

На основу члана 33. став 1. Закона о мерним јединицама и мерилима ("Службени лист СРЈ", бр. 80/94, 28/96 и 12/98), директор Савезног завода за мере и драгоцене метале прописује

Правилник о метролошким условима за спектрофотометре за употребу у медицини мерила спектралног коефицијента пропустљивости

Правилник је објављен у "Службеном листу СРЈ", бр. 7/2002 од 6.2.2002. године.

I. ОСНОВНЕ ОДРЕДБЕ

Члан 1.

Овим правилником прописују се метролошки услови које морају испуњавати спектрофотометри за употребу у медицини, мерила спектралног коефицијента пропустљивости (у даљем тексту: спектрофотометри) у опсегу таласних дужина од 340 nm до 800 nm, који се користе у лабораторијама клиничке хемије за анализу узорака извађених из људског тела, припремљених у облику раствора у оптичким ћелијама (киветама).

Утицај на тачност мерења спектрофотометара аутоматског припремања и аутоматског узорковања није прописан овим правилником.

Овај правилник не односи се на спектрофотометре са системима мониторинга уз болнички кревет и самопроверавајућим системима мониторинга, рефлексивне спектрофотометре и атомске апсорпционе спектрофотометре.

Метролошки услови из става 1. овог члана означавају се скраћено МУС. 18 МС 0302-01.

Члан 2.

Спектрофотометри се према начину бирања таласних дужина деле на:

1) спектрофотометре са специфицираним бирачима пропусног опсега, реализованих у виду апсорпционих интерферентних филтера;

2) спектрофотометре са континуалном променом таласних дужина (монохроматор). Призме или дифракционе решетке расподељују спектар оптичког зрачења, а прорез омогућава пролазак само једног уског дела оптичког зрачења. Ширина прореза утиче на спектралну резолуцију спектрофотометра;

3) спектрофотометре са симултаним мерењем целокупног спектра оптичког зрачења (полихроматори). Оптичка ћелија (кивета) претходи бирачу таласних дужина. Призме или дифракционе решетке просторно расподељују спектар пропуштеног оптичког зрачења, а свака компонента из низа од неколико стотина фотодиода бира и детектује уску област таласних дужина симултано са осталима.

Члан 3.

Поједини изрази и дефиниције имају следећа значења:

1) апсорпција представља трансформацију енергије интеракцијом са материјом у друге видове енергије;

2) упадни флуks Φ_0 (ознака јединице: W) представља флуks зрачења који доспева до спољне површине медијума;

3) пропуштени флуks Φ_{tr} (ознака јединице: W) представља флуks зрачења који је прошао кроз медијум;

4) коефицијент пропустљивости

(бездимензиона јединица) представља однос између пропуштеног и упадног флуksа зрачења;

5) коефицијент апсорпције

(бездимензиона јединица) представља логаритам (за основу десет) реципрочне вредности коефицијента пропустљивости;

6) дужина оптичког пута b (ознака јединице: cm) представља растојање које пређе флуks зрачења између улазних и излазних површина раствора који се налази у оптичкој ћелији (кивети);

7) количина концентрације супстанце C (ознака јединице: mol/l) представља однос између количине супстанце која је растворена (растворак) и запремине раствора;

8) специфични моларни коефицијент апсорпције

(ознака јединице $\text{cm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{L}$) представља коефицијент апсорпције за коју се дужина оптичког пута обично изражава у центиметрима, а концентрација у молима супстанце (растворка) у једном литру раствора;

9) Bouguer-Lambert -ов и Beer -ов закон:

Коефицијент апсорпције A пропорционалан је дужини оптичког пута b и количини концентрације супстанце C . Кад се уведе специфични моларни коефицијент апсорпције ε добија се

(бездимензиона јединица);

10) флуks кроз узорак Φ_s (ознака јединице: W) представља флуks монохроматског зрачења који пропусти оптичка ћелија (кивета) са раствором на којој се врше мерења и који доспева до детектора;

11) референтни флуks Φ_r (ознака јединице: W) представља флуks монохроматског зрачења пропуштен кроз оптичку ћелију (кивету) са раствором узетим за референтни и који доспева до детектора;

12) раствор узорка представља део флуида узет из система и намењен да обезбеди информацију о карактеристикама система;

13) референтни раствор представља раствор сличан раствору узорка, који не садржи растворак (нпр само растварач);

14) стандардни раствор представља раствор познате концентрације растворка који се користи за мерења заснована на придруженим референтним вредностима и за интерну контролу мерења коефицијента апсорпције;

15) раствор за интеркомпарације представља раствор намењен за спољну контролу мерења коефицијента апсорпције организационим интеркомпаративним мерењима. Придružена референтна вредност коефицијента апсорпције овог узорка показана је само организатору интеркомпарације;

16) референтни материјал за коефицијент апсорпције представља хомоген материјал са утврђеним коефицијентом апсорпције који се користи за еталонирање спектрофотометара. Може бити течан или чврст (нпр стаклени филтер);

17) оверени референтни материјал за коефицијент апсорпције представља референтни материјал са одговарајућим уверењем, чији је коефицијент апсорпције одређен поступком који успоставља следивост до националног или међународног еталона јединице коефицијента пропустљивости придружена мерна несигурност са дефинисаним нивоом поузданости;

18) карактеристични делимични унутрашњи коефицијент апсорпције A_s представља део унутрашњег коефицијента апсорпције раствора на коме се врше мерења, који настаје само услед једног од његових садржалаца. A_s је коригован на коефицијент апсорпције оптичке ћелије (кивета) у којој се налази раствор;

19) Beer -ов фактор

(ознака јединице: $\text{mol}^{-1} \cdot \text{l}$) представља однос између карактеристичног делимичног унутрашњег коефицијента пропустљивости и концентрације растворка. Beer -ов фактор је константан за специфициране услове експеримената;

20) релативна инструментална спектрална функција (детектовани спектар снаге зрачења) сразмерна је производу релативне спектралне расподеле енергије зрачења, релативне спектралне пропустљивости свих оптичких делова и релативне спектралне осетљивости детектора. Релативна инструментална спектрална функција се по правилу разликује за сваку поједину таласну дужину;

21) полуширина спектралне линије (ознака јединице: nm) представља разлику између вредности таласних дужина на којима се вредност оптичке величине (флуks, коефицијент апсорпције, релативна инструментална спектрална функција) смањују до половине њене максималне вредности на одређеној таласној дужини;

22) стотина ширине спектралне линије (nm) представља разлику између вредности таласних дужина на којима се вредност оптичке величине (флуks, коефицијент апсорпције, релативна инструментална спектрална функција) смањује до једног стотог дела њихове максималне вредности на одређеној таласној дужини;

23) удео лажног зрачења представља однос између сигнала који региструје детектор, а који потиче од свих таласних дужина ван $1,01$ нагиба стотог дела вредности ширине спектралне линије и укупног сигнала при заузетој таласној дужини. Зрачење које доспева у инструмент споља није обухваћено овим изразом;

24) резолуција спектрофотометара (моћ разлагања спектрофотометара) представља две подједнако јаке емисионе (апсорпционе) линије које су раздвојене ако се у области између њих сигнал

смањи на највише до 80% (90%) висине линије, односно разлику таласних дужина на средини ширина две емисионе или апсорпционе линије чији се сигнали још увек могу издвојити спектрофотометром;

25) недостатак представља разлику између мерне несигурности и мерне несигурности при референтним условима;

26) значајни недостатак представља недостатак већи од специфициране вредности;

27) систем аутоматске контроле представља могућност која је у склопу мерног инструмента, а која детектује значајне недостатке и одвија се при сваком циклусу мерења без интервенције оператера;

28) стални систем аутоматске контроле представља проверу компоненти на значајне недостатке (нпр. електричну струју извора зрачења, напон на пријемнику, регулацију температуре или аутоматско прање оптичких ћелија (кивета));

29) карактеристика представља способност мерила да изврши предвиђену (намењену) функцију;

30) стабилност (трајност) представља способност мерила да одржи своје карактеристике у периоду употребе;

31) нестабилност представља разлику између мерне несигурности у периоду употребе и почетне мерне несигурности мерила при референтним условима;

32) значајна нестабилност представља нестабилност већу од специфициране вредности;

33) уређај за заштиту стабилности (трајности) представља карактеристику укључену у мерни инструмент која омогућава детектовање и реаговање на значајну нестабилност. Овај уређај контролише истрошеност појединих компоненти или склопова мерила;

34) највеће дозвољене мерне несигурности (мерила) представљају границу дозвољене мерне несигурности (мерила). Крајње вредности мерне несигурности дате су у спецификацијама или у прописима за дато мерило;

35) оптичка ћелија (кивета) представља провидну посуду за раствор који се мери и кроз коју трансверзално пролази флуks зрачења;

36) блок за исказивање и складиштење података прикупља и исказује податке добијене мерењем узорка;

37) детектор трансформише енергију пропуштеног флуksа зрачења у електричну енергију;

38) блок за обраду сигнала служи за појачање електричног сигнала који долази до детектора;

39) бирач таласних дужина омогућава издвајање области таласних дужина мале ширине из спектра који емитује извор зрачења.

Члан 4.

Спектрофотометри треба да буду дизајнирани и произведени тако да њихове мерне несигурности не прелазе максималне дозвољене мерне несигурности при називним условима употребе.

Члан 5.

Спектрофотометри треба да буду дизајнирани и произведени тако да се, кад су изложени сметњама, значајни недостаци не појављују, или се детектују и на њих се реагује средствима у оквиру система аутоматске контроле.

Члан 6.

Спектрофотометри треба да буду дизајнирани и произведени тако да после специфицираног периода употребе нема појаве значајних нестабилности или се оне детектују и на њих се реагује уређајима за заштиту стабилности.

II. СВОЈСТВА КОНСТРУКЦИЈЕ

Члан 7.

Спектрофотометри треба да буду дизајнирани и направљени тако да се у њих могу сместити оптичке ћелије (кивете) стандардних димензија.

Члан 8.

Спектрофотометри морају имати систем контроле. Код аутоматских спектрофотометара систем контроле мора да ради стално и аутоматски.

Члан 9.

Спектрофотометри морају имати уређај за заштиту трајности. Код аутоматских инструмената уређај за заштиту трајности мора да ради стално и аутоматски.

Члан 10.

Спектрофотометри се, по правилу, састоје из шест главних компоненти, и то:

- 1) извора зрачења;
- 2) бирача таласних дужина;
- 3) оптичких ћелија (кивета);
- 4) пријемника;
- 5) блока за обраду сигнала;
- 6) блока за исказивање и складиштење података.

III. МЕТРОЛОШКА СВОЈСТВА

Члан 11.

Називи и референтни услови рада су приказани у следећој табели:

Утицајна величина	Опсег називних услова рада	Референтни услови
Температура околине	18 °C, 28 °C	23 °C ± 2 °C
Влажност ваздуха	25%, 75%	50% ± 5%
Мрежни напон извора напајања	називни напон +10%, -15%	називни напон ± 2%
Мрежна фреквенција извора напајања	називна фреквенција +2%, - 2%	називна фреквенција ± 0,4%

Члан 12.

Највећа дозвољена несигурност бирања таласних дужина при референтним условима износи ± 1 nm.

Члан 13.

Највећа дозвољена несигурност мерења карактеристичног делимичног унутрашњег коефицијента апсорпције A_c при референтним условима износи $0,03 A_c + 0,01$.

Члан 14.

Удео лажног зрачења не сме прећи вредност од 0,02.

Члан 15.

Најмањи опсег таласних дужина који морају да имају спектрофотометри да би се користили мора бити од 340 nm до 800 nm.

Члан 16.

Резолуција бирања таласних дужина мора бити мања или једнака 1 nm.

Услов из претходног става се не примењује на спектрофотометре са специфицираним бирачима пропусног опсега (филтерима) или са изворима зрачења линијског спектра.

Члан 17.

Најмањи опсег мерења коефицијената апсорпције мора бити од 0 - 2.

Члан 18.

Резолуција мерења коефицијента апсорпције мора бити мања или једнака 0,005.

Члан 19.

Највећа дозвољена нестабилност бирања таласних дужина при референтним условима дефинисаним у члану 11. овог правилника, мора бити иста као што је дефинисана у члану 12. овог правилника.

Члан 20.

Највећа дозвољена нестабилност мерења карактеристичног делимичног унутрашњег коефицијента апсорпције при референтним условима после 24 часа и 48 часова рада, са прекидом у току ноћи, мора да буде иста као што је дефинисано у члану 13. овог правилника.

Члан 21.

Недостаци приликом излагања спектрофотометара на следеће сметње су:

- 1) суво загревање (влажност ваздуха мања од 50 %) - на температури од 40 °C у трајању од 2 h, при чему температура не сме да се мења за 1 °C у минути за време загревања и хлађења;
- 2) хлађење - на температури од 10 °C у трајању од 2 h, при чему температура не сме да се мења за 1 °C у минути за време загревања и хлађења;
- 3) вибрације (синусоидне), чији је референтни опсег од 10 Hz до 150 Hz, максимални ниво убрзања 2 m/s^2 и број циклуса по оси 20;
- 4) механички шок - са висине испуштања од 25 mm, на сваку од бочних страна;
- 5) сметње од извора напајања са наизменичном струјом, при чему је горња граница мрежног напона ($U_{\text{ном}} + 10 \%$), а доња граница ($U_{\text{ном}} - 15 \%$), горња граница мрежне фреквенције ($f_{\text{ном}} + 2\%$), а доња граница ($f_{\text{ном}} - 2\%$);
- 6) краткотрајно искључење напајања, при чему је редуција 50% при трајању од 100 ms;
- 7) варничење, при чему је амплитуда (вршна вредност) 0,5 kV;
- 8) електростатичко пражњење, где је испитни напон у контактном режиму 6 kV, а у ваздушном режиму 8 kV;

9) радиофреквентна зрачења и електромагнетна поља, при чему је фреквентни опсег од 26 MHz до 1 GHz, јачина поља 3 V/m, модулација 80% AM и 1 kHz синусног таласа.

Наведени недостаци не смеју бити већи од $(0,003 A_c + 0,01)$, где је:

- A_c - карактеристични делимични унутрашњи коефицијент апсорпције, ако спектрофотометри немају систем аутоматске контроле, значајне грешке или систем аутоматске контроле није указао на појаву значајног недостатка при наведеним сметњама.

Члан 22.

Резолуција показног инструмента мора да испуњава захтеве у погледу резолуције бирања таласних дужина и мерења коефицијента апсорпције, прописане у чл. 12. и 13. овог правилника.

Члан 23.

Време загревања спектрофотометара не сме бити дуже од 15 min.

Члан 24.

Време одзива спектрофотометара не сме прећи 10 s.

Члан 25.

Најмањи интервал времена за кинетичка мерења и мерења крајње тачке каталитичних активности износи од 15 s до 10 min.

Члан 26.

Највећа стандардна несигурност регулације температуре термостата на месту оптичке ћелије (кивете) износи 1 K.

Члан 27.

Сви спектрофотометри морају да имају предвиђено место за жиг.

Члан 28.

Натписи и ознаке на спектрофотометрима морају бити јасни, добро видљиви у радним условима и исписани тако да се не могу избрисати или скинути.

Члан 29.

На спектрофотометрима морају бити исписани следећи натписи и ознаке:

- 1) ознака типа;
- 2) ознака јединице величине коју мери;
- 3) фабрички број;
- 4) назив или знак произвођача;
- 5) захтев у погледу напајања.

Члан 30.

Техничка документација уз спектрофотометре мора да садржи:

- 1) опис и начин употребе;
- 2) опис функција инструмента;
- 3) навођење одговарајућих услова околине при употреби, складиштењу и преношењу спектрофотометара;
- 4) идентификацију називних услова употребе и референтних услова;
- 5) идентификацију специфицираних опсега бирања таласних дужина и мерења коефицијента апсорпције;
- 6) идентификацију полуширине и стотине ширине за употребљиви опсег таласних дужина и за спектрофотометре са специфицираним бирачима пропусног опсега (филтери) - идентификацију таласних дужина;
- 7) опис одговарајуће употребе;
- 8) упутство за систем контроле за заштиту стабилности, укључујући поступке за њихову проверу;
- 9) упутство за рутински поступак рекалибрације и распоред;
- 10) упутство за рутински поступак одржавања и распоред;
- 11) идентификацију употребљивих оптичких ћелија (кивета);
- 12) идентификацију интерфејса за компјутер;
- 13) опис софтвера.

Члан 31.

За спектрофотометре са специфицираним бирачима пропусног опсега (филтерима) за специфичне таласне дужине, морају бити обезбеђени одговарајући референтни материјали од стране произвођача односно увозника спектрофотометара заједно са описима и упутствима за њихову употребу.

Члан 32.

По захтеву корисника мерила, произвођач односно увозник спектрофотометара мора обезбедити специфичне информације које се тичу могућности нестандардних карактеристика под следећим условима:

- 1) ван прописаних називних услова употребе;

2) после случајног механичког или термалног шока.

Члан 33.

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у "Службеном листу СРЈ".

Број: 4/1-01-16/1

26. децембра 2001. године

Београд

Директор
Савезног завода за мере
и драгоцене метале
мр **Драган Милошевић**, с.р