения измеряемой величины по [1].

3.4 абсолютная погрешность измерений: Погрешность измерения, выраженная в единицах измеряемой величины по [1].

3.5 случайная погрешность измерений: Составляющая погрешности результата измерения, изменяющаяся случайным образом (по значению и знаку) при повторных измерениях, проведенных с одинаковой тщательностью, одной и той же физической величины по [1].

UV — ультрафиолетовый диапазон;

VIS — видимый диапазон.

4 Операции поверки

При проведении поверки выполняют следующие операции:

Внешний осмотр	10.1
Опробование	10.2
Проверка спектрального диапазона	10.3
Проверка диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности)	10.4
Определение погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности)	10.5
Определение погрешности при установке длин волн	10.6
Определение разрешающей способности	10.7
Определение уровня рассеянного излучения	10.8
Проверка стабильности	10.9

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки должны быть использованы средства измерений, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование средства измерений	Номер пункта рекомендаций	Номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
Комплект(ы) светофильтров поверочных(е); жидкий фильтр — калия бихромат в хлорной кислоте ($K_2Cr_2O_7$ в $HClO_4$)	10.4, 10.5	По ГОСТ 8.557 и ГОСТ 8.588 С известными линиями поглощения
Лампа ДРГС-12	10.6, 10.7	ОДО.337.185 ТУ [3]
Жидкий фильтр толуол $C_6H_5CH_3$ в *n*-гексане в комбинации с *n*-гексановым фильтром	10.7	С известными линиями поглощения

5.2 Средства измерений должны иметь свидетельство о поверке.

5.3 Допускается применение средств измерений других типов, обеспечивающих заданные метрологические характеристики.

6 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, прошедших специальную подготовку по техническому и метрологическому обслуживанию спектрофотометров и аттестованных в соответствии с [2].

7 Требования безопасности

При поверке необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ Р 50267.0.

8 Условия поверки

При поверке соблюдают следующие условия по ГОСТ 8.395:
температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
относительная влажность не более 80 %;
атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

9 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки спектрофотометр и средства поверки подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации их.

10 Проведение поверки

10.1 Внешний осмотр

10.1.1 При внешнем осмотре спектрофотометра устанавливают:

- отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность;
- наличие маркировки с указанием типа и серийного номера спектрофотометра, а также знака утверждения типа;
- наличие комплектности спектрофотометра в соответствии с требованиями технической документации производителя (изготовителя).

10.1.2 Спектрофотометр, не удовлетворяющий требованиям 10.1.1, к поверке не допускают.

10.2 Опробование

10.2.1 Опробование спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по эксплуатации на него.

10.2.2 Спектрофотометр, не удовлетворяющий требованиям 10.2.1, к поверке не допускают.

10.3 Проверка спектрального диапазона

Спектральный диапазон спектрофотометра создают интерференционные фильтры, входящие в его состав, или дифракционные решетки, которые обеспечивают воспроизведение минимального спектрального диапазона спектрофотометра от 340 до 800 нм.

Проверку спектрального диапазона измерений спектрофотометра совмещают с определениями погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптическую плотность) (10.5).

10.4 Проверка диапазона измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности)

Проверку диапазона измерений коэффициента пропускания (оптической плотности) совмещают с определениями погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (10.5). Минимальный диапазон измерений оптической плотности должен быть от 0 до 2Б.

10.5 Определение погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности)

10.5.1 Погрешность измерений спектрального коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) определяют с помощью поверочного комплекта светофильтров в соответствии с тре-

бованиями ГОСТ 8.557 и ГОСТ 8.588 на рабочих длинах волн спектрофотометра, значения которых указаны в руководстве по эксплуатации его.

10.5.2 Устанавливают каждый светофильтр в измерительную ячейку спектрофотометра и измеряют коэффициент направленного пропускания (оптической плотности) светофильтра на рабочих длинах волн, начиная с наименьшей длины волны.

Измерения проводят не менее чем на трех рабочих длинах волн, в начале, середине и конце диапазона значений оптической плотности светофильтров.

10.5.3 Среднее значение коэффициента направленного пропускания, % (оптической плотности, Б) для каждого светофильтра A рассчитывают по формуле

$$\overline{A} = \sum A_i/n, \quad (1)$$

где A_i — измеренное значение коэффициента направленного пропускания, % (оптической плотности, Б);

n — число измерений, равное 15.

10.5.4 Значение абсолютной случайной составляющей погрешности S (СКО) измерения коэффициента направленного пропускания, % (оптической плотности, Б) рассчитывают по формуле

$$S = \sqrt{\sum^{n-15} (A_i - \overline{A})^2 / (n-1)}, \% \text{ (Б)}. \quad (2)$$

10.5.5 Спектрофотометр признают прошедшим поверку, если выполняются неравенства

$$\begin{aligned} \overline{A} + kS &\le A_{ref} + e, \\ \overline{A} - kS &\ge A_{ref} - e, \end{aligned} \quad (3)$$

где $k = 2{,}95$ при доверительной вероятности $p = 0{,}95$ и $n = 15$;

A_{ref} — значение коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) светофильтра, приведенное в свидетельстве о поверке;

e — погрешность определения коэффициента направленного пропускания (оптической плотности) светофильтра, значение которой приведено в свидетельстве на него.

При этом верхний предел для измеренного значения оптической плотности каждого светофильтра должен быть, Б — $0{,}03\,A_{ref} + 0{,}01$, а нижний — $0{,}03\,A_{ref} - 0{,}01$.

10.6 Определение погрешности установки длины волны

10.6.1 Погрешность при установке длины волны определяют с использованием ртутной лампы (ламп), эмиссионный пик (пики) которой является референтным. Если в спектрофотометре невозможна установка лампы, то используют референтные фильтры с известными линиями поглощения, например гольмиевый. Спектр поглощения должен быть измерен с шагом $\le 0{,}1$ нм. Выбирают три различных пика для тестирования во всем диапазоне длин волн. Длину волны каждого из выбранных пиков измеряют на спектрофотометре n раз.

10.6.2 Среднее значение $\overline{\lambda}$ по результатам измерений длины волны для каждого пика рассчитывают по формуле

$$\overline{\lambda} = \frac{\sum^{n-15} \lambda_i}{n}, \quad (4)$$

где λ_i — измеренное значение длины волны, нм;

n — число измерений, равное 15.

10.6.3 Значение абсолютной случайной составляющей погрешности S (СКО) измерения длины волны рассчитывают по формуле

$$S = \sqrt{\sum^{n-15} (\lambda_i - \overline{\lambda})^2 / (n-1)}, \text{ нм}. \quad (5)$$

10.6.4 Спектрофотометр признают прошедшим поверку, если выполняются неравенства

$$\begin{aligned} \overline{\lambda} + kS &\le \lambda_{ref} + 1 \text{ нм}, \\ \overline{\lambda} - kS &\ge \lambda_{ref} - 1 \text{ нм}, \end{aligned} \quad (6)$$

где $k = 2{,}95$ при доверительной вероятности $p = 0{,}95$ и $n = 15$;

λ_{ref} — значение длины волны светофильтра, приведенное в свидетельстве о поверке или эмиссионного пика ртутной лампы.

Значение абсолютной погрешности установки длины волны не должно превышать 1 нм.

Этот способ определения погрешности установки длины волны не может быть точным для спектрофотометров, источником излучения в которых являются лампы с линейным спектром.

В случае использования интерференционных фильтров в спектрофотометре определяют спектральную ширину используемого интерференционного фильтра на половине высоты пика пропускания с помощью спектрометра с высоким разрешением, для чего интерференционный фильтр извлекают из спектрофотометра.

10.7 Определение разрешающей способности

10.7.1 Разрешающую способность определяют с использованием ртутной лампы, эмиссионные пики которой являются референтными. Длину волны выбранной линии измеряют 15 раз и рассчитывают среднее значение $\bar{\lambda}$, определяют разность $\Delta\lambda$ между средним и референтным значениями. Разрешающую способность (R) спектрофотометра определяют по формуле

$$R = \lambda_{ref.\ Hg}/\Delta\lambda, \quad (7)$$

где $\lambda_{ref.\ Hg}$ — значение длины волны референтного пика.

Разрешающая способность спектрофотометра должна быть не менее 200.

Если в спектрофотометре невозможна установка лампы, то используют референтные фильтры с известными линиями поглощения, например в UV и VIS диапазонах жидкий фильтр толуол $C_6H_5CH_3$ в *n*-гексане в комбинации с *n*-гексановым референтным фильтром, имеющим линии поглощения на длинах волн 269 нм и 266 нм. Длину волны каждой линии измеряют 15 раз и рассчитывают среднее значение $\bar{\lambda}$.

Спектрофотометр признают прошедшим поверку, если разница между средним и референтным значениями $\Delta\lambda > 1{,}5$ нм.

Разрешающую способность спектрофотометра с интерференционными фильтрами определяют как спектральную ширину на полувысоте максимального уровня пропускания светофильтра.

10.8 Определение уровня рассеянного излучения

10.8.1 Уровень рассеянного излучения определяют с помощью двух референтных светофильтров, при использовании которых поглощение светового потока максимально. Спектрофотометр признают прошедшим поверку, если уровень рассеянного излучения 2 %.

10.9 Проверка стабильности

10.9.1 Стабильность работы сфектрофотометра проверяют по 10.5 и 10.6 после 24 часов и 48 часов работы спектрофотометра, используя один референтный фильтр 1Б, измерения проводят в середине спектрального диапазона. Погрешность при измерении коэффициента направленного пропускания не превышает $(0{,}03A_{ref} + 0{,}01)$ Б (10.5). Погрешность установки длины волны не должна превышать 1 нм (10.6).

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты измерений заносят в протокол, форма которого приведена в приложении А.

11.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с [3].

11.3 Спектрофотометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций к выпуску и эксплуатации не допускают, на них выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с [3].

Приложение А
(обязательное)

Форма протокола поверки

Протокол
поверки _____
наименование спектрофотометра

от «___»_____200_ г.

1. Общие данные о поверяемом средстве измерений
Наименование СИ, предприятие-изготовитель, заводской номер;
владелец средства измерений (наименование предприятия, ИНН/КПП)
2. Условия проведения поверки:
температура окружающего воздуха _____ °С
относительная влажность воздуха _____%
атмосферное давление _____ кПа
3. Средства поверки (тип и номер эталонного средства поверки, погрешность), наименование методики поверки, согласованной _____ в установленном порядке
4. Внешний осмотр _____
5. Опробование _____
6. Метрологические характеристики:
- спектральный диапазон _____ нм
- диапазон измерений коэффициента пропускания (оптической плотности) _____ % (Б)
- погрешность измерений коэффициента пропускания (оптической плотности) _____ %, (Б)
- погрешность при установке длин волн _____ нм
- разрешающая способность _____
- уровень рассеянного излучения _____
7. Результаты поверки:
Метрологические характеристики спектрофотометра соответствуют (не соответствуют) требованиям _____

По результатам поверки спектрофотометр признан пригодным (непригодным) к применению в качестве рабочего средства измерений.

Выдано свидетельство о поверке _____

Срок очередной поверки «____»_____200____ года.

Поверитель _____ _____
подпись фамилия, И.О.

Библиография

[1] РМГ 29—99 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] ПР 50.2.012—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок аттестации поверителей средств измерений

[3] ПР 50.2.006—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

УДК 535.3.089.6:006.354 ОКС 17.020 Т 88.10

Ключевые слова: спектрофотометр, лаборатория медицинская, поверка

Рекомендации по метрологии

Государственная система обеспечения единства измерений

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ

Методика поверки

Р 50.2.064—2009

Редактор *Е.В. Дербикова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.11.2010. Подписано в печать 30.11.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 136 экз. Изд. № 3954/4. Зак. 970.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru