

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



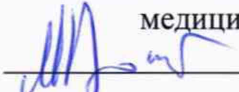
Государственная система обеспечения единства измерений


Анализаторы биохимические автоматические BioChem

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-244-0008-2020

И.о. руководителя научно-исследовательского
отдела госэталонов и стандартных образцов
в области биоаналитических и
медицинских измерений


Вонский М.С.

Руководитель сектора
Чубанов А.А.


Санкт-Петербург
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы биохимические автоматические BioChem, (далее - анализаторы) предназначенные для измерения содержания глюкозы, мочевины, холестерина, а также, ионов (Ca^{2+}) в биологических жидкостях.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость применяемых эталонов единиц величин к государственному первичному эталону ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ176-2019 в части измерения содержания кальция, к государственному первичному эталону ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ208-2019 в части измерения содержания глюкозы, мочевины и холестерина.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - прямые измерения поверяемым анализатором величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки по отдельным определяемым компонентам (на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку, оформленного в произвольной форме).

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

2 Перечень операций поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование: - проверка общего функционирования -подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.2	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик: 4.1. Определение относительной погрешности и диапазона измерений молярной (массовой) концентрации глюкозы, мочевины, холестерина и ионов кальция (Ca^{2+})	п. 6.3	Да	Да

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

3 Требования к условиям поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +10 до +30;
- диапазон значений атмосферного давления, кПа от 86 до 106;
- диапазон значений относительная влажность воздуха, % от 20 до 85.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускают лиц, удовлетворяющих требованиям, прошедших инструктаж по технике безопасности и изучивших эксплуатационную документацию на поверяемые системы и средства их поверки и настоящие рекомендации.

5 Метрологические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3	СО молярной концентрации холестерина в крови (регистрационный номер в федеральном информационном фонде ГСО 9913-2011)
	СО состава водного раствора ионов кальция (регистрационный номер в федеральном информационном фонде ГСО 8065-94/8067-94)
	Глюкоза кристаллическая, квалификация «чда», ГОСТ 6038-79
	Мочевина, квалификация «чда», ГОСТ 6691-77
	Весы электронные МВ210-А (регистрационный номер в федеральном информационном фонде 26554-04)
6.1	Термогигрометр ИВА-6 (регистрационный номер в федеральном информационном фонде 46434-11)

5.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с соотношением точностей, предусмотренным п. 5.4.

5.3 Все средства поверки должны иметь действующие сведения о поверке и паспорта ГСО, свидетельствующие о пригодности к применению применяемых ГСО на момент поверки.

5.4 Соотношение пределов допускаемой погрешности воспроизведения единиц измеряемых величин и пределов допускаемой погрешности измерений средствами измерений не должно быть более 1/3.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности, указанные в Правилах по охране труда при эксплуатации электроустановок (Приказ Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 г. N 903н) и руководств по эксплуатации на поверяемую систему и средства поверки.

6.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр поверяемой системы и средств поверки с целью определения целостности питающих кабелей для безопасности включения их в сеть.

6.3 Перед включением в сеть системы и средств поверки, они должны быть заземлены в случае наличия соответствующих требований, указанных в руководствах по эксплуатации.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализатор.

6.5 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

7 Требования к проведению подготовительных работ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- калибровку и другие регламентные работы согласно Руководству по эксплуатации анализатора;

- готовят поверочные растворы согласно приложениям Б и В настоящей методики поверки (методики приготовления поверочных растворов глюкозы и мочевины), паспортам и инструкциям по применению ГСО 9913-2011 СО молярной концентрации холестерина в крови и ГСО 8065-94/8067-94 СО состава водного раствора ионов кальция.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяется на соответствие следующим требованиям:

- проверка соответствия внешнего вида СИ описанию типа СИ;
- проверка наличия знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- контроль соблюдения требований по защите СИ от несанкционированного доступа, указанных в описании типа СИ;
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- определение исправности и электрической безопасности включения в сеть анализатора.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование.

8.2.1. При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации компании-изготовителя.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Программное обеспечение анализаторов моделей FC-120, FC-200, идентифицируется на экране после включения анализатора и завершения функции самопроверки (на запрос «Убрать кюветы» необходимо принять «Нет») путем вывода на экран номера версии ПО. Программное обеспечение анализаторов модель FC-360 идентифицируется на экране после включения анализатора.

Результат проверки считают положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным в описании типа.

8.4 Определение метрологических характеристик анализатора. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Определение относительной погрешности и диапазона измерений молярной (массовой) концентрации глюкозы, мочевины, холестерина и ионов кальция (Ca^{2+}).

Определение относительной погрешности и диапазона измерений молярной (массовой) концентрации глюкозы, мочевины, холестерина и ионов кальция проводят путем сравнения значений молярной (массовой) концентрации глюкозы, мочевины, холестерина и ионов кальция в поверочных растворах с расчетными значениями.

Для каждого поверочного раствора, подготовленного согласно разделу 5 данной методики поверки, проводят по два независимых измерения.

Относительную погрешность измерений рассчитывают для каждого измеренного значения молярной (массовой) концентрации поверочных растворов по формуле (1):

$$\delta_c = \frac{C_{i,изм} - C_{i,0}}{C_{i,0}} \cdot 100 \% \quad (1)$$

где $C_{i,изм}$ – значение молярной (массовой) концентрации поверочных растворов, измеренное анализатором, ммоль/дм³ (мг/дм³);

$C_{i,0}$ – расчетное значение молярной (массовой) концентрации поверочных растворов, ммоль/дм³ (мг/дм³).

За относительную погрешность измерений молярной (массовой) концентрации глюкозы, мочевины, холестерина и ионов кальция (Ca^{2+}) принимают максимальное значение, рассчитанное по формуле 1.

9. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Результаты поверки считаются положительными, если значение относительной погрешности не превышает:

- ± 15 % во всем диапазоне измерений молярной концентрации глюкозы, мочевины, холестерина;
- ± 10 % во всем диапазоне измерений молярной концентрации ионов кальция.

10. Оформление результатов поверки

10.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения А, в котором указывается о соответствии анализатора установленным требованиям.

10.2. Результаты поверки считаются положительными, если система удовлетворяет всем требованиям описания типа. Аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) заносит данные в ФИФ, и (или) выдает свидетельства о поверке (по запросу заявителя), оформленные в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке.

10.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора хотя бы одному из требований описания типа. Отрицательные результаты поверки заносятся в ФИФ с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на ГСО	Метрологические характеристики, срок годности ГСО

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от +10 до +30	
Атмосферное давление, кПа	от 86 до 106	
Относительная влажность воздуха, %	от 20 до 85	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения _____
4. Определение метрологических характеристик
- 4.1 Определение относительной погрешности анализатора при измерении молярной концентрации глюкозы, мочевины, холестерина, а также, ионов (Ca²⁺)

Наименование параметра / единица измерений	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Измеренное значение	Значение относительной погрешности, полученное при поверке, %
Молярная (массовая) концентрация глюкозы, ммоль/л	±15		
Молярная (массовая) концентрация мочевины, ммоль/л	±15		
Молярная (массовая) концентрация холестерина, ммоль/л	±15		
Молярная (массовая) концентрация ионов Ca ²⁺ , ммоль/л	±10		

Заключение о соответствии установленным требованиям: _____.

На основании результатов поверки выдано¹:

свидетельство о поверке/извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____
 ФИО Подпись Дата

Методика приготовления поверочных растворов глюкозы**1. Назначение и область применения методики**

Методика регламентирует приготовление поверочных растворов глюкозы с массовой концентрацией 90, 250, 1000, 3500 и 5000 мг/л.

2. Метрологические характеристики.

2.1. Массовая (молярная) концентрация глюкозы:

- в растворе №1: 90 мг/дм³ (0,50 ммоль/л);
- в растворе №2: 250 мг/дм³ (1,39 ммоль/л);
- в растворе №3: 1000 мг/дм³ (5,55 ммоль/л);
- в растворе №4: 3500 мг/дм³ (19,4 ммоль/л);
- в растворе №5: 5000 мг/дм³ (27,8 ммоль/л);

2.2. Погрешность приготовления поверочных растворов составляет $\pm 5\%$ при $P=0,95$.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1. Средства измерений:

- весы электронные МВ210-А (регистрационный номер в ФИФ 26554-04)

3.2. Вспомогательное оборудование:

- колбы 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- стакан Н-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82;
- электрошкаф вакуумно-сушильный, диапазон температур от 0 до 300 °С

3.3. Реактивы:

- глюкоза кристаллическая, квалификация «чда», ГОСТ 6038-79
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- бензойная кислота К-3 (ОСЧ-ОП-3).

4. Процедура приготовления.

4.1. Подготовка раствора.

4.1.1. Глюкозу предварительно высушивают до постоянной массы при 37 °С и хранят в эксикаторе.

4.1.2. Подготовка флаконов.

Флаконы моют теплой водой, удаляя имеющиеся налеты на стенках с помощью ершика. Затем флаконы опускают в хромовую смесь на один час. Слив хромовую смесь, флаконы оставляют на несколько минут, после чего промывают вначале водопроводной водой, а затем 3-4 раза ополаскивают дистиллированной водой. Флаконы помещают в сушильный шкаф, сушат в течении 2-3 часов при температуре (80-110) °С.

4.2. Приготовление растворов.

4.2.1. Готовят 0,2 % раствор бензойной кислоты (консервант). Для приготовления 1 л 0,2 % раствора бензойной кислоты в стакан Н-1-1000 ТХС вливают 2 мл бензойной кислоты К-3 (ОСЧ-ОП-3), затем доводят объем раствора до 1000 мл дистиллированной водой.

4.2.2. Готовят раствор глюкозы 5000 мг/л (27,8 ммоль/л) (поверочный раствор № 5). Для этого 5,0 г глюкозы растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты и доводят объем раствора до 1000 мл.

4.2.3. Готовят раствор глюкозы 3500 мг/л (19,4 ммоль/л) (поверочный раствор № 4). Для этого 3,5 г глюкозы растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты и доводят объем раствора до 1000 мл.

4.2.4. Готовят раствор глюкозы 1000 мг/л (5,55 ммоль/л) (поверочный раствор № 3). Для этого 1,0 г глюкозы растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты и доводят объем раствора до 1000 мл.

4.2.5. Готовят раствор глюкозы 250 мг/л (1,39 ммоль/л) (поверочный раствор № 2). Для этого 250 мг глюкозы растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты и доводят объем раствора до 1000 мл.

4.2.6. Готовят раствор глюкозы 90 мг/л (0,50 ммоль/л) (поверочный раствор № 1). Для этого 90 мг глюкозы растворяют в 400 мл раствора 0,2 % бензойной кислоты и доводят объем раствора до 1000 мл.

4.2.7. Укупорка флаконов. Поверочные растворы заливают в стеклянные флаконы объемом по 10 мл и укупоривают предварительно простерилизованными резиновыми пробками.

5. Требования безопасности.

При работе с хромовой смесью и бензойной кислотой необходимо надевать одноразовые резиновые перчатки.

При попадании раствора на кожу необходимо смыть его водой.

Приготовленные растворы предназначены только для применения *in vitro*.

6. Условия хранения.

Поверочные растворы хранят при температуре от 2 до 8 °С в холодильнике в течение 5 дней.

Методика приготовления поверочных растворов мочевины**1. Назначение и область применения методики**

Методика регламентирует приготовление поверочных растворов мочевины с массовой концентрацией 60, 150, 300, 1800, 3600 и 4800 мг/л.

2. Метрологические характеристики.

2.1. Массовая (молярная) концентрация мочевины:

- в поверочном растворе №1: 60 мг/л (1,0 ммоль/л);
- в поверочном растворе №2: 150 мг/л (2,5 ммоль/л);
- в поверочном растворе №3: 300 мг/л (5,0 ммоль/л).
- в поверочном растворе №4: 1800 мг/л (30 ммоль/л);
- в поверочном растворе №5: 3600 мг/л (60 ммоль/л);
- в поверочном растворе №6: 4800 мг/л (80 ммоль/л).

2.2. Погрешность приготовления поверочных растворов составляет: $\pm 5\%$ при $P=0,95$.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1. Средства измерений:

- весы электронные МВ210-А (регистрационный номер в ФИФ 26554-04)

3.2. Вспомогательное оборудование:

- колбы 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- стакан Н-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82;
- электрошкаф вакуумно-сушильный, диапазон температур от 0 до 300 °С

3.3. Реактивы:

- мочевина, квалификация «чда», ГОСТ 6691-77;
- натрий хлористый, квалификация «чда», ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79.

4. Процедура приготовления.

4.1. Подготовка к приготовлению растворов.

4.1.1. Мочевину предварительно высушивают до постоянной массы при 37 °С и хранят в эксикаторе.

4.1.2. Подготовка флаконов.

Флаконы моют теплой водой, удаляя имеющиеся налеты на стенках с помощью ершика. Затем флаконы опускают в хромовую смесь на один час. Слив хромовую смесь, флаконы оставляют на несколько минут, после чего промывают вначале водопроводной водой, а затем 3-4 раза ополаскивают дистиллированной водой. Флаконы помещают в сушильный шкаф. Сушку проводят 2-3 часа при температуре (80 -110) °С.

4.2. Приготовление растворов.

4.2.1. Готовят 1 л вспомогательного 0,85 % раствора хлористого натрия. Для этого взвешивают 8,5 г хлористого натрия и растворяют в 400 мл дистиллированной воды, затем доводят объем раствора до 1000 мл в мерной колбе.

4.2.2. Готовят раствор мочевины 4800 мг/л (поверочный раствор № 6). Для этого 4,8 г мочевины растворяют в 1000 мл 0,85 % раствора хлористого натрия.

4.2.3. Готовят 1 л вспомогательного 0,85 % раствора хлористого натрия. Для этого взвешивают 8,5 г хлористого натрия и растворяют в 400 мл дистиллированной воды, затем доводят объем раствора до 1000 мл в мерной колбе.

4.2.4. Готовят раствор мочевины 3600 мг/л (поверочный раствор № 5). Для этого 3600 мг мочевины растворяют в 1000 мл 0,85 % раствора хлористого натрия.

4.2.5. Готовят раствор мочевины 1800 мг/л (поверочный раствор № 4). Для этого раствор № 5 разбавляют 0,85 % раствором хлористого натрия в 2 раза.

4.2.6. Готовят раствор мочевины 300 мг/л (поверочный раствор № 3). Для этого раствор № 4

разбавляют 0,85 % раствором хлористого натрия в 6 раз.

4.2.7. Готовят раствор мочевины 150 мг/л (поверочный раствор № 2). Для этого раствор № 3 разбавляют 0,85 % раствором хлористого натрия в 2 раза.

4.2.8. Готовят 1 л вспомогательного 0,85 % раствора хлористого натрия. Для этого взвешивают 8,5 г хлористого натрия и растворяют в 400 мл дистиллированной воды, затем доводят объем раствора до 1000 мл в мерной колбе.

4.2.9. Готовят раствор мочевины 60 мг/л (поверочный раствор № 1). Для этого 60 мг мочевины растворяют в 1000 мл 0,85 % раствора хлористого натрия.

4.2.10. Укупорка флаконов.

Поверочные растворы разливают в стеклянные флаконы объемом по 10 мл и укупоривают предварительно простерилизованными резиновыми пробками.

5. Требования безопасности.

При работе с хромовой смесью необходимо надевать одноразовые резиновые перчатки.

При попадании раствора на кожу необходимо смыть его водой.

Приготовленные растворы предназначены только для применения *in vitro*.

6. Условия хранения.

Поверочные растворы хранят при температуре от 2 до 8 °С в холодильнике в течение 5 дней.