

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ

«ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»

АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ « ФЛЮОРАТ-02 »

модификация

« ФЛЮОРАТ-02-5М »

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

35005.00.00.00.00 РЭ



Санкт - Петербург

2021

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!

Перед тем, как приступить к работе с анализатором, внимательно прочтите данное Руководство по эксплуатации

Адрес Изготовителя: 195220, Российская Федерация, Санкт-Петербург, ул. Обручевых, дом 1, литера Б Почтовый адрес: ВОХ 1234, Санкт-Петербург, 190900, Российская Федерация Тел./факс (812) 335-03-36. E-mail: <u>lumex@lumex.ru</u>, <u>http://www.lumex.ru</u>

Версия 5 от 14.04.2021

СОДЕРЖАНИЕ

| Содерж | кание | .1 |
|--------|--|----|
| Перече | нь рисунков | .3 |
| Раздел | 1 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ | .4 |
| 1.1 | Назначение | .4 |
| 1.2 | Технические характеристики | .4 |
| 1.3 | Комплект поставки | .6 |
| 1.4 | Устройство и работа анализатора | .8 |
| 1.4. | 1 Оптическая схема анализатора | .8 |
| 1.4. | 2 Структурная схема анализатора | 10 |
| 1.5 | Маркировка и упаковка | 11 |
| 1.6 | Поверка анализатора | 12 |
| Раздел | 2 ЭКСПЛУАТАЦИЯ АНАЛИЗАТОРА | 13 |
| 2.1 | Порядок установки анализатора | 13 |
| 2.2 | Указания мер безопасности | 13 |
| 2.3 | Подготовка к работе | 14 |
| 2.3. | 1 Распаковка | 14 |
| 2.3. | 2 Подключение питания | 14 |
| 2.4 | Управление анализатором. Общие сведения и режимы | 16 |
| 2.4. | 1 Кюветное отделение | 17 |
| 2.4. | 2 Панель управления | 18 |
| 2.4. | 3 Установка контраста изображения | 19 |
| 2.4. | 4 Режим ввода и редактирования параметров | 19 |
| 2.4. | 5 Сохранение параметров | 20 |
| 2.4. | 6 Сменные светофильтры | 20 |
| 2.5 | Система меню анализатора | 22 |
| 2.5. | 1 «Основное меню» анализатора | 23 |
| 2.5. | 2 Меню «Список методик» | 24 |
| 2.5. | 3 Меню «Установки» | 26 |
| 2.5. | 4 Меню «Методы измерений» | 28 |
| 2.5. | 5 Меню «Градуировочная таблица» | 29 |
| 2.5. | 6 Меню «Измерение» (Режим «Измерение») | 30 |
| 2.5. | 7 Служебное меню | 31 |
| 2.5. | 8 Окно идентификации программного обеспечения | 32 |
| 2.6 | Методы и режимы измерения | 33 |
| 2.6. | 1 Метод «Люминесценция» | 33 |
| | | 1 |

| 2.6 | 6.2 Метод «Фотометрия» | 34 |
|--------|---|----|
| 2.6 | 3.3 Метод «Фосфоресценция» | 37 |
| 2.6 | .4 Метод «Хемилюминесценция» | 38 |
| 2.7 | Работа с анализатором в основном режиме | 40 |
| 2.7 | 7.1 Общие указания | 40 |
| 2.7 | 2.2 Включение анализатора. Установки по умолчанию | 41 |
| 2.7 | 2.3 Заполнение меню методики | 42 |
| 2.7 | ⁷ .4 Виды и типы градуировки | 44 |
| 2.7 | 7.5 Градуировка анализатора | 46 |
| 2.7 | 7.6 Проведение измерений | 50 |
| 2.8 | Дополнительные возможности | 51 |
| 2.8 | .1 Коррекция даты | 51 |
| 2.8 | 8.2 Работа с Архивом | 51 |
| 2.8 | 3.3 Меню «Оператор» и «Метка пробы» | 54 |
| Раздел | п 3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ | 56 |
| Раздел | П 4 ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И ИХ УСТРАНЕНИЕ | 57 |
| 4.1 | Ремонт анализатора | 57 |
| 4.2 | Возможные неисправности и способы их устранения | 57 |
| 4.3 | Сообщения об ошибках | 58 |
| 4.4 | Экспресс-диагностика анализатора | 60 |
| Раздел | п 5 УПАКОВКА, ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ | |
| АНАЛИ | ИЗАТОРА | 63 |

ПЕРЕЧЕНЬ РИСУНКОВ

| Рис.1. Оптическая схема анализатора «Флюорат-02-5М» | 7 |
|--|----|
| Рис.2. Структурная схема анализатора «Флюорат-02-5М» | 10 |
| Рис.3. Задняя панель анализатора «Флюорат-02-5М» | 14 |
| Рис.4 Общий вид анализатора «Флюорат-02-5М» | 16 |
| Рис.5. Схема кюветного отделения анализатора «Флюорат-02-5М» | 17 |
| Рис.6. Сменные вставки в кюветное отделение | 18 |
| Рис.7. Клавиатура анализатора | 19 |
| Рис.8. Общая схема меню анализатора «Флюорат-02-5М» | 22 |
| Рис.9. Иллюстрация к методу «Фосфоресценция» | 37 |
| Рис.10. Вид градуировочной характеристики при кусочно-линейной | |
| интерполяции | 45 |
| | |

Раздел 1 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Настоящее техническое описание предназначено для ознакомления с принципом действия, устройством и характеристиками анализаторов жидкости типа «Флюорат-02» модификации «Флюорат-02-5М».

1.1 НАЗНАЧЕНИЕ

Анализаторы жидкости люминесцентно-фотометрические «Флюорат-02» (в дальнейшем - анализаторы) предназначены для измерений содержания различных компонентов в жидких средах фотометрическими и люминесцентными методами.

Анализаторы применяются также для анализа воздушных сред, почв, технических материалов, продуктов питания после переведения анализируемых проб в раствор.

Область применения анализатора - аналитический контроль объектов окружающей среды, санитарный контроль и контроль технологических процессов.

1.2 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

1.2.1 Спектральный диапазон оптического излучения, нм:

| в канале возбуждения | от 250 до 900 |
|--|---------------|
| в канале пропускания | от 250 до 900 |
| в канале регистрации люминесценции | от 250 до 900 |
| 1.2.2 Предел обнаружения контрольного вещества (фенола) в воде, мг/дм ³ , не более | a 0,005 |
| 1.2.3 Диапазон измерений массовой концентра- ции контрольного вещества (фенола) в | |
| воде, мг/дм ³ | от 0,01 до 25 |

1.2.4 Пределы допускаемой абсолютной погрешности анализа-

| тора при измере | ении массовой концентрац опа) в воле, мг/лм ³ + (0 | ции контрольного $004 \pm 0.10 \times C$ |
|---|--|--|
| где С - текущее | Эла) в воде, млдм | ,004 + 0,10 × 0), ассовой концентра- |
| ции фенола в воде | | · · |
| 1.2.5 Диапазон измере | ений коэффициента | |
| направленного п | ропускания, % | от 5 до 100 |
| 1.2.6 Пределы допуска измерений коэф | аемой абсолютной погрец фициента направленного | иности о пропус- |
| кания, % | | ±2 |
| 1.2.7 Питание: | сеть переменного | тока 220 В, 50 Гц |
| 1.2.8 Потребляемая м | ощность, В·А, не более | 36 |
| 1.2.9 Габаритные разм | иеры, мм, не более | 305x320x110 |
| 1.2.10 Масса, кг, не бо | лее | 6,5 |
| 1.2.11 Время прогрева | а анализаторов, мин, не бо | олее 30 |
| 1.2.12 Время непрераменее | ывной работы анализато | ров, ч, не 8 |
| 1.2.13 Показатели над | ежности анализаторов: | |
| средняя нараб | ботка на отказ, ч, не менее | e 2500 |
| средний срок о | службы, лет, не менее | 5 |
| 1.2.14 Содержание др | агметаллов | не содержит |
| 1.2.15 Условия эксплу | атации анализатора | |
| температура с | окружающей среды, °С | от 10 до 35 |
| атмосферное | давление, кПа | от 84 до 106,7 |
| относительная 25°С, не более | я влажность воздуха при e, % | 80 |
| питание от сети п частота 50 Гц) | еременного тока (напряж | ение (220±22) В, |

1.3 КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

Комплект поставки анализатора приведен в таблице.

| Nº | Наименование | Количество, шт. |
|---|---|--------------------|
| 1 | Анализатор жидкости «ФЛЮОРАТ-02-5М» | 1 |
| 2 | Сетевой шнур на 220 В | 1 |
| 3 | Светофильтр № 1 | 1 |
| 4 | Светофильтр № 3 | 1 |
| 5 | Вставка для люминесцентных измерений*) | 1 |
| 6 | Вставка для фотометрических измерений ^{*)} | 1 |
| 7 | Заглушка канала люминесценции | 1 |
| 8 | Чехол для анализатора | 1 |
| 9 | Предохранитель 1 А | 1 |
| 10 | Руководство по эксплуатации | 1 |
| 11 | Методика поверки | 1 |
| 12 | Формуляр | 1 |
| *) Находится в кюветном отделении анализатора | | |

Необходимые для проведения измерений на анализаторе кюветы

- кварцевая кювета К-10 с четырьмя прозрачными гранями;

 стеклянные кюветы КС-20 и КС-40 для фотометрических измерений

входят в состав наборов для анализа или приобретаются отдельно.



Рис.1. Оптическая схема анализатора «Флюорат-02-5М»

- 1 источник света;
- 2, 3 система зеркал канала возбуждения;
- 4 светофильтр канала возбуждения;
- 5 светоделительная пластина опорного канала;
- 6 фотоприемник опорного канала
- 7 фотоприемник канала регистрации;
- 8, 10- фокусирующие линзы канала регистрации;
- 9 светофильтр канала регистрации;
- 11 кювета;
- 12 светоделительная пластина канала пропускания;
- 13 фокусирующее зеркало канала пропускания;
- 14 фотоприемник канала пропускания.

1.4 УСТРОЙСТВО И РАБОТА АНАЛИЗАТОРА

Принцип работы анализатора иллюстрируется оптической (*Puc.1*) и структурной (*Puc.2*) схемами.

1.4.1 Оптическая схема анализатора

Оптическая схема анализатора (*Puc.1*) может быть условно разбита на четыре канала, один из которых (канал возбуждения, практически совпадающий на схеме с опорным каналом) является только световым, а три остальных канала измерительные: опорный, регистрации люминесценции и пропускания (он же фотометрический). Общее для всех каналов излучение ксеноновой лампы (1), работающей в импульсном режиме (световой поток), проходит через систему зеркал (прямое (2) и сферическое (3)) и светофильтр (4), выделяющий спектральную область возбуждения.

Затем часть светового потока отражается от светоделительной пластины (5) и попадает на приемник излучения (6) **опорного канала**. Электрический сигнал от этого приемника называется сигналом сравнения (опорным) и служит для учета нестабильности работы лампы от импульса к импульсу, а также для запуска импульсной электронной схемы регистрации и обработки сигналов.

Остальной световой поток проходит светоделительную пластину (5) и попадает в кювету (11), где является источником возбуждения люминесценции. Этот световой поток является каналом возбуждения.

Часть светового потока, поглощённого в кювете с образцом, возбуждает люминесценцию растворенных веществ. В *канале регистрации* излучение люминесцирующих компонентов пробы из кварцевой кюветы (11) проходит через собирающую линзу (10), светофильтр (9), выделяющий спектральную область регистрации (более длинноволновую, чем спектральная область возбуждения), фокусирующую линзу (8) и попадает на приемник излучения канала регистрации люминесценции (7). Электрический сигнал этого приемника зависит от концентрации и состава определяемых веществ в растворе и называется сигналом люминесценции.

Часть светового потока, не поглощённая в кювете, отражается от светоделительной пластины (12) и зеркала (13) и попадает на приемник излучения (14) *канала пропускания*. Электрический сигнал от этого приемника зависит от оптической плотности образца и называется сигналом пропускания.

Результаты измерений по трем измерительным каналам связаны между собой следующими соотношениями:

Для методов «Люминесценция» и «Фосфоресценция» при полной коррекции



при отсутствии коррекции

на пропускание

на опорный канал

$$J = \frac{1}{n} \sum \frac{J_{_{\text{ЛЮМ}}}}{J_{_{\text{ОП}}}} \qquad \qquad J = \frac{1}{n} \sum \frac{J_{_{\text{ЛЮМ}}}}{J_{_{\text{фт}}}}$$

Для метода «фотометрия»

$$J = -Ig \left(\frac{1}{n} \sum \frac{J_{\text{dyr}}}{J_{\text{on}}}\right)$$

- где J итоговый результат измерений в условных (приборных) единицах;
 - Ј_{люм} результат измерений по каналу регистрации люминесценции;
 - Jon результат измерений по опорному каналу;
 - Ј_{фт} результат измерений по фотометрическому каналу;
 - n число усредняемых измерений
 - k приборная константа

1.4.2 Структурная схема анализатора

Структурная схема анализатора (*Puc.2*) состоит из низковольтного блока питания, импульсного источника света, измерительного блока, включающего в себя фотоприемники каналов опорного, люминесценции и пропускания, микропроцессорного контроллера и панели управления с жидкокристаллическим графическим дисплеем (далее ЖК-дисплей) и клавиатурой.



Рис.2. Структурная схема анализатора «Флюорат-02-5М»

Низковольтный блок питания преобразует переменное напряжение сети в нестабилизированное постоянное напряжение 12 В, а затем в постоянное стабилизированное напряжение (+5B, +15B, -15B), необходимое для питания измерительного блока и контроллера.

Импульсный источник света вырабатывает световые импульсы длительности 100 мкс с частотой, определяемой микропроцессорным контроллером (5 Гц).

Измерительный блок содержит приемники излучения, служащие для преобразования световых сигналов в электрические сигналы пропускания и сравнения и осуществляет регистрацию сигналов, поступающих от этих приемников. **Панель управления** служит для выбора режимов работы анализатора, ввода и вывода значений исходных параметров и результатов измерения на ЖК-дисплей.

Группа микропроцессорных контроллеров обеспечивает выполнение команд, поступающих с клавиатуры, хранение в оперативной памяти значений исходных параметров, контролирует работу всех систем, управляет запуском импульсного источника света, обменом данными по каналу RS-232 / USB, выводом данных и сообщений об ошибках на ЖК-дисплей.

<u>Примечание:</u> в связи с постоянным совершенствованием оборудования фирма-изготовитель оставляет за собой право вносить конструктивные изменения, не влияющие на метрологические характеристики анализатора.

1.5 МАРКИРОВКА И УПАКОВКА

На корпусе анализатора помещена фирменная табличка (шильд) с указанием наименования и модификации анализатора, заводского номера, года выпуска и номера Технических условий. На табличку также наносится знак Государственного реестра средств измерений, и знаки сертификации и наименование предприятия-изготовителя.

Упаковка анализатора и технической документации производится в упаковочные коробки из гофрированного картона.

1.6 ПОВЕРКА АНАЛИЗАТОРА

Поверку анализатора проводят в соответствии с документом МП-242-1556-2013 «Анализаторы жидкости люминесцентнофотометрические «Флюорат-02». Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 25.04.2013. Интервал между поверками - 1 год.

На поверку анализатор должен представляться с входящими в комплект светофильтрами № 1 и №3.

Средство поверки - комплект светофильтров КОФ-02 в комплект поставки анализатора не входит и должен быть приобретён отдельно.

Раздел 2 ЭКСПЛУАТАЦИЯ АНАЛИЗАТОРА

В настоящем разделе содержатся сведения, необходимые для установки анализатора «Флюорат-02-5М» и работы с ним.

2.1 ПОРЯДОК УСТАНОВКИ АНАЛИЗАТОРА

В помещении, где устанавливается анализатор, не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, пыли, паров кислот и щелочей.

Не рекомендуется устанавливать анализатор в вытяжной шкаф.

Не рекомендуется устанавливать анализатор под прямые солнечные лучи, так как сильные внешние засветки могут исказить результаты измерений.

2.2 УКАЗАНИЯ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

2.2.1 Корпус анализатора должен быть надежно заземлен; заземление обеспечивается при помощи трехполюсной вилки.

2.2.2 Эксплуатация анализатора должна производиться при закрытом кожухе.

2.2.3 Запрещается устанавливать предохранители, номиналы которых не соответствуют документации.

2.2.4 Все виды ремонтных работ производить при отключенном от сети анализаторе.

2.2.5 Ремонт анализатора осуществляется персоналом, допущенным к работам с электроустановками напряжением до 1000 В - не ниже 3 группы электробезопасности.

2.2.6 Безопасность труда при эксплуатации анализатора регламентируется:

a) «Правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденными приказом Минтруда России от 15 декабря 2020 года N 903н в редакции, действующей на момент производства работ;

б) Руководством по эксплуатации анализатора.

2.3 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

2.3.1 Распаковка

Вскройте упаковочную коробку, достаньте анализатор и освободите его от упаковочного материала.

Произведите внешний осмотр анализатора и убедитесь в отсутствии внешних повреждений.

Проверьте комплектность анализатора по упаковочному листу.

Установите анализатор на рабочий стол.

Если анализатор хранился при температуре ниже 5°С, выдержите его при комнатной температуре не менее четырех часов.

2.3.2 Подключение питания

Расположение элементов на задней панели анализатора приведено на *Puc.3*.





- 1 разъем для подключения питания 220 В;
- 2 гнездо предохранителей для переменного тока 220 В;
- 3 кнопка «Сеть»;
- 4 разъем RS-232;
- 5 разъем USB;
- 6 шильд с заводским номером анализатора

Если в электросети вероятны скачки напряжения (крупные предприятия, ТЭЦ и электростанции и т.п.) рекомендуется подключить анализатор через стабилизатор напряжения.

Включите кнопку «сеть» (поз. 3) и прогрейте анализатор в течение 30 минут.

2.4 УПРАВЛЕНИЕ АНАЛИЗАТОРОМ. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ И РЕЖИМЫ

Внешний вид анализатора приведён на *Puc.4*, вид кюветного отделения - на *Puc.5*.



Рис.4 Общий вид анализатора «Флюорат-02-5М»

- 1 клавиатура;
- 2 жидкокристаллический дисплей;
- 3 силиконовая заглушка;
- 4 сдвижная крышка кюветного отделения.



Рис.5. Схема кюветного отделения анализатора «Флюорат-02-5М»

- 1 сдвижная крышка с клавиатурой и дисплеем;
- 2 вставка для люминесцентных измерений;
- 3 гнездо канала возбуждения со светофильтром;
- 4 гнездо канала регистрации со светофильтром;
- 5 вставка для фотометрических измерений;
- б гнездо для кюветы

2.4.1 Кюветное отделение

В кюветном отделении расположены гнёзда для установки светофильтров возбуждения и регистрации, отсек для кювет с находящейся в нём вставкой для стандартной кварцевой кюветы К10, а также гнездо со сменной вставкой для кювет длиной 20 и 40 мм для фотометрических измерений (*Puc.6*).

Подробнее о вставках в кюветное отделение см. п.2.6.2 Метод «Фотометрия».





вставка для люминесцентных измерений (для кюветы К10) вставка для фотометрических измерений

Рис.б. Сменные вставки в кюветное отделение

2.4.2 Панель управления

Панель управления анализатором состоит из клавиатуры с буквенно-цифровыми и функциональными клавишами (*Puc.7*) и жидкокристаллического дисплея.

Буквенно-цифровая клавиатура служит для ввода необходимой информации.

Функциональные клавиши «F1», «F2» служат для регулировки контраста изображения на экране дисплея.

Функциональная клавиша «F3» служит для перехода в режим ввода и редактирования текста, переключения русского/латинского регистра и выполнения некоторых других операций.

Функциональная клавиша «Ent» (Enter) служит для ввода данных в память, запуска режима «Измерение» и перехода в меню нижнего уровня.

Функциональная клавиша «Esc» (Escape) служит для отмены выбранной операции и перехода в меню верхнего уровня.

Функциональные клавиши «←», «→», «↑» и «↓» служат для перемещения курсора по меню.



Рис.7. Клавиатура анализатора

2.4.3 Установка контраста изображения

Для установки контраста изображения нажмите и удерживайте клавишу «F1» или «F2» до достижения желаемой четкости.

2.4.4 Режим ввода и редактирования параметров

С клавиатуры можно ввести следующие параметры (подробнее ввод и редактирование параметров описано в соответствующих разделах данного Руководства):

- название методики (см. п. 2.5.2 Меню «Список методик»);
- номера используемых светофильтров (см. п. 2.7.3 Заполнение меню методики);
- значения концентраций и сигналов градуировочных растворов в градуировочной таблице (см. п. 2.7.5 Градуировка анализатора);
- специальные параметры в методах измерения «Фосфоресценция» и «Хемилюминесценция» (см. п.п. 2.6.4 и 2.6.3);
- дату (см. п. 2.8.1 Коррекция даты).

2.4.5 Сохранение параметров

Энергонезависимая память анализатора позволяет сохранять введенные параметры при выключении анализатора. При этом *название методики*, запоминается сразу же после окончания ввода, а все остальные параметры (содержимое <u>«Градуировочной</u> <u>таблицы»</u> и содержимое меню <u>«Установки»</u>) запоминаются <u>только в момент перехода в «Основное меню»</u>. Если анализатор будет выключен или проведет инициализацию до этого момента, все вновь внесенные данные будут потеряны!

Результаты измерений, полученные в меню «Измерение», будут сохраняться в памяти только в том случае, если будет включена запись в Архив (см. п. 2.8.2 Работа с Архивом).

2.4.6 Сменные светофильтры

Выделение необходимых для анализа спектральных областей в каналах возбуждения и регистрации производится при помощи сменных светофильтров. Светофильтр представляет собой комплект специально подобранных под конкретную задачу стеклянных или интерференционных оптических фильтров, закрепленных в корпусе, на ручке которого указан номер светофильтра.

Светофильтры (кроме № 1 и № 3) входят в состав наборов для определения конкретных компонентов. Хотя один и тот же светофильтр может использоваться при определении нескольких компонентов, к одному анализатору светофильтр с одним номером поставляется один раз. Это объясняется тем, что светофильтры с одинаковыми номерами в разных партиях изготовления могут отличаться по некоторым своим характеристикам (например, по величине пропускания), и случайная замена светофильтра во время работы может привести к неверным результатам измерения.

Светофильтры следует оберегать от воздействия влаги, и паров кислот и растворителей.

Радужные полосы на стеклянных фильтрах – это проявление интерференции и дефектом не является.

Прижимное кольцо, фиксирующее стекла в корпусе светофильтра, может слегка ослабнуть, и стекла начнут стучать. В таком случае следует аккуратно прижать кольцо, надавив на него (не на стекла!) пинцетом до прекращения постукивания.

| $\mathbf{\nabla}$ | Внимание! Градуировка и измерения при работе с одним |
|-------------------|---|
| | компонентом должны проводиться при одних и тех же эк- |
| | земплярах светофильтров! |

<u>Внимание!</u> Светофильтры № 1 и № 3 входят в комплект поставки анализатора и при передаче анализатора (в том числе для проведения поверки) должны передаваться вместе с ним.

2.5 СИСТЕМА МЕНЮ АНАЛИЗАТОРА

Общая схема основных окон меню приведена на Рис.8.



Рис.8. Общая схема меню анализатора «Флюорат-02-5М».

✓ Здесь и далее в тексте данного Руководства в треугольных скобках (<>) указаны строки, заполняемые оператором самостоятельно. В новом приборе эти строки пустые.

2.5.1 «Основное меню» анализатора

№ <Методика> <Оператор> <Метка пробы> ИЗМЕРЕНИЕ Установки Архив выкл Служебное меню

Это меню возникает на дисплее после включения анализатора и сброса заставки. Заставку можно сбросить нажатием любой клавиши, кроме «F3» (в последнем случае открывается окно идентификации, см. п. 2.5.8 Окно идентификации программного обеспечения).

Из «Основного меню» можно перейти:

- в меню «Список методик» нажав клавишу «Esc» или установив курсор на название методики и нажав «Ent»;
- в «Архив» установив курсор на пункт «Архив» и нажав «Ent» (об архиве см. п. 2.8.2 Работа с Архивом); так же можно включить или выключить запись в Архив;
- в меню «Измерение» установив курсор на пункт меню «Измерение» и нажав «Ent» (при входе в «Основное меню» после сброса заставки курсор устанавливается на «Измерение» по умолчанию);
- в меню «Установки» установив курсор на пункт меню «Установки» и нажав «Ent»;
- в «Служебное меню» установив курсор на пункт меню «Служебное меню» и нажав «Ent».
- в меню «Оператор» и «Метка пробы» для ввода или выбора значений соответствующих параметров (см. п. 2.8.3); выбранное значение отражается в «Основном меню».

2.5.2 Меню «Список методик»

```
1 <Методика>
2 <Методика>
3 <Методика>
4 <Методика>
5 <Методика>
6 <Методика>
7 <Методика>
8 <Методика>
```

Изначально меню содержит 32 <u>пустые</u> пронумерованные строки (пункта), в каждую из которых можно ввести *название методики* (рекомендуется использовать название определяемого компонента из соответствующей методики). В названии может быть до 12 знаков. Номера пунктов редактированию не подлежат.

<u>Внимание!</u> Первый символ в названии методики должен быть обязательно буквенным. Не допускается использование цифр или символов (например, #, & и т.п.). Несоблюдение этого требования приводит к некорректной работе программы.

Каждый пункт - название методики - открывает систему меню («*Меню методики*»), в которой вводятся или выбираются из соответствующих списков все параметры данной методики: метод измерений с соответствующими ему установками, тип градуировки, н содержание *Градуировочной таблицы* и вариант коррекции сигнала.

<u>Внимание!</u> При выпуске из производства в анализаторе, как правило, заполняется первый пункт в «Списке методик»; он называется «Поверка» и содержит установки, необходимые для поверки анализатора. Не удаляйте (не «очищайте») этот пункт, он понадобится при проведении периодической поверки. Для каждой строки (пункта) существуют три способа действий:

- «Стереть» удалить только название методики, при этом метод, все существующие настройки и градуировочная таблица сохраняются.
- «Изменить»- ввести название в пустую строку или отредактировать имеющееся.
- «Очистить» удалить название методики и все изменённые пользователем параметры, в том числе обнулить соответствующую градуировочную таблицу, установить метод измерения «Люминесценция» и параметры по умолчанию.

<u>Внимание!</u> «Очистка» методики проводится с целью полного удаления набора параметров данной методики и заменой их на параметры «по умолчанию», поэтому «очистить» методику можно и при отсутствии названия (при «пустом» названии). Будьте осторожны при выборе этого пункта!

Для выбора режима работы с пунктом меню «Список методик»;

 Установите курсор на выбранную строку (для создания новой методики выберите пустую строку) и нажмите клавишу «F3». Появится диалоговое окно:



- 2. Выберите необходимый пункт и нажмите «Ent». При выборе пункта «Очистить» нужно будет подтвердить выбор.
- 3. При выборе пункта «Изменить» появится строка для ввода.
- При помощи буквенно-цифровых клавиш наберите нужное слово. Каждой клавише соответствуют три буквы (русские или латинские – в зависимости от выбора алфавита) и цифра, сменяющие друг друга при последовательном нажатии клавиши.

- Перемещение на следующую позицию осуществляется при помощи клавиш «←» и «→», замена прописной буквы на строчную - при помощи клавиши «↓» (замена строчной на прописную – клавиша «↑»), переход с русского алфавита на латинский и обратно - при помощи клавиши «F3».
- 6. Завершите ввод нажатием клавиши «Ent».

Для редактирования меню другой методики выберите ее в *Списке методик* клавишами «♥» или «♠».

2.5.3 Меню «Установки»

3 Воз. 000 Рег. 000 ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ Кол-во измерений Авто

Коррекция полная ГРАДУИР. ТАБЛИЦА Град. кус-лин восх

Для перехода к установкам для данной методики войдите в «Основное меню», выберите пункт меню «Установки» и нажмите «Ent».

Переход между пунктами меню производится клавишами «♥» и «♠», а выбор параметра из предустановленного списка (если такой имеется) клавишами «€» и «→».

В меню «Установки» осуществляются следующие операции:

а) Ввод номеров светофильтров

Как правило, номера светофильтров вводятся как справочная информация, однако если в методике используется светофильтр № 1, его номер должен быть введён обязательно. Номер может быть введён буквами и цифрами. Для ввода номера светофильтра установите курсор на поле рядом со словами «воз.» и «рег.», нажмите клавишу «F3» и наберите номер при помощи буквенноцифровых клавиш. Переход между пунктами «воз.» и «рег.» осуществляется клавишами «♥» и «♠».

б) <u>Переход в меню «Выбор метода»</u> (см. п. 2.5.4 Меню «Методы измерений»).

в) <u>Установка параметров выбранного метода</u> (подробнее см. *п. 2.6 Методы и режимы измерения*).

г) Выбор варианта коррекции сигнала

По умолчанию в новом «Меню методики» установлена коррекция на оба вспомогательных канала - опорный и пропускания («полная коррекция»). Такой режим помогает наиболее полно учитывать как нестабильность работы импульсной лампы (коррекция на опорный канал), так и неизбежное различие пропускания фонового и градуировочных растворов и пробы (коррекция на пропускание). Без особых причин изменять условия коррекции не рекомендуется. При необходимости выбор варианта коррекции производится клавишами «→» или «←».

д) <u>Переход в меню «Градуировочная таблица»</u>

Для этого установите курсор на пункт «Градуир. таблица» и нажмите «Ent».

е) Выбор типа градуировки.

По умолчанию в новом «Меню методики» установлена кусочно-линейная восходящая градуировка «кус.лин. восх.» (с ростом концентрации компонента сигнал увеличивается, данные обрабатываются методом кусочно-линейной интерполяции). Доступны опции: «кус.лин. нисх.» (нисходящая кусочно-линейная градуировка, т.е. сигнал уменьшается с ростом концентрации с линейной интерполяцией) «МНК восх.» и «МНК нисх.». В последних двух случаях реализован метод наименьших квадратов. Подробнее о типах градуировки см. п. 2.7.4 Виды и типы градуировки.

Выбор типа градуировки производится клавишами «→» или «←».

ж) <u>Переход в «Основное меню»</u>

Переход осуществляется нажатием «Esc».

2.5.4 Меню «Методы измерений»

Находясь в меню «Установки», переведите курсор на пункт меню с названием метода (например, на слово «ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ» и нажмите «Ent». Откроется меню «Методы измерений»



Меню представляет собой список методов измерений, реализованных на анализаторе «Флюорат-02-5М»:

- люминесценция;
- фотометрия;
- хемилюминесценция;
- фосфоресценция.

После выбора метода нажатием «Ent» (или «Esc» при отмене выбора) вернитесь в меню «Установки». При этом в окне «Установки» будет показан выбранный метод и набор параметров, которые необходимо задать для него; при первом обращении они установлены по умолчанию. Подробнее об этом см. п. 2.6 Методы и режимы измерения.

2.5.5 Меню «Градуировочная таблица»

$$\begin{array}{cccc} C0=,0000 & J0=,0000 \\ C1=,0000 & J1=,0000 \\ C2=,0000 & J2=,0000 \\ C3=,0000 & J3=,0000 \\ C4=,0000 & J4=,0000 \\ C5=,0000 & J5=,0000 \\ C6=,0000 & J6=,0000 \\ C7=,0000 & J7=,0000 \end{array}$$

В этом меню проводится градуировка анализатора для выбранной методики. Максимальное число градуировочных точек -8, включая фон. Энергонезависимая память позволяет сохранить значения сигналов градуировочных растворов при выключении анализатора; сохранение происходит в момент перехода в «*Oc*новное меню».

Нажатием «Esc» можно выйти из «Градуировочной таблицы» в меню «Установки» и еще одним нажатием «Esc» - в «Основное меню».

Для ввода значений в Градуировочную таблицу установите курсор на требуемое место, нажмите клавишу «F3» и введите значение цифрами. При вводе значения меньше единицы «0» перед десятичной точкой исчезает, что даёт возможность ввести 4 знака после десятичной точки; при значении параметра больше единицы, можно ввести 3 знака после десятичной точки.

«Звёздочка» в правом верхнем углу окна показывает состояние датчика крышки кюветного отделения (при открытии крышки «звёздочка» исчезает), а стрелка – направление градуировки, заданное в меню «Установки».

2.5.6 Меню «Измерение» (Режим «Измерение»)

```
3 <Методика> *

0,102

Г= 99,9%

Измерение

J0 = 0,005

12.09.2013 15:19
```

В меню «Измерение» можно провести следующие операции:

- а) Измерить величину сигнала фонового раствора (операция, аналогичная измерению J0), установив курсор на пункт J0 и нажав «Ent»;
- **б)** Измерить величину <u>концентрации раствора</u>, а одновременно - его <u>коэффициент пропускания</u> (параметр «Т», в процентах), установив курсор на пункт меню «Измерение» и нажав «Ent»;
- **в)** Измерить величину <u>оптической плотности</u> раствора. Подробнее об этом см. *2.6.2 Метод «Фотометрия»*.

Коэффициент пропускания раствора (Т) выводится на дисплей при измерении как концентрации, так и оптической плотности.

Нажатием «Esc» можно выйти из меню «Измерение» в «Основное меню».

2.5.7 Служебное меню

```
02-5М № 7000
Язык: русский
Версия
Контрольный режим:
Установки: текущ.
Тесты ДК вкл
Просмотр состояния
<дата/время>
```

В «Служебном меню» можно провести следующие операции.

- а) Выбрать <u>язык интерфейса</u> (русский или английский); при поставках анализаторов в Россию и страны СНГ по умолчанию установлен «русский». Для смены языка установите курсор на пункт «русский», нажмите «Ent», в появившемся окне выберите язык и подтвердите выбор нажатием «Ent».
- б) Установить текущее значение <u>даты и времени</u>. Для этого перемещают курсор на нижнюю строку, нажимают «Ent» и, передвигая курсор нажатием «→», последовательно набирают дату (в формате «дд.мм»), год (4 цифры) и время («чч.мм»).
- в) Посмотреть <u>заводской номер</u> анализатора и версии ПО его электронных блоков.
- г) Провести <u>экспресс-диагностику</u> анализатора (подробнее см. п. 4.4 Экспресс-диагностика анализатора_)

Остальные пункты служебного меню используются сервисинженерами фирмы-изготовителя при ремонте и обслуживании анализатора.

2.5.8 Окно идентификации программного обеспечения

```
Флюорат - 02 -5М
```

```
Версия ПО:
Контр. сумма=
Проверить
```

```
F3 - идентификация
```

В окно «Идентификация программного обеспечения» выводится следующая информация:

- а) Номер версии основного программного обеспечения;
- **б)** Контрольная сумма программного обеспечения, вычисляемая встроенным модулем по алгоритму CRC16.

Окно доступно из окна заставки при нажатии клавиши «F3».

При нажатии клавиши «Esc» происходит переход в «Основное меню».

2.6 МЕТОДЫ И РЕЖИМЫ ИЗМЕРЕНИЯ

На анализаторе «Флюорат-02-5М» реализованы следующие методы и режимы измерения:

Методы:

— люминесценция;

— фотометрия;

— хемилюминесценция;

— фосфоресценция.

2.6.1 Метод «Люминесценция»

В данном методе происходит измерение быстрой люминесценции (флуоресценции) образца в направлении, перпендикулярном направлению распространения возбуждающего излучения (см *Puc.1. Оптическая схема анализатора «Флюорат-02-5М»*). Измерение начинается одновременно со вспышкой лампы. Длительность флуоресценции от единиц до нескольких десятков наносекунд.

При измерении методом люминесценции на анализаторе задействованы (в зависимости от установленной коррекции) от одного до трех измерительных каналов (см. *п.1.4.1 Оптическая схема анализатора* и формулы в нем).

Единственным параметром метода «Люминесценция» является число измерений, по которым происходит усреднение сигнала (чем больше число усреднений, тем стабильнее значение, но тем дольше происходит измерение). Существуют две возможности, переключение между которыми производится клавишами «→» или «←»: переменное число усреднений («Авто»), при которой число усреднений (от 8 до 32) определяется уровнем сигнала, и максимальное - по 32 вспышкам лампы («Максимальное (32)»). Рекомендуется использовать установку по умолчанию «Авто».

Для реализации метода на анализаторе «Флюорат-02-5М» выполните следующие операции:

- а) Установите <u>светофильтры</u> возбуждения и регистрации, выделяющие необходимые спектральные области, в соответствующие гнезда кюветного отделения (*Puc.5*). Номера светофильтров указаны в Методиках измерений, состав и спектральная область светофильтров не расшифровывается.
- **б)** Установите в кюветное отделение <u>вставку для люминес-</u> <u>центных измерений</u> (см. п. 2.4.1 Кюветное отделение и *Puc.6*)
- в) При необходимости можно отключить коррекцию на пропускание (коррекцию на опорный канал отключать не рекомендуется). При этом надо учитывать, что если пропускание пробы сильно отличается от пропускания градуировочных растворов, отсутствие коррекции может привести к неверному расчету результата измерения.
- **г)** Выберите <u>тип градуировки</u> (см. п. 2.7.4 Виды и типы градуировки).
- **д)** <u>Число измерений</u> оставьте «Авто».

Образец меню «Установки» для метода «Люминесценция» приведен ниже.

```
3 Воз. 000 Рег. 000
ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ
Кол-во измерений
Авто
Коррекция полная
ГРАДУИР. ТАБЛИЦА
Град. кус-лин восх
```

2.6.2 Метод «Фотометрия»

В данном методе происходит измерение отношения интенсивности светового потока, прошедшего через определяемый образец к интенсивности светового потока, прошедшего через образец сравнения (фоновый раствор). Для реализации метода на анализаторе «Флюорат-02-5М» требуется установить светофильтр возбуждения, выделяющий необходимую спектральную область, в соответствующее гнездо (*Puc.5*). Номер светофильтра указан в Методике измерений, состав и спектральная область светофильтра не расшифровывается.

При измерении методом фотометрии на анализаторе задействованы два измерительных канала - возбуждения и пропускания (см. *п.1.4.1 Оптическая схема анализатора* и формулу в нем), при этом в канал регистрации (люминесценции) рекомендуется устанавливать заглушку (входит в комплект анализатора) или любой плотный светофильтр (например, № 3).

Фотометрические измерения можно проводить в кюветах с длиной оптического пути 10, 20 и 40 мм, а также в круглых виалах типа Hach диаметром 16 мм.

Для кюветы с длиной пути 10 мм используется вставка для люминесцентных измерений (см. п. 2.4.1 Кюветное отделение и *Puc.6*), а для кювет с длиной оптического пути 20 и 40 мм и круглых виал – вставка для фотометрических измерений.

<u>Внимание!</u> При работе с круглыми виалами типа Hach крышка кюветного отделения анализатора остаётся открытой. В этом случае обязательно установите заглушку или светофильтр №3 в канал регистрации во избежание повреждения фотоприёмника канала регистрации

<u>Внимание!</u> При работе с кюветами с длиной оптического пути 20 мм установите во вкладыш специальный ограничитель.





При отсутствии ограничителя устанавливайте кювету вплотную к «передней» стенке вкладыша (максимально близко к светофильтру канала возбуждения). В методе «Фотометрия» предусмотрена возможность измерения как концентрации раствора, так и его оптической плотности. Переключение между ними происходит в меню «Установки» клавишами «→» или «←». Образцы меню «Установки» для метода «Фотометрия» приведены ниже.



а) Измерение концентрации

- 1. Убедитесь, что установлен режим «Концентрация»;
- 2. Войдите в градуировочную таблицу;
- 3. Введите значения концентраций градуировочных растворов Сі согласно методике измерений;
- 4. Измерьте значение фона (J0) и введите или измерьте величины сигналов градуировочных растворов Ji;
- 5. Перейдите в меню «*Измерение*» и проведите измерение пробы. Результатом будет значение концентрации раствора и коэффициента пропускания.

б) Измерение оптической плотности

- 1. Выберите режим «Оптическая плотность»;
- Перейдите в меню «Измерение», установите в кюветное отделение кювету с фоновым раствором и измерьте значение фона (J0), для чего переведите курсор на пункт меню «J0» и нажмите клавишу «Ent»;
- Установите в кюветное отделение кювету с определяемым раствором и проведите измерение оптической плотности, для чего переведите курсор на пункт меню «Измерение» и нажмите клавишу «Ent». Результатом измерения в данном случае будет значение оптической плотности раствора и коэффициента пропускания.

2.6.3 Метод «Фосфоресценция»

В данном методе происходит измерение фосфоресценции и замедленной флуоресценции, т.е. свечения со временем затухания более 100 микросекунд, длящегося после отключения источника возбуждающего света. Примерная схема процесса приведена на *Puc.9*.

Измерение аналитического сигнала производится путем интегрирования в «темном» промежутке времени, что позволяет отсечь свечение раствора, связанное с флуоресценцией, регистрируя только фосфоресценцию.

Параметры этого метода задаются в меню «Установки» при выборе метода «Фосфоресценция».



Рис.9. Иллюстрация к методу «Фосфоресценция»

Примерный вид меню «Установки» для метода «Фосфоресценция»:

> 3 Воз. 000 Рег. 000 ФОСФОРЕСЦЕНЦИЯ Задер. строба 150 Длит. строба 50 Коррекция полная ГРАДУИР. ТАБЛИЦА Град. кус-лин восх

В этом методе необходимо задать два основных параметра, определяющих момент начала регистрации сигнала и ее длительность (см. *Puc.9*): задержку строба и длительность строба соответственно.

Задержка строба задается в диапазоне от 150 до 950 мкс с шагом 50 мкс, длительность строба задается в диапазоне от 50 до 950 мкс с шагом 50 мкс.

Для редактирования значений параметров строба установите курсора на соответствующее поле, нажмите клавишу «F3» и введите требуемое цифровое значение.

Реализация метода аналогична методу «Люминесценция» (п.2.6.1 Метод «Люминесценция», подпункты а)-г)). Число измерений в методе «Фосфоресценция» не задается (всегда используется максимальное).

2.6.4 Метод «Хемилюминесценция»

В данном методе происходит измерение интенсивности люминесценции, возникающей при протекании некоторых химических реакций. Для возникновения хемилюминесценции не требуется возбуждающее излучение, поэтому в данном методе импульсная лампа не работает, опорный канал и канал пропускания отключены. Поскольку хемилюминесцентная реакция может длиться несколько секунд, в данном методе анализатор определяет интегральный сигнал свечения за определённое время. Это время (*«Время накопления»*) является параметром метода.

Для исключения дрейфа приборного нуля анализатор перед каждым измерением в течение такого же времени проводит измерение темнового тока.

2.7 РАБОТА С АНАЛИЗАТОРОМ В ОСНОВНОМ РЕЖИМЕ

2.7.1 Общие указания

При работе с анализатором соблюдайте следующие правила.

- а) При работе с кюветами соблюдайте чистоту. <u>Не касайтесь</u> <u>пальцами граней кювет</u> ниже рекомендуемого уровня жидкости в них (2/3 высоты). Наличие загрязнений или капель раствора на внешней поверхности кювет ведет к получению недостоверных значений.
- **б)** При установке кюветы в кюветное отделение <u>риска</u>, нанесённая на одну из граней всегда должна быть <u>обращена в</u> <u>сторону оператора</u>.
- в) При случайном попадании растворов внутрь кюветного отделения необходимо <u>немедленно удалить жидкость</u>. Для этого выньте вставку из кюветного отделения и насухо протрите залитые места. Оставшаяся в кюветном отделении влага может привести к запотеванию стенок кювет и поверхности светофильтров и, как следствие, к искажению результатов.
- г) Сменные светофильтры следует хранить в коробке в месте, защищенном от паров химических реактивов и растворителей и оберегать их от механических повреждений. Если при встряхивании светофильтра слышно постукивание, возможно, отошла прижимное кольцо. В этом случае осторожно надавите на кольцо (не на стекло!) пинцетом в нескольких точках до прекращения постукивания.
- **д)** Аккуратно обращайтесь с ЖК-дисплеем. Дисплей, имеющий механические повреждения (трещины, проколы) со временем может вытечь.

2.7.2 Включение анализатора. Установки по умолчанию

После включения кнопкой «Сеть», анализатор в течение нескольких секунд проводит инициализацию, после чего на дисплее появляется заставка:

Флюорат - 02 -5М

Люмэкс

Санкт-Петербург

F3 - идентификация

Сбросьте ее нажатием любой клавиши (кроме «F3»), и анализатор перейдет в «Основное меню» той методики, в которой он находился перед последним выключением анализатора.

<u>Внимание!</u> При выпуске из производства в анализаторе, как правило, заполняется первый пункт в «Списке методик»; он называется «Поверка» и содержит установки, необходимые для поверки анализатора. Не удаляйте (не «очищайте») этот пункт, он понадобится при проведении периодической поверки.

Во всех остальных меню установлены параметры «по умолчанию»:

- название методики отсутствует,
- установлен метод измерения «Люминесценция»,
- коррекция полная,
- номера светофильтров «000»
- градуировочная таблица обнулена.

Такие же параметры устанавливаются и при удалении методики из «Списка методик». Далее можно приступить к заполнению необходимых меню.

<u>Примечание:</u> Заполнение меню «Установки», описанное в 2.7.3, достаточно провести один раз для каждой позиции «Списка методик». Введенные параметры будут сохранены в энергонезависимой памяти анализатора. Результаты градуировки (п. 2.7.5) также сохраняются в памяти; периодичность проведения градуировки определяется требованиями методики измерений.

2.7.3 Заполнение меню методики

Каждый пункт в меню «Список методик» - название методики - открывает систему меню («Меню методики»), в которой вводятся или выбираются из соответствующих списков все параметры данной методики: метод измерений с соответствующими ему установками, тип градуировки, содержание Градуировочной таблицы и вариант коррекции сигнала.

В качестве примера взят самый распространенный вариант с методом измерения «Люминесценция» (см. также п. 2.6.1 Метод «Люминесценция»).

Установите светофильтры в каналы возбуждения и регистрации согласно методике измерений.

Установите соответствующую вставку в кюветное отделение (см. п. 2.4.1 Кюветное отделение).

Для введения в список методик нового названия, находясь в «Основном меню», нажмите «Esc» и перейдите в меню «Список методик». Установите курсор на свободную позицию и наберите нужное название методики (см.п. 2.5.2 Меню «Список методик»).

<u>Примечание.</u> Поскольку после тестирования анализатора на предприятии-изготовителе в каких-либо меню могли остаться данные, рекомендуется перед записью названия методик предварительно очистить меню, проведя удаление. То же самое нужно проделать в той позиции «Списка методик», где курсор исчезает. Далее перейдите в меню «Установки», выберите необходимый Вам метод в меню «Методы измерений» (см. п. 2.5.4 Меню «Методы измерений») и, вернувшись в меню «Установки», задайте номера светофильтров, вариант коррекции сигнала (если требуется), тип градуировки и, при необходимости, задайте дополнительные параметры.

- а) Для ввода номеров светофильтров установите курсор на «000» пункта «рег.», нажмите «F3», наберите номер светофильтра регистрации (например, «3», «14» или др.), нажмите «Ent», затем клавишей «↑» переведите курсор на «000» пункта «воз.» и введите номер светофильтра возбуждения (например, «1», «15» или др.).
- Внимание! В общем случае номера светофильтров носят информационный характер и их можно не указывать, но если в качестве возбуждающего используется светофильтр № 1, его номер должен быть введен обязательно!
 - б) Для установки варианта коррекции установите курсор на строку «Коррекция» и клавишами «→» или «←» выберите требуемый вариант. Если в методике нет дополнительных указаний, оставьте полную коррекцию.
 - в) Тип градуировки устанавливается в последней строке меню «Установки». Переключение между соответствующими опциями происходит при нажатии клавиш «→» или «←». Подробнее о принципах выбора вида и типа градуировки см. п. 2.7.4 Виды и типы градуировки.
 - г) Установите параметры метода согласно рекомендациям Методики измерений. Для метода «Люминесценция» оставьте «Авто», для других методов способ ввода или выбора параметров см. в разделе 2.6 Методы и режимы измерения.

д) Затем можно перейти к градуировке анализатора и к измерению массовой концентрации компонентов в растворах, подготовленных в соответствии с методикой измерений. Для проведения градуировки переводят курсор на строку «Градуир. таблица» и нажимают клавишу «Ent». При нажатии клавиши «Esc» анализатор переходит в «Основное меню».

2.7.4 Виды и типы градуировки

В анализаторе «Флюорат-02» предлагается 2 вида градуировочной характеристики: <u>кусочно-линейная интерполяция</u> (*Puc.10*) и <u>метод наименьших квадратов</u> (МНК). Последний вид градуировки применим только в том случае, если зависимость сигнала анализатора от массовой концентрации компонента линейна.

Каждую градуировку можно провести по нескольким точкам,

Поскольку градуировка каждого вида может быть как восходящей, так и нисходящей, в меню «Установки» нужно выбрать один из 4-х типов градуировки:

- кусочно-линейная восходящая;
- МНК восходящая;
- кусочно-линейная нисходящая;
- МНК нисходящая.

Конкретный тип градуировки рекомендован в Методике измерений.

а) Кусочно-линейная градуировка

При использовании кусочно-линейной интерполяции расчет массовой концентрации компонента в пробе проводится по следующим формулам:

- для точки, сигнал от которой попадает на первый участок

градуировочной характеристики
$$\mathbf{C}_{x} = \mathbf{C}_{1} \cdot \frac{\mathbf{J}_{x} - \mathbf{J}_{0}}{\mathbf{J}_{1} - \mathbf{J}_{0}}$$

- для точки, сигнал от которой попадает на остальные участ-

ки
$$C_y = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{J_y - J_1}{J_2 - J_1}$$

Не допускается расчет значений концентрации методом экстраполяции в области значений сигнала, превышающих максимальный сигнал при градуировке (выше J3 в примере на Рис.10).



Рис.10. Вид градуировочной характеристики при кусочнолинейной интерполяции

б) Метод наименьших квадратов (МНК)

Метод наименьших квадратов аппроксимирует градуировочную характеристику линейным уравнением

$$J = K_0 + K_1 \cdot C$$

Коэффициенты *К*₀ и *К*₁ вычисляются по стандартным формулам для этого метода. Критерием приемлемости градуировочной характеристики является коэффициент корреляции (*R*).

Значения коэффициента корреляции могут изменяться от -1 до 1 в зависимости от характера связи между переменными. Если с ростом независимой переменной (в приведенном выше уравнении *C*) отклик (в нашем примере *J*) возрастает, то коэффициент корреляции - положительная величина, а при убывании отклика с ростом независимой переменной - отрицательная. Обычно граду-

ировочную характеристику считают приемлемой, если выполняется условие |*R*| ≥ 0,99 (посмотреть получившиеся значения параметров МНК (*K*₀, *K*₁ и *R*) можно, нажав клавишу «[°]» в меню «*Градуировочная таблица*»).

Если условие |*R*| ≥ 0,99 не выполняется, то следует, прежде всего, проверить правильность ввода значений концентрации в градуировочную таблицу и при необходимости их исправить. Если значения концентрации верны, то переходят в режим *«Измерение»* (см. *п. 2.7.6*) и измеряют концентрации всех градуировочных растворов в этом режиме, выявляя тем самым точки, которые сильно отклоняются от установленной градуировочной зависимости (соответствующие критерии приводятся в методиках измерений). Если такая точка всего одна, то соответствующий ей градуировочный раствор готовят заново и измеряют его в режиме «Градуировка». Наиболее радикальный способ исправления ситуации - заново приготовить градуировочные растворы и провести повторные измерения.

Проверку градуировочных растворов в режиме «Измерение» рекомендуется провести и при выполнении условия |R| ≥ 0,99, поскольку даже при выполнении этого условия в области низких концентраций возможны значительные отклонения точек от градуировочной зависимости.

2.7.5 Градуировка анализатора

Первым шагом при градуировке анализатора является заполнение данными меню «Градуировочная таблица».

При заполнении градуировочной таблицы и проведении измерений необходимо учитывать следующее.

а) Максимальное число градуировочных точек - 8, включая фон. Значения концентраций градуировочных растворов C0 – C7 вводятся с клавиатуры (C0 обычно равно нулю это концентрация фонового раствора), значения сигналов градуировочных растворов J0 – J7 (в условных приборных единицах) измеряются нажатием клавиши «Ent». Допускается ввод с клавиатуры известных значений J1 – J7 (но не J0!).

- **б)** Заполнение таблицы рекомендуется начинать с измерения J0. Для ввода данных в таблицу:
- установите курсор на параметр *Сі*, нажмите «F3», введите концентрацию і-того градуировочного раствора и нажмите «Ent». Для сброса неправильно набранного значения нажмите «Esc»;
- 2. вставьте кювету с і-тым градуировочным раствором;
- установите курсор на параметр *Ji*, нажмите «Ent». После окончания измерения во всплывающем окне появится его результат. Для занесения результата в Градуировочную таблицу нажмите «Ent», для отказа нажмите «Esc» (в этом случае в Таблице останется прежнее значение)
- в) Вне зависимости от того, какой тип градуировки выбран в меню «Установки», всегда можно просмотреть значения коэффициентов К₀ и К₁, а также коэффициента корреляции R, вычисленные методом наименьших квадратов при условии, что в градуировочной таблице заполнены, по крайней мере, две строки - *C0/J0* и *C1/J1*. При этом вычисление концентрации в режиме «Измерение» будет происходить именно по тому типу градуировки, который выбран в меню «Установки». Для просмотра значений параметров МНК в меню «Градуировочная таблица» нажмите клавишу «°»; чтобы закрыть окно, нажмите «Esc».
- г) В построении градуировочной характеристики участвуют только те точки, у которых значения *Ci* и *Ji* (оба!) отличны от нуля. Исключение составляет только первая точка *C0/J0*, которая участвует в построении градуировочной характеристики всегда. Таким образом, можно исключить точку из расчета параметров градуировочной характеристики путем обнуления соответствующего ей значения *Ci* или *Ji*.

Величина фонового \mathbf{N} Внимание! сигнала раствора (параметр J0) должна быть обязательно измерена, а не введена с клавиатуры. Это необходимо потому, что с клавиатуры можно ввести только величину сигнала по каналу регистрации люминесценции и нельзя ввести величину сигнала по каналу пропускания. Неправильно установленное (или не установленное вообще) значение фонового сигнала по каналу пропускания приведет к неверному расчету поправки на пропускание при дальнейшем измерении концентрации пробы и искажению результата.

д) В правом верхнем углу *Градуировочной таблицы* присутствует стрелка, показывающая требуемое направление градуировки согласно выбранному в меню «Установки» типу («지» или «ч»). При заполнении *Градуировочной таблицы* анализатор проверяет соблюдение направления градуировки и её монотонность, и при нарушении этих требований выдаёт сообщение:

«Е-14. Нарушена монотонность градуировки».

- Сообщение $\mathbf{\nabla}$ Внимание! 0 нарушении монотонности градуировки является информационным и не препятствует дальнейшей работе, однако, если будет нарушение монотонности не исправлено, mo результаты измерения будут некорректными.
 - е) Энергонезависимая память анализатора позволяет сохранить градуировку при выключении анализатора. Частота проведения градуировки определяется требованиями Методики измерений.

- <u>Внимание!</u> Сохранение выбранного метода измерений, установок, номеров светофильтров и градуировочных коэффициентов происходит только в момент перехода в «Основное меню». Если анализатор будет выключен или проведет инициализацию до этого момента, все вновь внесенные данные будут потеряны.
 - ж) Для повышения точности измерения малых сигналов люминесценции (устранения дрейфа приборного нуля) в методах «Люминесценция» и «Фосфоресценция» применяется теневая калибровка. Она проводится анализатором автоматически с определенным интервалом времени, когда анализатор находится в режиме градуировки или измерения (меню «Градуировочная таблица» и «Измерение»), поэтому при запуске измерения можно иногда наблюдать проведение обратного отсчета. Для проведения теневой калибровки крышка кюветного отделения должна быть закрыта; о том, что крышка анализатора закрыта и теневая калибровка включена, свидетельствует «звездочка» в верхнем правом углу дисплея.
- <u>Внимание!</u> Теневая калибровка работает правильно только при закрытой крышке кюветного отделения. При попытке измерения (и просто при оставлении анализатора) с открытой крышкой анализатор выдаст звуковой сигнал и сообщение на дисплей. В этом случае закройте крышку и повторите измерение.
 - 3) Значения *Ji* измеряются в условных приборных единицах и на них влияет аппаратная функция анализатора (характеристики фотоприемников, светофильтров и пр.), поэтому эти значения могут отличаться как от анализатора к анализатору, так и при замене светофильтров на одном анализаторе. Во время проведения градуировки эти различия ни-

велируются, и на результат измерения концентрации в режиме «Измерение» аппаратная функция не влияет.

2.7.6 Проведение измерений

Для перехода из меню «Градуировочная таблица» в режим измерения два раза нажмите клавишу «Esc». Тем самым Вы перейдете в «Основное меню», в котором курсор установлен на строке «Измерение». Нажатием клавиши «Ent» перейдите в меню «Измерение» и следующим нажатием «Ent» запустите измерение концентрации компонента. При этом наряду со значением концентрации индицируется значение коэффициента пропускания раствора в процентах относительно фонового.

- <u>Внимание!</u> Измерение концентрации и коэффициента пропускания раствора произойдет только в том случае, если в градуировочной таблице значения параметров С1 и J1 отличны от нуля. В противном случае анализатор выдаст сообщение об ошибке «Е-11» (см. п. 4.3 Сообщения об ошибках).
- Внимание! Результат измерения коэффициента пропускания будет правильным только в том случае, если в градуировочной таблице значение параметра J0 было измерено, а не введено с клавиатуры. В противном случае коэффициент пропускания раствора все время будет равен 100%.
- Внимание! Если в меню «Установки» изменить вид градуировки (с кусочно-линейной аппроксимации на МНК или наоборот) при сохранении направления градуировки, то все последующие измерения будут обрабатываться по вновь установленному виду. Изменение вида градуировки не повлияет на содержание градуировочной таблицы.

2.8 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ

2.8.1 Коррекция даты

Коррекция даты производится в «Служебном меню».

- 1. Перейдите в «Основное меню» любого методики и из него в «Служебное меню».
- 2. Установите курсор на нижнюю строку и нажмите «Ent».
- Передвигая курсор нажатием «→», последовательно наберите дату (в формате «дд.мм»), год (4 цифры) и время («чч.мм»).

2.8.2 Работа с Архивом

В анализаторе «Флюорат-02» предусмотрена возможность записи результатов измерения в Архив.

Записывать результаты измерения в Архив можно из всех методов.

Для работы с Архивом рекомендуется предварительно откорректировать дату (см. п. 2.8.1).

- а) Включение Архива проводится следующим образом:
- 1. Перейдите в «Основное меню» на пункт «Измерение».
- Нажимая последовательно курсорные клавиши «♥», «→» и «♥» дойдите до пункта «выкл»



3. Нажатием клавиши «→» включите Архив.

Теперь каждый результат измерения в режиме «Измерение» будет заноситься в Архив вместе с названием методики, фамилией оператора и меткой пробы.

Внимание! Установки включения и отключения Архива относятся к анализатору в целом, независимо от того, в меню какой методики Вы проводили настройку. При выключении анализатора режим записи в Архив выключается.

- **б)** <u>Просмотреть Архив</u> можно из *«Основного меню»* (при этом включать Архив необязательно):
- 1. Перейдите в «Основное меню» на пункт «Измерение».
- Нажимая последовательно курсорные клавиши «♥» и «→», дойдите до пункта «Архив».
- 3. Нажмите «Ent». Откроется *Меню «Архив»*, из которого можно перейти к просмотру Архива или очистить его:

В архиве 150 строк Архив вкл Просмотр архива Архив очистить?

4. Установите курсор на пункт «Просмотр Архива» и нажмите «Ent». Откроется окно выбора условий просмотра:



- 5. В открывшемся меню «Условия просмотра» выберите вариант: просмотреть все записи или отфильтровать по некоторым параметрам. Можно отфильтровать измерения за определенную дату (установите курсор на пункт «По тек. дате», нажмите клавишу «→» и введите желаемую дату) либо по «текущему» значению одного из параметров «Методика», «Оператор» или «Метка пробы». «Текущим» значением считается то, которое показано в «Основном меню» той Методики, из которой просматривается Архив.
- Выбрав нужное условие, нажмите «Ent». Через несколько секунд на дисплей будет выведен список результатов измерений с указанием даты измерения, значения концентрации и коэффициента пропускания.

| 12.09.13 | | | |
|----------|------|------|---|
| 12.09.13 | .037 | 99.9 | % |
| 12.09.13 | .038 | 99.9 | % |
| 12.09.13 | .037 | 99.9 | % |
| 12.09.13 | .036 | 99.9 | % |
| 12.09.13 | 1,01 | 87,5 | % |
| 12.09.13 | 1,01 | 87,5 | % |
| 12.09.13 | 1,01 | 87,5 | % |
| | | | |

в) Очистка Архива. В меню «Архив» перейдите на пункт «Архив очистить?» и нажмите «Ent». После подтверждения выбора все данные из Архива будут удалены.

г) В Архив вмещается 950 строк, после чего запись в Архив прекращается, а Архив отключается. Далее необходимо очистить Архив.

2.8.3 Меню «Оператор» и «Метка пробы»

```
№ <Методика>
<Оператор>
<Метка пробы>
ИЗМЕРЕНИЕ
Установки Архив
выкл
Служебное меню
```

«Оператор» и «Метка пробы» - дополнительные необязательные параметры, которые могут потребоваться в случае, когда нужно сохранить в Архиве информацию о том, результат измерения какой именно пробы записан и кто проводил измерения. Фамилии операторов и краткие метки проб предварительно вводятся в списки (для каждого параметра свой список) и при необходимости выбираются из списка. Выбранное значение выводится в «Основное меню» и является активным («текущим») до тех пор, пока не будет заменено.

Максимально возможное число операторов и меток проб - по 16, число знаков в каждом слове – до 15. Для выбора нужной фамилии или метки из списка войдите в соответствующее меню нажатием клавиши «Ent», выберите соответствующий пункт и вернитесь в «Основное меню» нажатием клавиш «Ent» или «Esc».

Редактирование параметров «Оператор» и «Метка пробы» проводится при помощи клавиши «F3» следующим образом:

- 1. Установите курсор на соответствующую строку в «Основном меню».
- 2. Нажатием «Ent» войдите в Список значений (в новом анализаторе этот список пустой).
- 3. Установите курсор на любую строчку и нажмите клавишу «F3». На дисплее появится диалоговое окно:



- 4. Выберите пункт «изменить», нажмите «Ent». (при необходимости удаления ранее введенного слова выберите пункт «удалить» и нажмите «Ent»). Появится строка для ввода.
- При помощи буквенно-цифровых клавиш наберите нужное слово. Каждой клавише соответствуют три буквы (русские или латинские – в зависимости от выбора алфавита) и цифра, сменяющие друг друга при последовательном нажатии клавиши.
- Перемещение на следующую позицию осуществляется при помощи клавиш «←» и «→», замена прописной буквы на строчную - при помощи клавиши «↓» (замена строчной на прописную – клавиша «↑»), переход с русского алфавита на латинский и обратно - при помощи клавиши «F3».
- 7. Завершите ввод нажатием клавиши «Ent».

Для выбора из списка ранее введенного значения установите курсор на соответствующую строку в «Основном меню», нажатием «Ent» войдите в меню, клавишами «♥» и «♠» выберите требуемое значение и нажатием «Ent» выведите его в «Основное меню».

<u>Внимание!</u> Параметры «Оператор» и «Метка пробы» не зависят от выбранной в «Списке методик» методики, не изменяются автоматически при переходе в меню другой методики и не удаляются при удалении меню методики. Для удаления фамилии оператора или метки пробы из списка войдите в соответствующий список, установите курсор на требуемый пункт, нажмите клавишу «F3» и выберите пункт «удалить».

Раздел 3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.1 Один раз в три месяца следует производить чистку наружных поверхностей оптических светофильтров (без разборки светофильтров!) очищенным этиловым спиртом высшего сорта. Годовой расход спирта 0,2 л.

3.2 Поверхность клавиатуры по мере загрязнения следует протирать только этиловым спиртом.

3.3 Раз в год анализатор подлежит периодической поверке согласно прилагаемой Методике поверки. Комплект светофильтров КОФ-02 для поверки фотометрического канала в комплект анализатора не входит и приобретается отдельно потребителем или организацией, проводящей поверку, на предприятии – изготовителе. Комплект светофильтров КОФ-02 также подлежит ежегодной периодической поверке.

Раздел 4 **ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ** И ИХ УСТРАНЕНИЕ

4.1 РЕМОНТ АНАЛИЗАТОРА

В анализаторе реализован блочно-модульный принцип построения. Ремонт анализатора сводится к определению неисправного блока и его замене.

Ремонт анализатора (гарантийный и послегарантийный) осуществляется на фирме – изготовителе или в специальных сервисных центрах.

4.2 ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

| Наименование неис- правности, внешнее проявление | Вероятная при- чина | Метод устранения |
|--|--|--|
| При нажатии кнопки «сеть» анализатор не | Неисправен предохранитель | Проверить и в случае неисправности заменить предохранитель |
| включается | Обрыв в сетевом проводе | Устранить неисправ- ность сетевого провода |
| Во время работы гаснет изображение | Нарушен контакт предохранителя или сетевого про- вода | Проверить контакт предохранителя и сете- вого провода |
| | Неисправен контроллер | Обратиться к изготови- телю |
| При включении анали- затора есть подсветка дисплея, но нет инфор- мации | Неисправен контроллер | Обратиться к изготови- телю |

| Наименование неис- правности, внешнее проявление | Вероятная при- чина | Метод устранения |
|---|---|--|
| Во время работы анали- затор самостоятельно перезапускается | Неисправен контроллер | Обратиться к изготови- телю |
| Анализатор не запоми- нает дату и время | Разрядилась вспомогательная батарейка | Обратитесь к изготови- телю или сервис- инженеру для замены батарейки |

4.3 СООБЩЕНИЯ ОБ ОШИБКАХ

Анализатор осуществляет самодиагностику и выдает сообщения об ошибках на ЖК-дисплей. Причины ошибок и способы их устранения приведены ниже.

| Сообщение на дисплее | Способ устранения |
|---|--|
| E-03. Сильный сигнал в ка- нале люминесценции | Проверить правильность установки свето- фильтров; разбавить исследуемый раствор. |
| E-04. Слабый сигнал в кана- ле пропускания | Разбавить исследуемый раствор до пропус- кания от 50 до 100% (или как указано в мето- дике измерений); проверить отсутствие по- сторонних предметов или загрязнений в кю- ветном отделении |
| E-05. Сильный сигнал в ка- нале пропускания | Проверить правильность установки свето- фильтров в соответствии с требованиями ме- тодики измерений |

| Сообщение на дисплее | Способ устранения |
|---|---|
| E-06. Слабый сигнал в опор- ном канале | Проверить правильность установки и чистоту поверхности светофильтров |
| E-07. Сильный сигнал в опорном канале | Проверить правильность установки свето- фильтров |
| E-11. Нет градуировки. | Ввести значения концентраций в Градуиро- вочную таблицу или проградуировать анали- затор |
| E-12. Лампа не вспыхнула. | При частом возникновении обратиться к изго- товителю |
| E-14. Нарушена монотон- ность градуировки | Исправить значения в Градуировочной таб- лице или переградуировать анализатор или исправить тип градуировки таким образом, чтобы значения Сі и Јі в градуировочной таб- лице изменялись монотонно и в соответствии с выбранным направлением градуировки. |
| Системная ошибка | Попытаться продолжить измерения или пере- запустить анализатор. При частом возникно- вении обратиться к изготовителю ¹ . |

¹ При обращении к изготовителю желательно указать номер ошибки. Номер можно узнать, если при появлении на дисплее слов «Системная ошибка» нажать клавишу «5»

канала

Объект в кюветном отделении

измерения

«Фосфоресценция» даёт результат измерения люминес-

отличный

остальных методов)

4.4 ЭКСПРЕСС-ДИАГНОСТИКА АНАЛИЗАТОРА

Если при возникновении ошибок Е-03 – Е-07 меры, предложенные в п. 4.3, не дали результата, рекомендуется обратиться на фирму-изготовитель или в региональную сервисную службу изготовителя. Предварительно провести можно экспрессдиагностику анализатора.

Для проведения экспресс-диагностики анализатора требуется измерить сигналы по отдельным измерительным каналам («поканальные» сигналы).

| несколько параметров: | | | |
|----------------------------|------------------|----------|-----------|
| | Влияет на канал: | | |
| Изменяемый фактор | опорный | люминес- | пропуска- |
| | | ценции | ния |
| Светофильтр канала возбуж- | да | да | да |

реги-

(метод

всех

ΟΤ

a) На результаты измерений «поканальных» сигналов влияет

нет

нет

нет

да

да

да

нет

да

нет

Вариант коррекции сигнала и тип градуировки на результаты измерений «поканальных» сигналов не влияет.

Для оценки полученных результатов нужно знать все параметры, при которых проводились измерения.

б) Измерение «поканальных» сигналов проводится в «Служебном меню»; поскольку «Служебное меню» имеется в каждой методике из «Списка методик», то на него распространяются Метод измерения данной методики.

дения

страции

Метод

ценции,

Светофильтр

- **в)** Для общей оценки работоспособности анализатора рекомендуются следующие установки:
- метод *Люминесценция;*
- светофильтр канала возбуждения № 1*;*
- светофильтр канала регистрации № 3*;*
- объект в кюветном отделении:
 - а) раствор фенола в воде 1 мг/л
 - б) пустое кюветное отделение.
 - **г)** Измерение «поканальных» сигналов проводится следующим образом:
 - Определитесь с тем, что именно и при каких условиях хотите продиагностировать. Как правило, используются установки, указанные в подпункте в), однако по рекомендации сервисной службы установки могут быть изменены.
- Установите в кюветное отделение нужные светофильтры и объект (при диагностике канала пропускания объект в кюветное отделение, как правило, не устанавливается).
- 3. Выберите в «Списке методик» Методику с соответствующим Методом измерения или создайте такую методику.
- 4. Проследите, чтобы крышка кюветного отделения была закрыта.
- 5. Перейдите в «Основное меню» выбранной Методики, а из него в «Служебное меню».
- Нажмите один раз клавишу «1», затем один раз клавишу «2».
- Нажмите клавишу «З» и посмотрите результаты «поканальных» измерений. Поскольку данные измерения проводятся при однократной вспышке лампы и без усреднений, то разброс между ними может достигать 10-15% - это нормально; поэтому нажмите клавишу «З» несколько раз и оцените средний уровень результатов.
- д) Окно с результатами «поканальных» измерений выглядит следующим образом (интересующие значения содержатся в 3-х строках <u>левого</u> столбца):



Измеряются «поканальные» результаты в микровольтах.

Полученные результаты вместе с описанием условий их получения приложите к рекламации.

Раздел 5 УПАКОВКА, ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА

5.1 Анализатор должен храниться в сухом, отапливаемом и вентилируемом помещении с температурой воздуха от 10°С до 40°С и влажностью не более 80% при температуре 25°С или при более низкой температуре без конденсации влаги.

5.2 Анализатор консервации не подлежит.

5.3 Перевозка анализатора допускается в упаковочных коробках всеми видами закрытого транспорта.

5.4 При погрузке и перевозке необходимо охранять коробки от ударов, ставить их крышкой вверх в соответствии с манипуляционными знаками, не бросать и не кантовать.