

Генеральный директор
ООО «НПО Аквилон»



О.Ф. Зернина

г.

СПЕКТРОФОТОМЕТРЫ СФ-104

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4434-031.2-81696414 -2012 РЭ



2012

СОДЕРЖАНИЕ

1 ВВЕДЕНИЕ	4
2 УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	4
2.1 ПРИНЦИП РАБОТЫ.....	5
2.2 ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ ОПТИЧЕСКАЯ СХЕМА.....	5
2.3 ОБЩИЙ ВИД.....	6
2.4 ЗАДНЯЯ ПАНЕЛЬ.....	7
2.5 ПАНЕЛЬ УПРАВЛЕНИЯ.....	8
2.5.1 Клавиатура.....	9
2.5.2 Жидкокристаллический дисплей.....	10
3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ	11
3.1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.....	11
3.2 МАРКИРОВКА.....	12
3.3 УПАКОВКА.....	12
3.4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	12
4 КОМПЛЕКТНОСТЬ	14
5 УСТАНОВКА ПРИБОРА	15
5.1 УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ.....	15
5.2 ТРЕБОВАНИЯ К РАБОЧЕМУ МЕСТУ.....	15
5.3 РАСПАКОВКА И ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	15
5.4 СЕТЕВОЕ ПИТАНИЕ.....	15
6 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	16
6.1 ПОДКЛЮЧЕНИЕ ПРИНТЕРА К СПЕКТРОФОТОМЕТРУ.....	16
6.2 ПОДКЛЮЧЕНИЕ СПЕКТРОФОТОМЕТРА К КОМПЬЮТЕРУ.....	16
6.3 ВКЛЮЧЕНИЕ СПЕКТРОФОТОМЕТРА.....	16
7 ПОРЯДОК РАБОТЫ	18
7.1 ВВЕДЕНИЕ.....	18
7.2 РЕЖИМ НАСТРОЙКИ.....	18
7.2.1 Меню «Настройки».....	18
7.2.2 Установка длины волны смены ламп.....	18
7.2.3 Установка ширины щели.....	18
7.2.4 Включение/выключение галогенной лампы.....	18
7.2.5 Включение/выключение дейтериевой лампы.....	18
7.2.6 Включение/выключение внешнего управления с компьютера.....	19
7.2.7 Коррекция установки длины волны.....	19
7.2.8 Установка даты и времени.....	19
7.2.9 Возврат к заводским установкам.....	20
7.3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ РЕЖИМ.....	21
7.3.1 Описание меню фотометрического режима.....	21
7.3.2 Параметры (Фотометрический режим).....	21
7.3.3 Очистка таблицы результатов измерений.....	22
7.3.4 Меню управления образцами.....	22
7.3.5 Вывод на печать результатов измерений.....	24
7.3.6 Работа в фотометрическом режиме.....	24
7.4 СПЕКТРАЛЬНЫЙ РЕЖИМ.....	25
7.4.1 Описание меню спектрального режима.....	25
7.4.2 Параметры спектрального режима.....	26
7.4.3 Процедура поиска пиков.....	28

7.4.4 Меню управления образцами (спектральный режим)	28
7.4.5 Вывод на печать результатов измерений	28
7.4.6 Работа в спектральном режиме	29
7.5 РЕЖИМ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ («Измерение концентрации») ..	29
7.5.1 Описание режима количественных измерений	29
7.5.2 Параметры количественных измерений	30
7.5.3 Одноточечная градуировка (по фактору отклика)	31
7.5.4 Многоточечная градуировка	31
7.5.5 Меню управление образцами в режиме количественных измерений	33
7.5.6 Работа в режиме количественных измерений	33
7.6 РЕЖИМ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ «ДНК/Белок»	34
7.6.1 Принцип анализа и методы определения	34
7.6.2 Описание меню режима анализа «ДНК/Белок»	35
7.6.3 Параметры режима «ДНК/Белок»	36
7.6.4 Работа в режиме анализа «ДНК/Белок»	37
8 ДОПОЛНИТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ	39
9 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ	40
9.1 РЕГУЛЯРНОЕ ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	40
9.2 ПЕРИОДИЧЕСКОЕ ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	40
9.3 КОНСЕРВАЦИЯ ПРИ ПЕРЕРЫВЕ В РАБОТЕ	40
9.4 ТРАНСПОРТИРОВКА	40
9.5 ХРАНЕНИЕ	40
10 ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	41
11 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	45
ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)	46
1 ЗАМЕНА ГАЛОГЕННОЙ ЛАМПЫ	46
2 ЗАМЕНА ДЕЙТЕРИЕВОЙ ЛАМПЫ	48
ПРИЛОЖЕНИЕ Б (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)	50
ЗАМЕНА ПРЕДОХРАНИТЕЛЯ	50
ПРИЛОЖЕНИЕ В (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)	51
1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИСТЕМАТИЧЕСКОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ОСНОВНОЙ ПОГРЕШНОСТИ (ΔT)	51
2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКО СЛУЧАЙНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ОСНОВНОЙ ПОГРЕШНОСТИ	53
3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АБСОЛЮТНОЙ ПОГРЕШНОСТИ УСТАНОВКИ ДЛИН ВОЛН ..	54
ПРИЛОЖЕНИЕ Г (СПРАВОЧНОЕ)	56
ПРИЛОЖЕНИЕ Д (СПРАВОЧНОЕ)	57
1 ПРИМЕР ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ИЗМЕРЕНИЯ	55
2 ПРИМЕР СПЕКТРАЛЬНОГО ИЗМЕРЕНИЯ	57

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий, работающего со спектрофотометром СФ-104.

Руководство содержит рекомендации по обслуживанию прибора, правила его эксплуатации, хранения и транспортировки.

Спектрофотометр СФ-104 (далее СФ-104) предназначен для измерения оптической плотности, коэффициента пропускания, скорости изменения оптической плотности¹ образца и сканирования спектров поглощения компонентов образца. Концентрация рассчитывается по методу одноточечной калибровки либо с построением калибровочной кривой, либо по коэффициенту факторизации. Управлять спектрофотометром СФ-104 и обрабатывать данные можно как с помощью кнопок на панели управления (в автономном режиме), так и с помощью ПК с программным обеспечением UVWin.

СФ-104 позволяет определять наличие веществ, поглощающих свет в УФ и видимой области спектра в оптически прозрачных растворах.

К работе со спектрофотометром СФ-104 допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование, изучившие техническую документацию и действующие правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.0.004, 12.1.005, 12.1.007.

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на спектрофотометр СФ-104, выпускаемый по ТУ 4434-031-81696414 -2012

ИНФОРМАЦИЯ ОБ ИЗГОТОВИТЕЛЕ

ООО «НПО АКВИЛОН»

142103 РОССИЯ, Московская обл., г. Подольск, Комсомольская ул., д. 1

телефон/факс: (495) 925-72-20, (495) 925-72-21

www.akvilon.ru

¹ При использовании программного обеспечения UVWin.

2 УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

2.1 ПРИНЦИП РАБОТЫ

Принцип работы спектрофотометра основан на измерении оптической плотности образца в растворе согласно закону Ламберта – Бугера – Бера. При этом различные вещества имеют характерные длины волн, на которых они способны интенсивно поглощать, а величина поглощения (абсорбции) зависит от концентрации исследуемого вещества. Принцип действия основан на измерении светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, и сравнении его с опорным световым сигналом. Потоки излучения преобразуются фотоприемником в электрические сигналы, которые обрабатываются встроенным процессором с учетом темнового тока; полученные данные выводятся на дисплей. Данные могут быть получены как в единицах абсорбции (Б), так и в единицах пропускания (% T). Также возможно получение результатов измерений в единицах концентрации.

2.2 ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ ОПТИЧЕСКАЯ СХЕМА

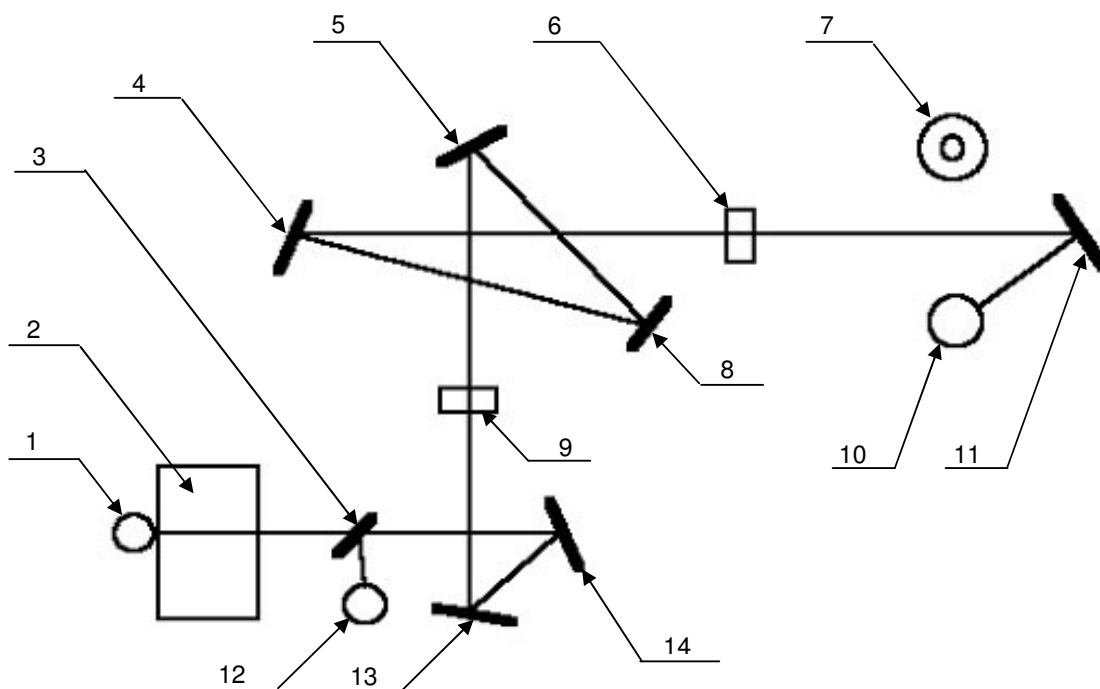


Рис. 2.1. Оптическая схема спектрофотометра СФ-104

- 1 – фотодиод измерительного канала;
- 2 – кювета с образцом;
- 3 – полупрозрачное зеркало (бимсплиттер);
- 4 – коллиматорное зеркало 1;
- 5 – коллиматорное зеркало 2;
- 6 – входная щель монохроматора;
- 7 – дейтериевая лампа;
- 8 – дифракционная решётка;
- 9 – выходная щель монохроматора;
- 10 – галогенная лампа;
- 11 – отражающее зеркало источника света;
- 12 – фотодиод опорного канала;
- 13 – отражающее зеркало 1;
- 14 – отражающее зеркало 2.

Как показано на рис. 2.1, в спектрофотометре свет от лампы (10 или 7) с помощью отражающего зеркала (11) фокусируется на входной щели монохроматора (6), где коллиматорное зеркало (4) направляет пучок света на дифракционную решетку (8). Решетка с помощью второго коллиматорного зеркала (5) создает в плоскости выходной щели монохроматора (9) изображение входной щели, растянутое в спектр. Выходная щель (9) из спектра выделяет монохроматический пучок света, который поступает на систему отражающих зеркал (13 и 14), поворачивающих оптическую ось на 90°. Далее пучок света попадает на полупрозрачное зеркало (3), разделяющее этот пучок на два, один из которых поступает на фотодиод опорного канала (12), а второй, проходя через кювету с образцом (2), поступает на фотодиод измерительного канала (1). На фотодиодах оба пучка преобразуются в электрические сигналы.

2.3 ОБЩИЙ ВИД СФ-104

На рис. 2.2 показан общий вид спектрофотометра СФ-104.

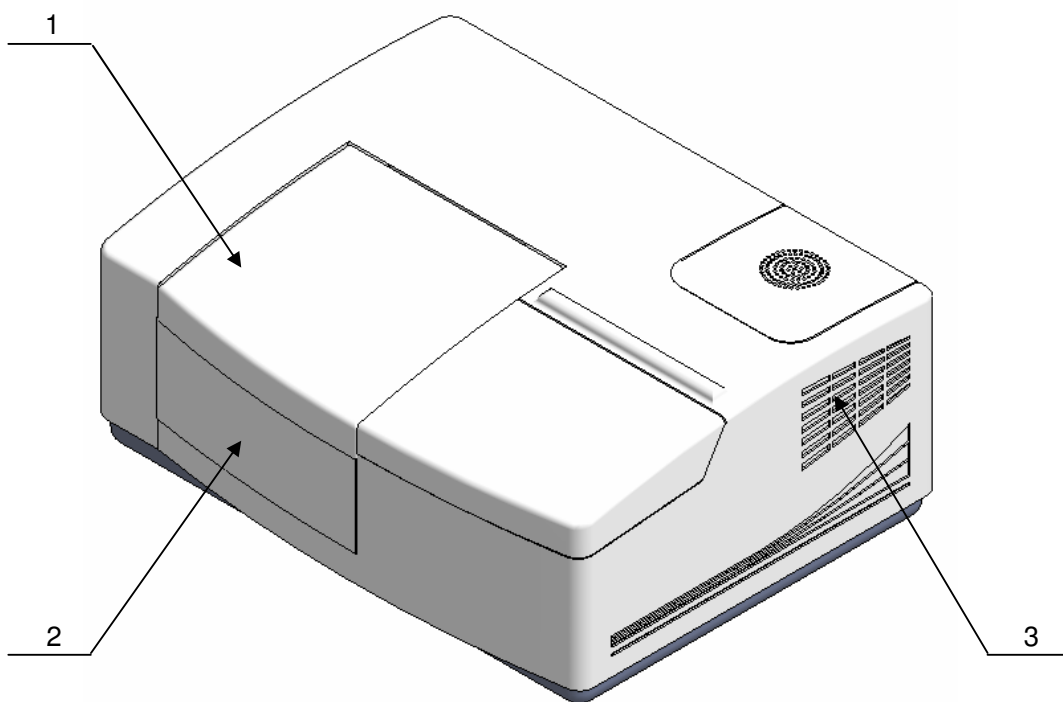


Рис. 2.2. Общий вид спектрофотометра СФ-104

- 1 – крышка кюветного отделения;
- 2 – съёмная стенка кюветного отделения;
- 3 – вентиляционная решётка.

2.4 ЗАДНЯЯ ПАНЕЛЬ СФ-104

На рис. 2.3 показана задняя панель спектрофотометра СФ-104.

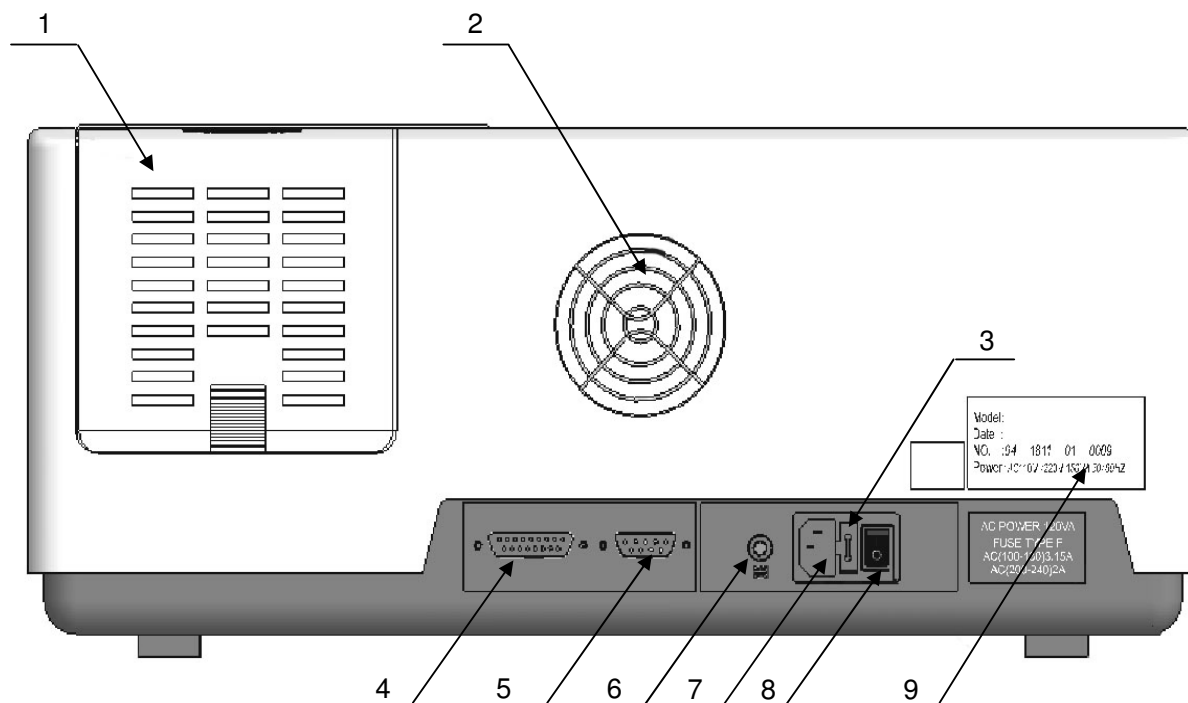


Рис. 2.3. Задняя панель спектрофотометра СФ-104

- 1 – крышка отделения ламп;
- 2 – решётка вентилятора;
- 3 – предохранитель;
- 4 – LPT-порт для подключения принтера;
- 5 – выход RS-232 с разъёмом DB9-m;
- 6 – клемма заземления;
- 7 – разъём кабеля сетевого питания;
- 8 – тумблер «Сеть»;
- 9 – табличка с номером прибора.

ВНИМАНИЕ! В некоторых версиях прибора присутствует дополнительный разъем для подсоединения прибора к USB-порту компьютера (на рисунке разъем не показан) и прибор укомплектован дополнительным шнуром. Для работы с прибором через к USB-порт необходимо установить драйвер USB-COM конвертера находящийся на диске с программой UVWin в каталоге USB-COM

2.5 ПАНЕЛЬ УПРАВЛЕНИЯ

Управление прибором осуществляется с клавиатуры. Внешний вид прибора с открытым дисплеем и клавиатурой показан на рис. 2.4.

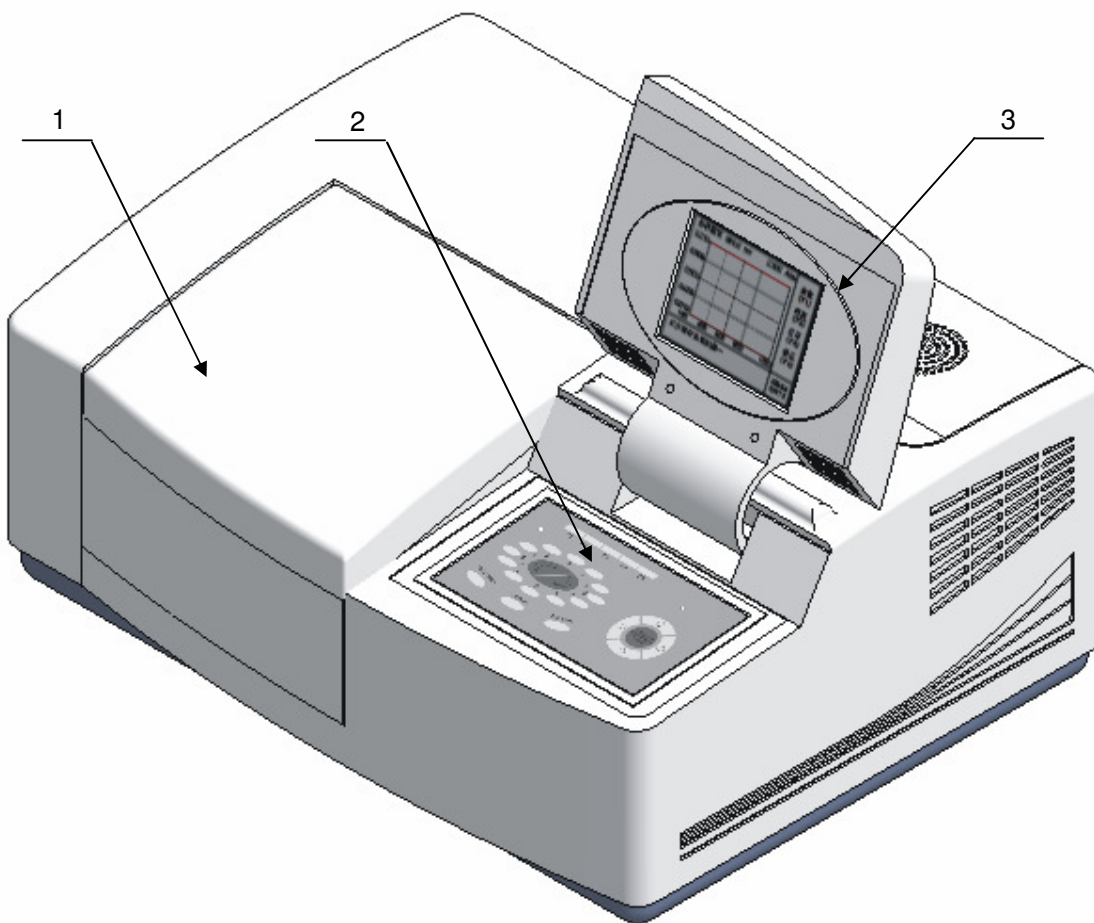


Рис. 2.4. Внешний вид спектрофотометра СФ-104 с открытым дисплеем и клавиатурой

- 1 – крышка кюветного отделения;
- 2 – клавиатура;
- 3 – жидкокристаллический дисплей.

2.5.1 Клавиатура

На рис. 2.5 показана клавиатура спектрофотометра СФ-104.

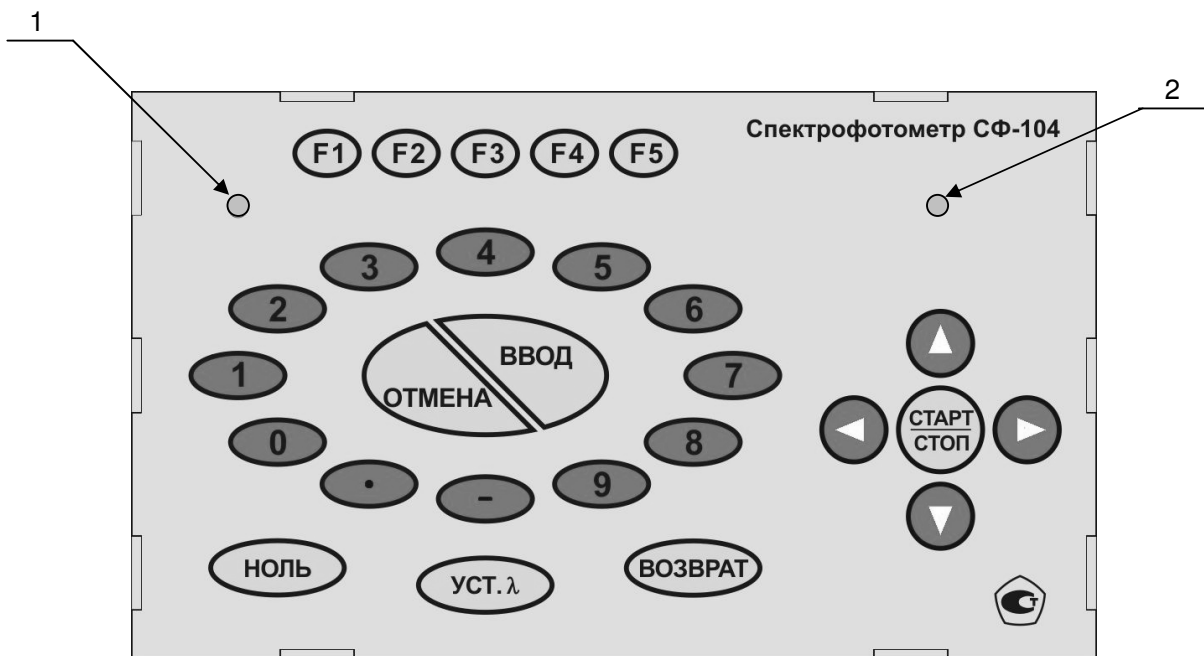


Рис. 2.5. Клавиатура спектрофотометра СФ-104

1 – винт регулировки контрастности дисплея;
2 – светодиод «Питание».

Клавиатура содержит 27 клавиш, которые объединены в четыре группы.

2.5.1.1 Функциональные клавиши F1÷F5

Функциональные клавиши используются для задания параметров измерений и для выполнения некоторых операций. При нажатии какой-либо из пяти функциональных клавиш (F1-F5) в рабочем режиме выполняются назначенные ей операции, такие как установка параметров измерений, удаление результатов, установка образцов, печать результатов, коррекция темнового тока и т.д.

2.5.1.2 Цифровые клавиши 0÷9

Используются для ввода числовых значений при установке параметров измерений.

2.5.1.3 Клавиши редактирования:

- клавиши ▲, ▼ используются для сдвига курсора вверх и вниз во время просмотра данных, для увеличения и уменьшения значения параметров, при установке текущей даты/времени и т. д.;
- клавиши ◀, ▶ используются для переключения между отображаемыми данными в режиме измерения ДНК/Белок при поиске пиков на спектральной кривой и т.д.;
- клавиша «ОТМЕНА» используется для удаления введенных данных в порядке, обратном их введению;
- клавиша «ВВОД» используется для подтверждения текущих и введения заданных параметров;
- клавиша «ВОЗВРАТ» используется для выхода из текущего режима работы и возврата к предыдущему.

2.5.1.4 Клавиши выполнения операций:

- клавиша «НОЛЬ» используется для установки нулевого значения поглощения (100 % пропускания). В фотометрическом режиме и режиме определения концентрации данная клавиша выполняет свою функцию только для текущей установленной длины волны.

В спектральном режиме при нажатии данной клавиши выполняется коррекция базовой линии в выбранном диапазоне длин волн;

- клавиша установки длины волны «УСТ. λ » используется для установки значения длины волны;

- клавиша «СТАРТ/СТОП» используется для запуска или остановки измерения.

2.5.2 Жидкокристаллический дисплей

Дисплей прибора является высококонтрастным жидкокристаллическим дисплеем (ЖКД) с разрешением 320x240 точек. Он отображает данные об измерениях, параметрах и режимах работы, выводит спектр.

3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Технические характеристики спектрофотометра СФ-104 приведены в таблице 1.

Таблица 1. Технические характеристики

Наименование характеристики	Значение характеристики
Спектральный диапазон измерений, нм	190 - 1100
Диапазон измерения спектрального коэффициента направленного пропускания, %	0 - 99
Пределы допускаемой абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания (по фотометрической шкале), %	±1
Пределы допускаемого СКО случайной составляющей погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания (по фотометрической шкале), %	± 0,05
Дрейф нулевого сигнала, Б/час, не более	0,002
Максимальное отклонение базовой линии от нуля в диапазоне от 190 до 1100 нм, Б	± 0,002
Время прогрева (при включении дейтериевой лампы), мин	20
Воспроизводимость установки длины волны, нм, не более	0,2
Дискретность установки длины волны, нм	0,1
Разрешающая способность (выделяемый спектральный интервал), нм	2
Пределы допускаемой абсолютной погрешности установки длин волн, нм	±1
Уровень мешающего излучения, %, не более	0,15
Потребляемая мощность, В·А	200
Габаритные размеры, мм, не более	240 × 550 × 400
Масса прибора, кг, не более	27
Вероятность безотказной работы спектрофотометра за 1000 часов, не менее	0,8
Средний срок службы, лет, не менее	7
Условия эксплуатации:	15 - 35
- температура окружающей среды, °С	40 - 80
- относительная влажность воздуха, %	98 - 104
- атмосферное давление, кПа	

Источниками возбуждения спектра служат дейтериевая и галогенная лампы на 12 В мощностью 35 Вт.

Степень автоматизации спектрофотометра СФ-104 обеспечивает оперативность управления, получения и обработки результатов измерений, а также возможность масштабирования спектра на дисплее.

Спектрофотометр СФ-104 в упаковке для транспортирования в соответствии с ГОСТ 12997-84 должен выдерживать без повреждений:

– транспортную тряску с ускорением не более 30 м/с² при частоте ударов в минуту 80÷120;

– температуру от +5 до +50 °С;

– относительную влажность воздуха 80% при температуре 35 °С.

Установленная календарная продолжительность эксплуатации не менее 7 лет.

Вероятность безотказной работы спектрофотометра СФ-104 в течение 1000 часов должна быть не менее 0,8.

Параметром, по которому определяется отказ прибора, является несоответствие требованиям абсолютной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания (по фотометрической шкале) в % и абсолютной погрешности установки длин волн в нм.

3.2 МАРКИРОВКА

Маркировка спектрофотометра СФ-104 должна соответствовать требованиям комплекта документации.

Способ нанесения маркировки и цвет надписей должны обеспечивать четкое и ясное изображение, позволяющие свободно читать надписи при нормальном освещении рабочего места в течение среднего срока службы спектрофотометра.

На корпусе спектрофотометра должны быть наклейки, выполненные способом термопечати, на которые нанесены:

- на передней панели – условное обозначение прибора, обозначение ТУ, обозначение клавишей управления, товарный знак организации-изготовителя, знак утверждения типа.

- на задней панели – заводской номер и обозначения разъемов.

Маркировка транспортной тары должна соответствовать настоящим ТУ и ГОСТ 14192-76 с нанесением манипуляционных знаков № 1, № 3, № 11.

3.3 УПАКОВКА

Упаковка спектрофотометра СФ-104 производится после приемки ОТК в упаковочные коробки, обеспечивающие сохранность при транспортировании и хранении.

Комплектность прибора проверяется перед его упаковкой. Спектрофотометр СФ-104 и принадлежности к нему должны быть упакованы и уложены в транспортную тару согласно упаковочному листу.

Эксплуатационная документация должна быть помещена в упаковочную коробку прибора.

3.4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Конструкция спектрофотометра СФ-104 должна соответствовать ГОСТ 12.2.003-91.

К работам по монтажу, установке, проверке и обслуживанию прибора должны допускаться лица, имеющие необходимую квалификацию и обученные правилам техники безопасности.

Спектрофотометр СФ-104 должен устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией и удовлетворяющих требованиям санитарных норм и правил. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88.

Маркировка разъемов должна соответствовать ГОСТ 12.2.007.0-75.

Электрическая изоляция силовой цепи относительно корпуса и между собой должна по прочности выдерживать в течение 5 минут воздействие испытательного, синусоидального напряжения 750 В, частотой 50 Гц, и иметь сопротивление в рабочих условиях эксплуатации не менее 20 МОм.

Спектрофотометр СФ-104 должен соответствовать параметрам электромагнитной совместимости по ГОСТ Р 50267.0.2-95 р.5

При монтаже, установке, проверке и обслуживании спектрофотометра СФ-104 должны соблюдаться действующие «Правила технической эксплуатации электроустановок при

эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

Условия эксплуатации регламентируются санитарными нормами и правилами СанПин-74. При проведении анализов вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разработанных потребителем на основании ГОСТ 12.1.007-76.

4 КОМПЛЕКТНОСТЬ

Комплект поставки спектрофотометра СФ-104 должен соответствовать таблице 2.

Таблица 2. Комплект поставки

Наименование	Количество, шт
Спектрофотометр СФ-104	1
Сетевой кабель питания 1,5м	1
Кабель RS-232 для соединения с ПК (кабель USB-COM)	1
Кюветы (кварцевые, l=10 мм, 12,5×12,5×45)*	2
Программное обеспечение и руководство пользователя ПО	1
Руководство по эксплуатации	1
Паспорт	1
Методика поверки МП 94.Д4-12	1
*-дополнительные кюветы поставляются по отдельному заказу	

Комплектность спектрофотометра СФ-104 приводится в паспорте с указанием заводского номера и года выпуска.

5 УСТАНОВКА ПРИБОРА

5.1 УСЛОВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ

Прибор может эксплуатироваться при следующих значениях параметров окружающей среды:

- температуры - от 15 °С до 35 °С;
- атмосферного давления - от 98 кПа до 104 кПа;
- относительной влажности воздуха - от 40 % до 80 %.

Внимание! Невыполнение требований раздела 5.1 может негативно сказаться на качестве результатов измерений и сократить срок службы прибора.

5.2 ТРЕБОВАНИЯ К РАБОЧЕМУ МЕСТУ

Рабочее место должно быть закреплено и должно выдерживать вес прибора. Высота рабочего стола около 90 см. Не забывайте, что помимо спектрофотометра Вам, возможно, потребуется установить компьютер, монитор и/или принтер. При установке расстояние от прибора до стен должно быть не менее 15 см для обеспечения нормальной вентиляции прибора. Не устанавливайте прибор на сквозняке. Не устанавливайте прибор вблизи источников тепла (нагревательные приборы, батареи и т.д.). Поверхность, на которой установлен прибор, не должна вибрировать. Избегайте попадания на прибор яркого света. Поверхность рабочего места должна быть изготовлена из нейтральных, химически стойких материалов.

Размещать прибор следует вдали от электрических приборов, излучающих магнитные, электромагнитные поля и высокочастотные волны.

Необходимо избегать контакта с газами и парами, вызывающими коррозию. Воздух должен быть свободен от коррозионных газов, таких как хлор, сероводород и паров кислот - соляной, серной и др. В воздухе должно содержаться минимальное количество пыли или других частиц.

Избегайте попадания прямых солнечных лучей на прибор.

Внимание! Невыполнение требований раздела 5.2 может негативно сказаться на качестве результатов измерений и сократить срок службы прибора.

5.3 РАСПАКОВКА И ВНЕШНИЙ ОСМОТР

Производите распаковку прибора непосредственно перед установкой на рабочее место.

При распаковке внимательно убедитесь в наличии всех компонентов комплектации, перечисленных в таблице 2. При обнаружении повреждений упаковки или какого-либо компонента системы, а также при отсутствии какого-либо компонента немедленно сообщите об этом представителю фирмы-поставщика. При подозрении на повреждение прибора не подключайте его к сети и обратитесь за помощью к представителю фирмы-поставщика.

Внимание! В период гарантийного срока сохраняйте упаковочную коробку. При транспортировании прибора без упаковочной коробки возможны повреждения.

5.4 СЕТЕВОЕ ПИТАНИЕ

Проверьте характеристики электросети перед включением прибора. Они должны быть следующие:

- напряжение переменного тока 220 ± 10 % В;
- частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

Механические воздействия, электрические и магнитные поля, влияющие на работу, должны отсутствовать. При использовании прибора обязательно наличие заземления.

После завершения работы прибор должен быть отключен от сети и накрыт чехлом.

6 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

6.1 ПОДКЛЮЧЕНИЕ ПРИНТЕРА К СПЕКТРОФОТОМЕТРУ СФ-104

Установите прибор в соответствии с требованиями раздела 5.

Спектрофотометр СФ-104 может быть соединен с принтером, компьютером или работать автономно.

Спектрофотометр СФ-104 может быть подключен к принтеру HP, оснащенному параллельным интерфейсом (LPT): HP Deskjet 5748, HP photosmart 7268, HP photosamrt 7458, HP7438, HP7838, HP office Pro K550, HP DeskJet 5652(C9007A, XEROX DocuPrint P8ex). При подключении компьютера к спектрофотометру СФ-104 можно использовать любой принтер, установленный на компьютере.

6.2 ПОДКЛЮЧЕНИЕ СПЕКТРОФОТОМЕТРА СФ-104 К КОМПЬЮТЕРУ

Спектрофотометр СФ-104 может управляться с помощью персонального компьютера при наличии установленной программы. Подсоедините один разъем кабеля RS232 к прибору (см. рис. 2.3, поз. 5), а второй – к COM-порту компьютера. После подсоединения закрепите разъемы кабеля при помощи отвертки.



Рис. 6.1. Подключение спектрофотометра СФ-104 к компьютеру

Внимание! Подключение и отсоединение принтера или компьютера производить только в выключенном состоянии спектрофотометра и принтера (компьютера).

6.3 ВКЛЮЧЕНИЕ СПЕКТРОФОТОМЕТРА

Перед включением необходимо убедиться, что ячейка № 1 в кюветном отделении пуста и крышка кюветного отделения закрыта. Включить питание прибора, затем принтера и/или компьютера (если они подключены). На экране появятся: информация о модели прибора и версии внутреннего программного обеспечения (рис. 6.2а). Далее начнется процесс инициализации устройства, показанный на рис. 6.2б. Во время данного процесса прибор тестирует работоспособность узлов. Длительность процесса самотестирования – до 3 минут.



а) б)
Рис. 6.2. Инициализация спектрофотометра

- а) информация о приборе;
б) процесс самотестирования.

После инициализации на экране отображается главное меню, которое показано на рис. 6.3.

1. Фотометрич. режим 2. Спектральный режим 3. Изм. концентрации 4. ДНК/Белок 5. Настройки	
Выбери пункт меню	23:11 09/18

Рис. 6.3. Главное меню прибора

Для выбора работы в автономном режиме или под управлением ПК нажмите кнопку «5». В открывшемся меню «Настройки» с помощью кнопки «5» выберите «Режим упр.» – «Руч» для работы в автономном режиме, либо «ПК» – для работы с компьютером². Для выхода из режима ожидания связи с компьютером и перехода на ручное управление нажмите кнопку «СТАРТ/СТОП».

По окончании работы сначала следует выключить питание прибора, затем принтера, а затем дополнительных принадлежностей, таких как сетевой фильтр и др.

При управлении прибором от ПК сначала следует выключить питание прибора, затем компьютер.

² Для работы с компьютером требуется наличие программного обеспечения UVWin.

7 ПОРЯДОК РАБОТЫ

7.1 ВВЕДЕНИЕ

Спектрофотометр СФ-104 поддерживает четыре режима измерения: фотометрический, спектральный, количественных измерений (измерения концентрации) и режим анализа ДНК/Белок. А также один режим общих настроек системы. Перед началом работы в любом из измерительных режимов целесообразно установить общие настройки.

Выбор режима осуществляется из главного меню нажатием кнопки, соответствующей номеру пункта меню (рис. 7.1). Возврат в главное меню осуществляется нажатием клавиши «ВОЗВРАТ» на клавиатуре прибора.

7.2 РЕЖИМ НАСТРОЙКИ

7.2.1 Меню «Настройки»

В этом режиме пользователь может установить такие параметры, как длина волны смены ламп, вкл/выкл дейтериевой лампы, вкл/выкл галогенной лампы и т.д.

Находясь в главном меню прибора (рис. 6.3), необходимо нажать клавишу «5» для перехода в меню «Настройки».



Рис. 7.1. Режим «Настройки»

7.2.2 Установка длины волны смены ламп

Клавиша «1» («λ смены ламп») позволяет изменять длину волны, на которой происходит переключение между дейтериевой и галогенной лампами. После нажатия «1» система попросит ввести новое значение длины волны в нижней строке дисплея. Диапазон допустимых значений для параметра «λ смены ламп» 330-390 нм. После ввода нового значения длины волны необходимо нажать «ВВОД» для подтверждения.

Внимание! Данный параметр целесообразно менять, если вещества, исследуемые в образце при спектральном анализе, имеют максимум поглощения, близкий к установленной длине волны переключения, т.к. процесс переключения при снятии спектра дает характерный скачок, ухудшающий качество результата.

7.2.3 Установка ширины щели

Параметр «Ширина щели» для изменения недоступен, т.к. она в спектрофотометре СФ-104 фиксированная.

7.2.4 Включение/выключение галогеновой лампы

Нажатием кнопки «3» («W лампа») осуществляется включение/выключение галогенной лампы, используемой в видимом диапазоне.

7.2.5 Включение/выключение дейтериевой лампы

Нажатием кнопки «4» («D2 лампа») осуществляется включение/выключение дейтериевой лампы, используемой в ультрафиолетовом диапазоне.

Внимание! При включении дейтериевой лампы на дисплее появляется информационное сообщение «Система занята». Сигналом того, что дейтериевая лампа включилась,

служит появление надписи «Выберите пункт меню». После включения лампы необходимо, чтобы до начала измерений она прогрелась не менее 20 минут (аналогично для галогеновой лампы).

Функция включения/выключения ламп позволяет сберечь ресурс неиспользуемой лампы (например, если работы проводятся в диапазоне длин волн, использующем только одну из ламп).

7.2.6 Включение/выключение внешнего управления с компьютера

Нажатие кнопки «5» («Режим упр.») позволяет переключать управление между управлением с клавиатуры прибора и управлением с помощью ПК. Для управления с клавиатуры устанавливается значение параметра «Руч.», для управления с компьютера – «ПК».

Когда выбран режим управления от ПК, дисплей переходит в состояние, изображенное на рис. 7.2.

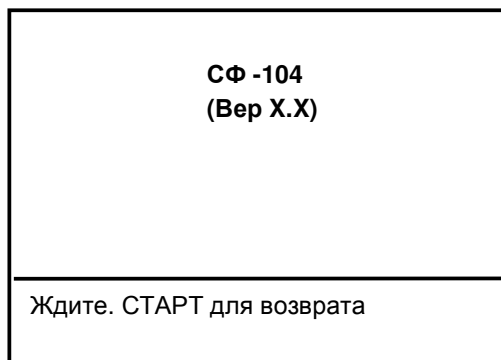


Рис. 7.2. Состояние управления с ПК

Для возврата в режим ручного управления с клавиатуры прибора необходимо нажать клавишу «СТАРТ/СТОП».

7.2.7 Коррекция установки длины волны

Нажатие кнопки «6» («Корр. уст. λ») позволяет провести коррекцию установки длины волны. Эта процедура необходима в случае смещения длины волны, которое можно определить при использовании светофильтров или растворов с известным значением максимума поглощения в режиме спектрального анализа, либо с помощью процедуры, описанной в **Приложении Г**.

7.2.8 Установка даты и времени

С помощью кнопки «7» можно установить дату и время (см. рис. 7.3).



Рис. 7.3. Меню «Установка времени»

Используйте клавиши курсора вверх и вниз для уменьшения или увеличения численного значения. Для сдвига курсора используются клавиши → ←. Дата отображена в формате «месяц: число: год часы: минуты». После установки даты/времени нажмите клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в главное меню настроек. При смене параметров даты времени они отображаются на экране после выхода пользователя из этого меню.

7.2.9 Возврат к заводским установкам

Нажатие кнопки «8» («Перезапуск») приводит к сбросу всех настроенных параметров и возврату к заводским настройкам. В процессе возврата к заводским параметрам (см. табл. 3) в нижней части дисплея отобразится надпись «Ждите...». По завершении процесса возврата к заводским настройкам на дисплее появится надпись «Выбери пункт меню».

Таблица 3. Заводские настройки спектрофотометра СФ-104

Описание	Наименование параметра	Значение параметра
Фотометрические измерения		
	Рабочий режим	Погл
	Длина волны	660 нм
	Коэффициент	10
Сканирование спектра		
	Рабочий режим	Погл
	Скорость сканирования	Быстрая
	Шаг сканирования	1,0
	Диапазон длин волн	1100,0 ÷ 190,0
Рабочий режим: Погл	Диапазон оси ординат	0,00 ÷ 1,00
Рабочий режим: Т%, Er, Es	Диапазон оси ординат	0,00 ÷ 100,00
	Источник света	Дейтериевая лампа
Измерение концентрации		
	Рабочий режим	К-коэфф
	Длина волны	660,0 нм
	Единицы концентрации	мг/л
	Накл. К	1
	Сдвиг Б	0
Анализ ДНК/Белок		
Параметры не могут быть изменены	Метод	1
Управление образцами		
	Держатель кювет	8 кювет
	Количество кювет	1
	Коррекция по нулевому раствору	Нет
	Сдвиг кювет	1
	Установка 1-й позиции	
Настройки		
	Длина волны смены ламп	359.0 нм
	Галогенная лампа	Вкл
	Дейтериевая лампа	Вкл
	Режим управления	Ручной

7.3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ РЕЖИМ

В фотометрическом режиме проводятся измерения величин поглощения / пропускания образца и расчет по фактору К на определенной, заранее выбранной длине волны.

7.3.1 Описание меню фотометрического режима

Находясь в главном меню, нажмите кнопку «1» для перехода в меню фотометрических измерений.

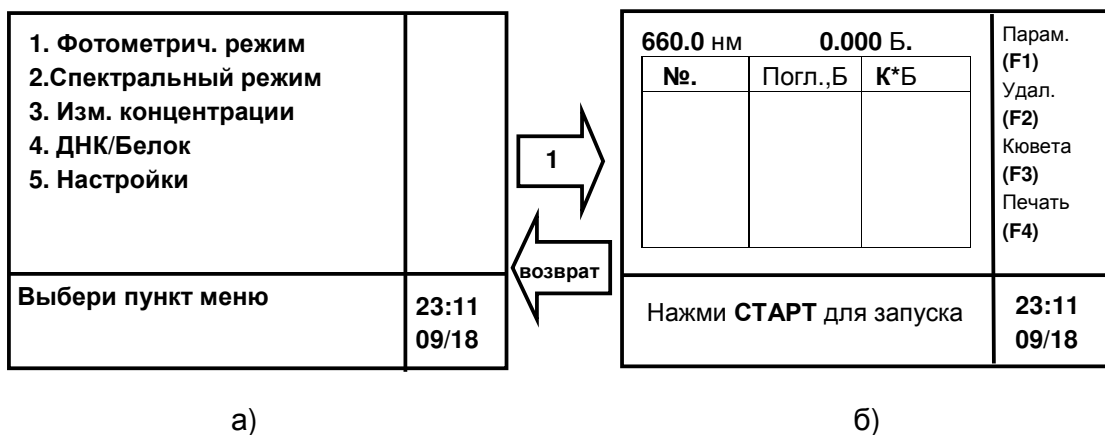


Рис. 7.4. Меню фотометрических измерений

а) главное меню;

б) меню фотометрических измерений.

В верхней строчке дисплея (рис. 7.4б) отображается длина волны, на которой проводится измерение, и измеренное значение поглощения (пропускания) образца, установленного в данный момент в рабочей ячейке.

Колонка в правой части дисплея отображает назначение функциональных клавиш (F1-F4). Функциональные клавиши могут меняться в зависимости от выбранного режима работы:

- F1 – установка параметров анализа;
- F2 – очистка таблицы результатов;
- F3 – управление держателем кювет;
- F4 – вывод на печать таблицы результатов.

В середине экрана отображена таблица результатов измерений.

Внизу в правом углу экрана находится информационная область, отображающая текущую дату и время.

В середине экрана располагается таблица результатов. Более подробно содержимое таблицы результатов рассмотрено на рис. 7.8.

7.3.2 Параметры (Фотометрический режим)

Для входа в меню «Параметры», показанное на рис. 7.5, нажмите клавишу F1.

Параметры 1. Раб. режим : Т, % 2. Дл. волны : 660,0 нм 3. Коэфф. К : 10.0000 4. Темновой ток	
Выбери пункт меню	23:16 09/18

Рис. 7.5. Меню «Параметры» (фотометрический режим)

7.3.2.1 Выбор единиц измерения («Раб. режим»)

Нажмите кнопку «1» для переключения измеряемой величины в строке «Раб. режим» между поглощением – «Погл., Б» и пропусканием – «Т, %».

7.3.2.2 Установка длины волны фотометрического измерения

Для изменения длины волны, на которой будет производиться измерение, нажмите кнопку «2», введите значение новой длины волны. Нажмите «ВВОД». Диапазон допускаемых значений 190–1100 нм. Система допускает установку длины волны с точностью до одного знака после запятой.

7.3.2.3 Установка коэффициента «К»

Нажатие кнопки «3» позволяет вводить значение коэффициента-множителя. После ввода нового значения коэффициента К необходимо нажать «ВВОД». Диапазон вводимых значений –999 – 999. Данный коэффициент умножает измеренное значение поглощения, и результат умножения выводится в последнем столбце таблицы результатов.

7.3.2.4 Коррекция темнового тока (фотометрический режим)

Для корректировки темнового тока необходимо нажать кнопку «4». Процесс занимает порядка 40 секунд. Коррекция темнового тока выполняется для обеспечения точности получаемых результатов. Необходимо выполнять данную операцию при изменении параметров окружающей среды, например, при сильных колебаниях температуры, при изменении местоположения прибора, а также при работе с образцами, имеющими сильную поглощающую способность. Рекомендуется выполнять коррекцию темнового тока перед началом работы для обеспечения точности измерений.

После настройки параметров возврат в меню фотометрических измерений производится нажатием кнопки «ВОЗВРАТ».

7.3.3 Очистка таблицы результатов измерений

При нажатии клавиши «F2» система спросит «Удалить все данные?». При нажатии кнопки «ВВОД» произойдет очистка таблицы результатов, при нажатии кнопки «ОТМЕНА» процесс очистки таблицы результатов производиться не будет.

7.3.4 Меню управления образцами

При нажатии клавиши «F3» дисплей переходит в меню «Управление образцами», показанное на рис. 7.6. Данное меню позволяет изменять настройки каретки и порядок проведения измерений.

Упр. образцами 1. Держ. кювет : 8 кюв. 2. Кол-во кювет : 1 3. Корр. по 0 пробе : нет 4. Сдвиг кювет : 1 5. Уст. 1й позиции	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.6. Меню «Управление образцами»

Внимание! В стандартную комплектацию прибора входит каретка на 8 кювет.

7.3.4.1 Выбор типа держателя («Держ. кювет»)

Для изменения типа держателя нажмите клавишу «1». Спектрофотометр позволяет работать с держателями на 5 и на 8 кювет, а также в режиме фиксированной кюветы (1 кюв.) Конструкция держателя на 5 кювет позволяет устанавливать кюветы с большей, чем 10 мм, длиной оптического пути.

При выборе режима фиксированной кюветы («1 кюв.») анализ будет производиться только в одной выбранной ячейке. Например, для проведения анализа в режиме фиксированной кюветы необходимо при значении параметра «Держ. кювет» – «8 кюв.»

нажатием кнопки «4» установить на рабочую позицию (на путь прохождения луча) требуемую кювету и далее нажатием кнопки «1» установить параметр «Держ. кюв.» – «1 кюв.», таким образом, дальнейший анализ будет производиться только в выбранной ячейке держателя кювет.

Внимание! Установка режима «5 кюв.» для 8-кюветного держателя и наоборот недопустима из-за различия в их конструкции. При переходе с держателя на 5 кювет на держатель на 8 кювет изменяется шаг между позициями, в которые установлены кюветы, и луч частично будет «попадать» на держатель, а не на кювету, что приведет к искажению результата.

7.3.4.2 Выбор числа рабочих кювет

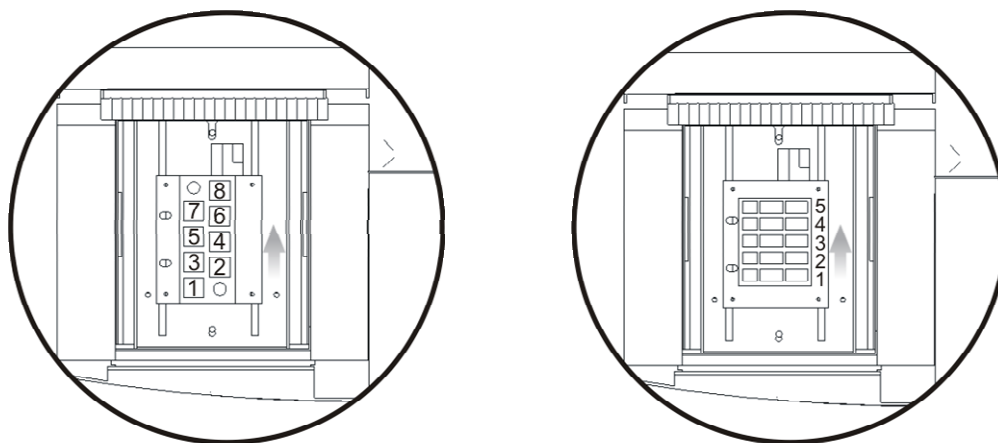


Рис. 7.7. Держатели на 8 и 5 кювет

Для выбора числа рабочих кювет, т.е. числа кювет, в которых будет производиться измерение, необходимо нажать на клавишу «2».

Например, для 8-кюветного держателя, если параметр «Кол-во кювет» установлен «5», а параметр «Сдвиг кювет» – «1», при нажатии кнопки «СТАРТ/СТОП» анализ будет проводиться с 1-й по 5-ю ячейки. В случае если параметр «Сдвиг кювет» изменить на «3», то анализ будет проводиться с 3-й по 7-ю ячейки включительно, а если параметр «Сдвиг кювет» установить равным «7», то прибор проанализирует содержимое 7-й, 8-й, 1-й, 2-й и 3-й ячеек.

Для изменения параметра «Кол-во кювет» после нажатия кнопки «2» необходимо ввести значение от 1 до 8 (от 1 до 5 для 5-кюветного держателя) и нажать «ВВОД».

7.3.4.3 Режим коррекции по бланку

Кнопка «3» («Корр. по нулевой пробе») позволяет включать/выключать режим коррекции по бланку (нулевому раствору). При включении данной функции образец, установленный в ячейку №1, принимается за нулевой, и его значение учитывается при измерении образцов, установленных в ячейки со 2-й по 8-ю. В режиме фиксированной ячейки данная функция недоступна.

При работе в режиме измерения поглощения система вычитет из измеренного поглощения в n-ой кювете измеренное значение в 1-й кювете:

$$\text{Погл}_n = \text{Погл}_{\text{изм } n} - \text{Погл}_{\text{изм } 1}, \text{ где } n - \text{номер ячейки.}$$

При работе в режиме пропускания система разделит измеренное значение пропускания в n-ой кювете на измеренное значение пропускания в 1-й кювете и умножит полученную дробь на 100%:

$$T_n = (T_{\text{изм } n} / T_{\text{изм } 1}) * 100 \%, \text{ где } n - \text{номер ячейки.}$$

7.3.4.4 Установка кюветы вручную («Сдвиг кювет»)

Кнопка «4» («Сдвиг кювет») позволяет вручную выбирать анализируемую кювету. Каждым последующим нажатием кнопки «4» держатель кювет смещается на одну позицию.

После достижения крайнего положения функция «Сдвиг кювет» вернет держатель на начальную позицию.

7.3.4.5 Возврат каретки в позицию измерения 1-й кюветы

Кнопка «5» («Уст. 1-й позиции») позволяет точно выставить положение первой кюветы по отношению к источнику света. Данная операция обязательна при смещении держателя кювет (при установке кювет в держатель возможно смещение держателя, и луч не будет точно проходить сквозь кювету с образцом).

После настройки параметров возврат в меню фотометрических измерений производится нажатием кнопки «ВОЗВРАТ».

7.3.5 Вывод на печать результатов измерений

Кнопка «F4» позволяет вывести содержимое таблицы результатов фотометрических измерений на печать.

7.3.6 Работа в фотометрическом режиме

Находясь в главном меню (рис. 6.3), для перехода в меню фотометрических измерений нажмите кнопку «1».

Рекомендуется перед началом измерений произвести коррекцию темнового тока в соответствии с п. 7.3.2.4.

1. Выбрать длину волны, на которой будет производиться измерение, (длину волны можно установить, нажав кнопку «УСТ. λ », ввести ее значение и нажать кнопку «Ввод»).
2. Произвести настройку меню «Управление образцами» (см. п. 7.3.4) и вернуться в меню фотометрических измерений нажатием кнопки «ВОЗВРАТ».
3. Для установки нуля поместить в рабочую ячейку (обычно ячейка №1) нулевой раствор. Закрывать крышку кюветного отделения и нажать кнопку «НОЛЬ». В результате процедуры система установит для нулевого раствора поглощение, равное нулю (при работе в режиме измерения/пропускания система установит пропускание нулевого раствора, равное 100%).
4. Поместить в ячейку анализируемую пробу и нажать кнопку «СТАРТ/СТОП». Система произведет измерение образцов в соответствии с настройками меню «Управление образцами» (см. п. 7.3.4) и выведет измеренные значения в таблицу результатов (рис. 7.8).
5. Просмотр таблицы результатов производится с помощью клавиш ▲, ▼.
6. Для вывода результатов измерения на печать нажать клавишу «F4». На дисплее появится вопрос «Принтер готов?» Для начала печати нажать кнопку «Ввод», для отмены печати таблицы результатов нажать кнопку «Отмена».
7. Для очистки таблицы результатов нажать клавишу «F2». На дисплее появится вопрос «Удалить все данные?» Для подтверждения удаления нажать кнопку «Ввод», для отмены очистки таблицы результатов нажать кнопку «Отмена».
8. Выход из режима фотометрических измерений производится с помощью кнопки «ВОЗВРАТ», затем необходимо нажать кнопку «Ввод».

Внимание! При выходе из режима фотометрических измерений происходит очистка таблицы результатов.

Внимание! Если включена функция коррекции по нулевому раствору, операцию установки нуля делать не нужно, но в первой ячейке должен быть установлен бланк (нулевой образец). При этом в меню «Управление образцами» значение параметра «Количество кювет» должно быть более «1».

990.0 нм		0.029 Б		Парам. (F1) Удал. (F2) Кювета (F3) Печать (F4)
№.	Погл.,Б	К*Б		
1-1	0.029	0.293		
1-2	0.024	0.247		
1-3	0.024	0.247		
2-1	0.029	0.293		
2-2	0.024	0.248		
2-3	0.024	0.248		
Нажми СТАРТ для запуска				23:11 09/18

Рисунок 7.8. Вид таблицы результатов

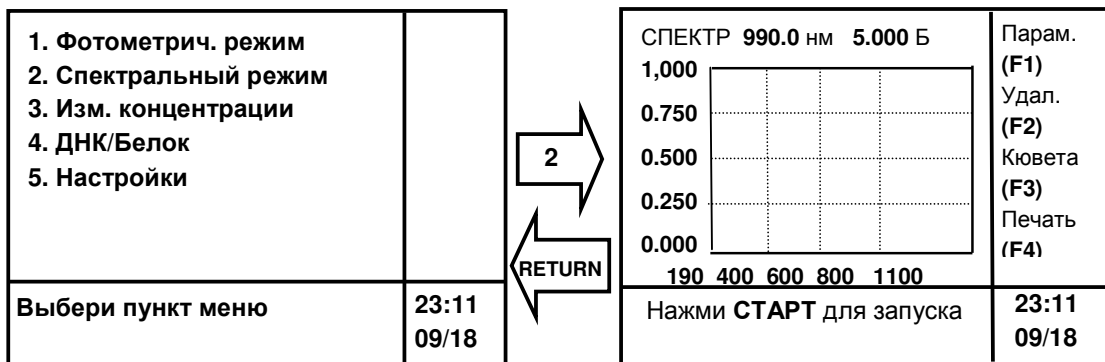
- 1 – номер измерения;
- 2 – порядковый номер кювета;
- 3 – измеренное поглощение;
- 4 – измеренное поглощение с учётом коэффициента-множителя.

7.4 СПЕКТРАЛЬНЫЙ РЕЖИМ

7.4.1 Описание меню спектрального режима

Этот режим позволяет пользователю измерять величины поглощения или пропускания образца, а также энергию измерительного канала (E_s) и энергию опорного канала (E_r) в заданном диапазоне длин волн.

Находясь в главном меню (рис. 7.9а), нажмите кнопку «2» для перехода в меню спектральных измерений (рис. 7.9б).



а) главное меню

б) меню спектральных измерений

Рис. 7.9. Выбор спектрального режима измерений

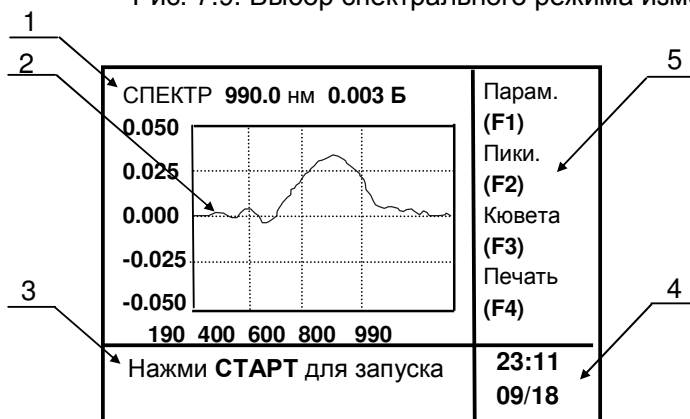


Рис. 7.10. Результат снятия спектра

1 – надпись «Спектр» обозначает, что текущий рабочий режим – «Спектральный»; «990 нм» обозначает начальную длину волны сканирования выбранного диапазона (в данном примере 990 нм); «0.003 Б» обозначает величину поглощения на начальной длине волны (900 нм);

2 – изображение спектра: ось абсцисс – длина волны; ось ординат – значение поглощения (возможно также %T, Es, Er);

3 – область информационных сообщений. Текущее сообщение содержит информацию о том, что необходимо нажать клавишу «СТАРТ/СТОП» для запуска повторного измерения;

4 – область текущей даты/времени;

5 – информационная область обозначения функциональных клавиш (F1-F4):

F1 – установка параметров анализа,

F2 – поиск пиков,

F3 – управление держателем кювет,

F4 – печать спектра.

7.4.2 Параметры спектрального режима

При нажатии клавиши «F1» дисплей переходит в меню «Параметры», показанное на рис. 7.11.

Параметры 1. Раб. режим : Погл., Б 2. Скор. скан. : быстрая 3. Шаг : 1.0 4. λ, diap. : 1100.0 190.0 5. Диап. по Y: : 0.00 1.00 6. Лампа : W лампа 7. Темновой ток	
Выбери пункт меню	23:11 09/18

Рис. 7.11. Меню «Параметры»

7.4.2.1 Выбор единиц измерения («Раб. режим»)

Последовательно нажимая кнопку «1», можно переключать измеряемую величину. В спектральном режиме возможно переключение между четырьмя режимами измерений:

- поглощения (Погл., Б),
- пропускания (% , Т),
- энергии измерительного канала (Es),
- энергии опорного канала (Er).

7.4.2.2 Скорость сканирования («Скор. скан.»)

Для изменения скорости сканирования необходимо нажать клавишу «2». Доступны три скорости – Медленная, Средняя и Быстрая.

Быстрая скорость сканирования используется для получения общей информации о спектре. Медленная скорость используется для получения точных результатов в небольшом диапазоне длин волн (например, в окрестностях пиков).

7.4.2.3 Шаг сканирования («Шаг»)

Для изменения шага сканирования необходимо нажать клавишу «3». Возможные значения шага сканирования 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 нм. С увеличением шага сканирования уменьшается время снятия спектра, но ухудшается точность.

Внимание! Память системы позволяет снять спектр, максимальное количество точек в котором ограничено (около 1000 точек), соответственно необходимо установить шаг сканирования и диапазон длин волн такими, чтобы они в совокупности соответствовали этой величине. Например, при диапазоне от 1000 нм до 300 нм и шаге 0,5 получается $(1000-300)/0,5 = 1400$ точек. В случае превышения возможного количества точек в нижней части дисплея появляется информационное сообщение «Диапазон не соответствует шагу». Необходимо либо уменьшить диапазон сканирования, либо увеличить шаг.

7.4.2.4 Диапазон длин волн сканирования («λ, diap.»)

Для установки диапазона сканирования необходимо нажать клавишу «4». Ввести начальную длину волны, нажать «Ввод». Ввести конечную длину волны и для подтверждения также нажать «Ввод». Диапазон вводимых величин от 190 до 1100 нм.

Данную операцию также можно произвести из меню спектральных измерений (рис. 6.9б) нажатием клавиши «УСТ. λ».

7.4.2.5 Установка масштаба оси ординат («Диап. по Y»)

Для изменения масштаба оси ординат нажмите клавишу «5». Изменение диапазона необходимо для удобства отображения и выбирается из соображений предполагаемых значений измеряемой величины.

7.4.2.6 Режим снятия спектра лампы («Лампа»)

Функция является диагностической и используется сервис-инженером. Допустима только для рабочих режимов Er и Es.

Для снятия спектра в единицах энергии спектра лампы нажмите клавишу «6», что позволяет переключаться между дейтериевой и галогеновой лампой.

7.4.2.7 Коррекция темнового тока («Темновой ток»)

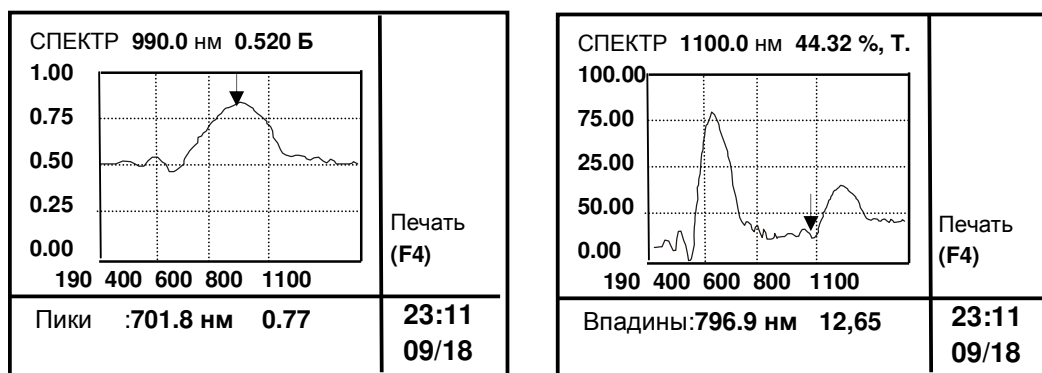
Для корректировки темнового тока необходимо нажать кнопку «7». Процесс занимает порядка 40 с. Корректировка темнового тока выполняется для обеспечения точности получаемых результатов. Вы должны выполнять данную операцию при изменениях пара-

метров окружающей среды, например, при сильных колебаниях температуры, при изменении местоположения прибора, а также при работе с образцами, имеющими сильную поглощающую способность. Рекомендуется выполнять корректировку темнового тока перед началом работы для обеспечения точности измерений.

7.4.3 Процедура поиска пиков

Данная операция производится после процедуры снятия спектра и предназначена для качественной характеристики веществ по максимумам и/или минимумам поглощения/пропускания.

Для поиска пиков нажмите клавишу «F2». Введите минимальное значение пика/впадины в % от величины шкалы, нажать клавишу «Ввод». Система разметит пики и впадины, высотой превышающие введенное минимальное значение на спектре (рис. 7.12) Для перехода между пиками и впадинами используйте клавиши ◀, ▶. В нижней части дисплея будет отображаться информация о типе экстремума (пик или впадина), о длине волны, на которой он находится, и о значении измеряемой величины (поглощения, пропускания) на этой длине волны.



а)

б)

Рис. 7.12. Поиск пиков

- а) разметка пиков спектра поглощения;
- б) разметка впадин спектра поглощения.

7.4.4 Меню управления образцами (спектральный режим)

Для перехода в меню управления образцами нажмите клавишу «F3». В данном меню возможно изменение настроек каретки, подачи кювет и установка 1-й кюветы.

Упр. образцами 1. Держ. кювет : 8 кюв. 2. Сдвиг кювет: 1 3. Уст. 1й позиции	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.13. Меню управления образцами в спектральном режиме

Внимание! В стандартную комплектацию прибора входит только держатель на 8 кювет.

Для управления образцами в спектральном режиме см. п. 7.3.4.1, 7.3.4.4, 7.3.4.5.

7.4.5 Вывод на печать результатов измерений

Кнопка «F4» при нахождении в окне спектральных измерений (рис. 7.12) позволяет распечатать полученный спектр с результатами измерений по пикам/впадинам.

7.4.6 Работа в спектральном режиме

Находясь в главном меню (рис. 7.9а), для перехода в меню спектральных измерений нажмите кнопку «2».

Перед началом измерений произведите коррекцию темнового тока в меню «Параметры» для спектрального режима в соответствии с п. 7.4.2.7.

7.4.6.1 Работа в режиме снятия спектров поглощения и пропускания

1. Произвести настройку меню «Параметры», п. 7.4.2, (выбрать измеряемую величину, диапазон сканирования, шаг, диапазон осей и т.д.) и вернуться в меню спектральных измерений нажатием кнопки «ВОЗВРАТ».
2. Для коррекции нулевой линии в выбранном диапазоне установить в рабочую ячейку (обычно ячейка №1) бланк (нулевой раствор). Закрыть крышку кюветного отделения и нажать кнопку «НОЛЬ». В результате процедуры система снимет спектр бланка.
3. Установить вместо нулевого раствора анализируемый образец и нажать кнопку «СТАРТ/СТОП». Начнется процесс снятия спектра.
4. После завершения процедуры снятия спектра необходимо разметить пики, нажав кнопку «F2» и введя минимальное значение размечаемого пика/впадины. Нажать клавишу «Ввод». Переход между пиками осуществляется клавишами ◀, ▶ (более подробно см. п. 7.4.3 Поиск пиков).
5. Для вывода спектра на печать нажать кнопку «F4». На дисплее появится вопрос «Принтер готов?» Для начала печати нажать кнопку «Ввод», для отмены печати спектра нажать кнопку «Отмена».

В рабочем режиме система каждый последующий спектр накладывает на предыдущий. Для очистки дисплея от предыдущего спектра и снятия нового спектра с «чистого листа» необходимо перейти в меню параметры нажатием кнопки «F1» и клавишей «ВОЗВРАТ» вернуться обратно к окну спектральных измерений. Выход из режима спектральных измерений производится с помощью кнопки «ВОЗВРАТ» и затем нажатия кнопки «Ввод».

Внимание! При выходе из режима спектральных измерений происходит очистка данных на дисплее.

7.4.6.2 Работа в режиме снятия спектров энергии измерительного (E_s) и опорного (E_r) канала

Данные функции используются для диагностики состояния спектрофотометра. Пример использования изложен в Приложении Г. Снятие спектров энергии измерительного и опорного каналов отличается отсутствием возможности производить коррекцию базовой линии («НОЛЬ»), наличием возможности выбора лампы (см. п. 7.4.2.6) и выбора коэффициента усиления.

Ввод коэффициента усиления производится после нажатия клавиши «СТАРТ/СТОП». Диапазон вводимого коэффициента от 1 до 15. После ввода значения нажатие клавиши «Ввод» запускает процесс снятия спектра. Обработка спектра производится аналогично обработке в режиме измерения поглощения/пропускания (см. п. 7.4.3).

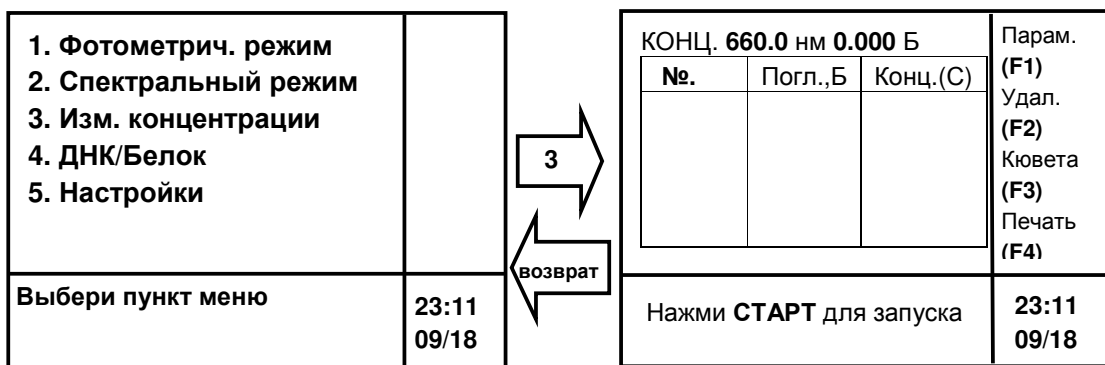
7.5 РЕЖИМ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ («Измерение концентрации»)

Этот режим отличается от режима фотометрических измерений возможностью получения результата, рассчитанного в единицах концентрации. Для определения концентрации в системе используются два метода: метод коэффициентов и метод с построением градуировочной зависимости (кривой). Оба метода основаны на зависимости величины поглощения света веществом от его концентрации.

7.5.1 Описание режима количественных измерений

Находясь в главном меню, нажмите клавишу «3» для перехода в меню количественных измерений («Измерение концентрации»).

В верхней строке меню количественных измерений (рис. 7.14б) надпись «КОНЦ» означает режим определения концентрации, «660 нм» указывает на текущую длину волны, «0.000 Б» показывает величину поглощения образца, установленного в данный момент в рабочей ячейке.



а)

б)

Рис. 7.14. Количественные измерения

а) главное меню;

б) меню количественных измерений.

В середине экрана отображена таблица результатов измерений. Прокрутка таблицы результатов осуществляется клавишами ▲, ▼.

Внизу в правом углу экрана находится информационная область, отображающая текущую дату и время.

Колонка в правой части дисплея отображает назначение функциональных клавиш (F1-F4):

F1 – установка параметров анализа;

F2 – очистка таблицы результатов;

F3 – управление образцами;

F4 – вывод на печать таблицы результатов.

В нижней строке дисплея отображается всплывающая подсказка.

7.5.2 Параметры количественных измерений

При нажатии клавиши «F1» дисплей переходит в меню «Параметры», показанное на рис. 7.15.

Параметры 1. Раб. режим : К-коэфф 2. Дл. волны : 650.0 нм 3. Единицы С : мг/л 4. Темновой ток	Парам. (F1)
Выбери пункт меню	23:16 09/18

Рис. 7.15. Параметры количественных измерений

7.5.2.1 Выбор метода расчета концентрации

Нажатием кнопки «1» переключите режим расчета в строке «Раб. режим» между расчетом по К-фактору (фактору отклика) и расчетом по калибровочной кривой (графику).

Метод расчета по К-фактору (фактору отклика) используется в случае, если диапазон измеряемых концентраций узок и лежит вокруг определенного значения.

Построение калибровочной кривой позволяет рассчитывать концентрации анализируемых веществ в более широком диапазоне с большей точностью.

7.5.2.2 Установка длины волны

Установка длины волны производится согласно п. 7.3.2.2.

7.5.2.3 Выбор единиц концентрации

Последовательно нажмите на кнопку «3»: произойдет переключение единиц концентрации, в которых будут отображаться результаты расчетов. Ниже приведен перечень единиц концентрации: мг/л, %, моль/мл, мкг/л, г/л, мг/мл, нг/мл, моль/л, безразмерные единицы.

7.5.2.4 Коррекция темнового тока

Для корректировки темнового тока необходимо нажать кнопку «4». Процесс занимает порядка 40 секунд. Корректировка темнового тока выполняется для обеспечения точности получаемых результатов. Вы должны выполнять данную операцию при изменении параметров окружающей среды, например, при сильных колебаниях температуры, при изменении местоположения прибора, а также при работе с образцами, имеющими сильное поглощение. Рекомендуется выполнять корректировку темнового тока перед началом работы для обеспечения точности измерений.

Нажатие клавиши «F1» вызывает меню выбранного рабочего режима.

7.5.3 Одноточечная градуировка (по фактору отклика)

Если в меню «Параметры количественных измерений» (рис 7.15) выбран рабочий режим «К-коэфф.», то при нажатии клавиши «F1» система перейдет в меню настроек метода расчета по К-фактору, изображенному на рис. 7.16.

К-коэфф. 1. Наклон, К : 1.0000 2. Сдвиг, Б : 0.0000 Формула: C = K*B+B	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.16. Меню настройки метода расчета по К-фактору

Нажмите кнопку «1» для изменения значения коэффициента К («Наклон К»). Введите его значение и нажмите клавишу «ВВОД». Диапазон вводимых значений $-999,999 \div 999,999$.

Для ввода коэффициента сдвига («Сдвиг, Б») нажмите кнопку «2», введите его значение, нажмите клавишу «ВВОД». Коэффициент сдвига также берется из ранее построенной калибровочной кривой. В случае прохождения калибровочной кривой через начало координат коэффициент сдвига равен нулю.

Итоговая расчетная концентрация будет вычисляться по формуле (1):

$$C = K*B+B, \quad (1)$$

где С – концентрация измеряемого вещества, В – коэффициент сдвига, К – фактор отклика, Б – измеренное поглощение образца.

После настройки метода расчета по К-фактору возврат в меню «Параметры» режима количественных измерений производится нажатием кнопки «ВОЗВРАТ». Для возврата в меню количественных измерений необходимо повторно нажать кнопку «ВОЗВРАТ».

7.5.4 Многоточечная градуировка

Если в меню «Параметры количественных измерений» (рис. 7.15) выбран рабочий режим «График» (метод расчета по градуировочному графику), то при нажатии клавиши «F1» спектрофотометр перейдет в меню «Настройки метода расчета по калибровочной кривой», изображенное на рис. 7.17.

Калибр. кривая 1. Число станд: 2 2. Парам. Станд. №: 1 C = 1.000 B = 1.000 3. Калибр. кривая C= 0.00*B+0.00 R= 0.0000	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.17. Меню «Настройки расчета по градуировочному графику»

Кнопка «1» позволяет вводить число стандартных растворов, используемых для построения калибровочной кривой. При построении калибровочной кривой допускается использование от 1-го до 10-ти стандартных растворов.

Кнопка «2» вызывает меню позволяющее вводить концентрацию используемого стандарта и измерять/вводить поглощение. Процесс ввода концентрации повторяется до тех пор, пока не будут введены все градуировочные точки.

Кнопка «3» выводит на дисплей построенный градуировочный график, градуировочное уравнение и R – коэффициент корреляции, оценивающий степень линейности построенной калибровочной кривой.

При построении калибровочной кривой возможны два пути:

- 1 – построение калибровочной кривой с использованием стандартных образцов.
- 2 – построение калибровочной кривой по задаваемым значениям (использование стандартных растворов не требуется).

7.5.4.1 Построение градуировочного графика с использованием стандартных образцов

1. Находясь в меню, изображенном на рис. 7.17, установить в рабочую ячейку (обычно это ячейка № 1) нулевой раствор, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «НОЛЬ».

2. Нажать кнопку «1».

3. Ввести количество стандартных растворов, по которым будет проводиться построение градуировочного графика (от 1 до 10). Нажать клавишу «ВВОД».

4. Нажать кнопку «2», ввести концентрацию первого стандартного образца, нажать кнопку «ВВОД».

5. Установить стандартный образец в рабочую ячейку (обычно это ячейка № 1) закрыть крышку кюветного отделения.

6. Нажать кнопку «2».

7. Нажать клавишу «СТАРТ/СТОП».

8. Установить следующий образец в ту же ячейку, что и предыдущий, закрыть крышку, ввести его концентрацию, нажать кнопку «ВВОД». Повторить действия, начиная с поз. 6, до тех пор, пока все стандартные образцы не будут измерены. По завершении измерения всех стандартных образцов в нижней части экрана появится сообщение «Выбери пункт меню». Нажатием кнопки «3» на экран выводится градуировочный график, построенный на основе измеренных стандартов.

Для распечатки градуировочного графика нажмите «F4», затем клавишу «ВВОД».

Для перехода в меню количественных измерений и работы по построенному градуировочному графику необходимо дважды нажать клавишу «ВОЗВРАТ» (при нахождении в окне с графиком калибровочной кривой клавишу «ВОЗВРАТ» необходимо нажать трижды).

Внимание! При выключении питания спектрофотометра данные калибровочной кривой в памяти прибора не сохраняются. Для сохранения результатов градуировки необходимо записать значения коэффициентов «К» и «В» и ввести их заново по п. 7.5.3. или записать значения поглощения стандартных образцов и вводить их согласно п. 7.5.4.2.

7.5.4.2 Построение градуировочного графика по задаваемым значениям

Данный метод расчета используется, когда градуировочный график для исследуемого вещества уже построен ранее и оператор хочет для расчета использовать заранее полученные данные. Метод позволяет избежать необходимости использования стандартных растворов и значительно ускоряет процесс перехода от одного вида исследуемых веществ к другому, т.к. спектрофотометр в течение сеанса работы хранит в памяти параметры только одного градуировочного графика.

1. Находясь в меню, изображенном на рис. 6.17, нажать кнопку «1».
 2. Ввести количество калибровочных точек, по которым будет проводиться построение градуировочного графика (от 1 до 10). Нажать клавишу «ВВОД».
 3. Нажать кнопку «2», ввести концентрацию первой калибровочной точки, нажать кнопку «ВВОД».
 4. Нажать кнопку «1».
 5. Ввести значение поглощения для данной калибровочной точки, нажать кнопку «ВВОД».
 6. Ввести концентрацию следующей калибровочной точки, нажать кнопку «ВВОД».
 7. Нажать кнопку «1».
 8. Ввести значение поглощения для данной калибровочной точки, нажать кнопку «ВВОД».
- Повторить действия, начиная с п. 6, до тех пор, пока все калибровочные точки и соответствующие им значения поглощения не будут измерены. По завершении процесса ввода данных система в нижней части экрана выдаст сообщение «Выбери пункт меню».

Нажатием кнопки «3» можно вывести на экран калибровочную кривую, построенную на основе введенных данных. В случае необходимости распечатки калибровочной кривой нажмите «F4», затем клавишу «ВВОД».

Для перехода в меню количественных измерений и работы по задаваемому градуировочному графику необходимо дважды нажать клавишу «ВОЗВРАТ» (при нахождении в окне градуировочного графика клавишу «ВОЗВРАТ» необходимо нажать трижды)

Внимание! При выключении питания спектрофотометра данные градуировочного графика в памяти прибора не сохраняются.

7.5.5 Меню управление образцами в режиме количественных измерений

Функции меню «Управление образцами» в режиме количественных измерений аналогичны функциям фотометрического режима (см. п. 7.3.4).

7.5.6 Работа в режиме количественных измерений

После установки настроек в меню «Параметры» (п. 7.5.2), построения градуировочного графика одним из способов, описанных в п.п. 7.5.4.1 и 7.5.4.2, и настройки меню управления образцами (п. 7.3.4) установите исследуемые образцы в держатель кювет, закройте крышку кюветного отделения и нажмите клавишу «СТАРТ/СТОП». Система произведет измерения и данные измерений выведет в таблице результатов (рис. 7.18).

КОНЦ. 700.0 нм 0.000 Б			Парам. (F1) Удал. (F2) Кювета (F3) Печать (F4)
№.	Погл.,Б	Конц.(С)	
1-1	0.010	0.100	
1-2	0.051	0.510	
1-3	0.103	1.030	
2-1	0.011	0.110	
2-2	0.051	0.510	
2-3	0.102	1.020	
Нажми СТАРТ для запуска			23:11 09/18

Рис. 7.18. Таблица результатов количественных измерений

В столбце «№» таблицы результатов первая цифра указывает на порядковый номер измерения, вторая – на порядковый номер кюветы (но, например, если параметр «Сдвиг кювет» в меню «Параметры» равен 3, то за кювету № 1 система примет образец, установленный в ячейке № 3).

В столбце «Погл., Б» отображено измеренное значение поглощения соответствующего образца в Беллах.

В столбце «Конц. (С)» отображено рассчитанное значение концентрации соответствующего образца.

После окончания измерений можно просмотреть результаты, нажимая клавиши ▲, ▼.

Для печати результатов нажмите клавишу «F4», затем клавишу «ВВОД».

Выход из режима количественных измерений производится с помощью клавиши «ВОЗВРАТ». При подтверждении выхода из режима клавишей «ВВОД» данные таблицы результатов удаляются.

Внимание! Существует два способа установки длины волны:

1 – установку рабочей длины волны можно производить помимо меню «Параметры» (п. 7.5.2), находясь в меню количественных измерений (рис. 7.14б);

2 – нажать клавишу «УСТ. λ», ввести необходимую длину волны и нажать клавишу «ВВОД».

7.6 РЕЖИМ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ «ДНК/Белок»

7.6.1 Принцип анализа и методы определения

Режим «ДНК/Белок» позволяет пользователю измерять концентрацию ДНК (РНК) в присутствии белков и измерять концентрацию белков в присутствии ДНК (РНК). В системе заложены два не редактируемых метода и один настраиваемый (Админ.) метод.

7.6.1.1 Принцип использования УФ-спектрометрии для определения белков

Белки являются биологическими макромолекулами, содержащими пептидные связи и такие ароматические аминокислоты, как триптофан, фенилаланин, тирозин, которые эффективно поглощают УФ-излучение. Величины поглощения соответствуют концентрациям 3 видов аминокислот. Пептидные связи также поглощают УФ-излучение, таким образом, величина поглощения раствора белка при 238 нм находится в прямой зависимости от наличия пептидных связей, которые в свою очередь находятся в прямой зависимости от концентрации белка.

7.6.1.2 Принцип использования УФ-спектрометрии для определения ДНК

Являясь биологической макромолекулой, ДНК/РНК поглощает в УФ-диапазоне (она состоит из пурина и пиримидина, поглощающих в УФ-диапазоне). Они имеют максимум поглощения на длине волны 260 нм.

7.6.1.3 Метод определения ДНК/Белок

7.6.1.3.1 Метод регистрации поглощения на длинах волн 280 нм и 260 нм

ДНК/РНК интенсивно поглощают УФ-излучение. Их поглощающая способность в 10 раз больше, чем у белка при 280 нм. Наиболее интенсивное поглощение у ДНК/РНК наблюдается при длине волны 260 нм. Коэффициент экстинкции при 260 нм в два раза больше, чем при 280 нм. Но для белка величина поглощения при 280 нм больше, чем при 260 нм.

Из-за того что величины поглощения ДНК/РНК и белков различны, можно оценить соотношение белков и ДНК/РНК, например:

– отношение поглощений чистого белка на длинах волн $B(\lambda 280)/B(\lambda 260) \approx 1.8$;

– отношение поглощений смеси белка и ДНК/РНК на длинах волн $B(\lambda 280)/B(\lambda 260) \approx 1.8 \div 0.5$;

– отношение поглощения чистого ДНК/РНК на длинах волн $B(\lambda 280)/B(\lambda 260) \approx 0.5$.

Описание метода

Если раствор содержит в себе как белки, так и ДНК, мы можем определить их величины концентраций на длинах волн 260 нм и 280 нм. Формула приведена ниже.

Концентрация белка = $1552 \cdot B(\lambda 280) - 757.3 \cdot B(\lambda 260)$ (мг/мл)

Концентрация ДНК = $62.9 \cdot B(\lambda 260) - 36.0 \cdot B(\lambda 280)$ (мг/мл)

Внимание! Коэффициенты могут быть скорректированы в зависимости от различных условий (структура белка, растворитель и т.д.).

Внимание! Метод может быть применен и к другим объектам, таким как NaCl и растворы, содержащие конъюгированные двойные связи.

7.6.1.3.2 Метод регистрации поглощения при 230 нм и 260 нм

Пептидная связь в молекуле белка имеет максимум поглощения на длине волны 238 нм. Возьмем в качестве приблизительного значения 230 нм. ДНК/РНК также имеют интенсивное поглощение при 230 нм. Таким образом, можно определить абсорбцию на 230 нм и абсорбцию на 260 нм в смешанном растворе ДНК и белка.

Описание метода

Можно определить величины концентрации молекул белка и ДНК, измеряя их величины поглощения на длинах волн 230 и 260 нм. Формулы приведены ниже.

$$\text{концентрация белка} = 183.0 \cdot B(\lambda 230) - 75.8 \cdot B(\lambda 260) \text{ (мг/мл)}$$

$$\text{концентрация ДНК} = 49.1 \cdot B(\lambda 260) - 3.48 \cdot B(\lambda 230) \text{ (мг/мл)}$$

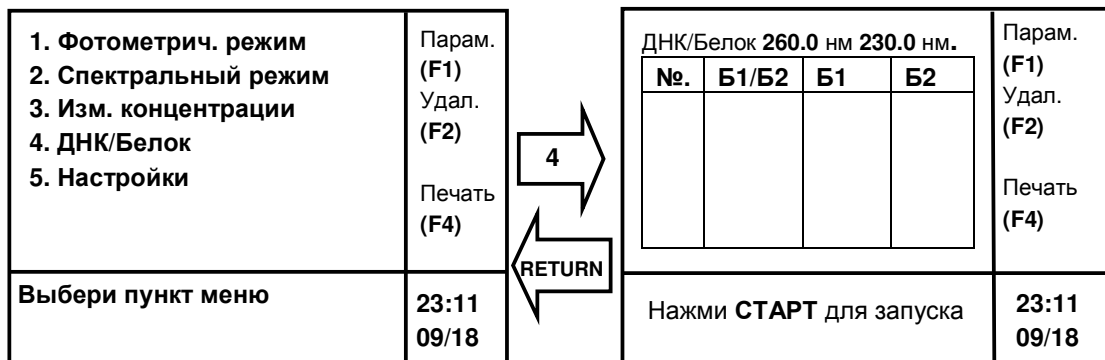
Коэффициенты могут меняться в зависимости от различных условий.

По сравнению с методом определения поглощения на 280 и 260 нм метод поглощения при 230 и 260 нм более точный.

7.6.2 Описание меню режима анализа «ДНК/Белок»

Переход в меню режима анализа ДНК/Белок (рис. 7.19б) осуществляется из главного меню (рис. 7.19а) нажатием кнопки «4».

Для просмотра столбцов концентрации ДНК и белка используйте клавиши ◀, ▶.



а) главное меню

б) меню режима ДНК/Белок

Рис. 7.19. Переход в режим анализа ДНК/Белок

ДНК/Белок 260.0 нм 230.0 нм				Парам. (F1) Удал. (F2) Печать (F4)
№.	Б1/Б2	Б1	Б2	
Нажми СТАРТ для запуска				23:11 09/18

Рис. 7.20. Описание полей таблицы результатов режима анализа «ДНК/Белок»

- 1 – ДНК/ Белок обозначает текущий режим работы, «260 нм» и «230нм» обозначают длины волн, на которых проводятся измерения;
- 2 – таблица результатов измерений;
- 3 – область информационных сообщений;
- 4 – область текущей даты/времени;
- 5 – функциональные клавиши:
 - F1 – доступ к странице установки параметров,
 - F2 – удаление данных измерения,
 - F3 – установка управления кюветами (образцами),
 - F4 – печать результатов.

7.6.3 Параметры измерения «ДНК/Белок»

Нажатием клавиши «F1» осуществляется переход в меню «Параметры», показанное на рис. 7.21.

ПАРАМЕТРЫ	
Метод: 1 2	Админ
1. λ (Б1,Б2) :	260.0 230.0
2. Df (Df1,Df2) :	49.10 3.48
3. Pf (Pf1,Pf2) :	75.80 183.00
4. Корр. 320 нм:	нет
5. Коэфф. :	1.00
6. Темновой ток	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.21. Меню «Параметры» режима «ДНК/Белок»

В данном меню (рис. 7.21) пользователь может выбрать любой из двух методов с заданными параметрами (методы «1», «2») или настроить метод «Админ».

Переключение между методами осуществляется с помощью клавиш ◀, ▶.

Нажатие кнопки «6» производит корректировку темнового тока. Процесс занимает порядка 40 секунд. Корректировка темнового тока выполняется для обеспечения точности получаемых результатов. Необходимо выполнять данную операцию при изменениях параметров окружающей среды, которые связаны с сильными колебаниями температуры, при изменении местоположения прибора, а также при работе с образцами, имеющими сильное поглощение. Рекомендуется выполнять корректировку темнового тока перед началом работы для обеспечения точности измерений.

7.6.3.1 Редактирование установок настраиваемого метода «Админ»

ПАРАМЕТРЫ Метод: 1 2 Админ 1. λ (B1,B2) : 0.0 0.0 2. Df (Df1,Df2) : 0.00 0.00 3. Pf (Pf1,Pf2) : 0.00 0.00 4. Корр. 320 нм : 5. Коэфф. : 0.00 6. Темновой ток	
Выбери пункт меню	

Рис. 7.22. Меню «Параметры» настраиваемого метода «Админ»

Для ввода новых значений длин волн нажмите клавишу «1». Введите длину волны B1, нажмите клавишу «ВВОД», введите длину волны B2, нажмите клавишу «ВВОД». Диапазон вводимых значений длин волн 190-1100 нм.

Для ввода значений коэффициента пересчёта ДНК (РНК) нажмите клавишу «2». Введите значение первого коэффициента Df1, нажмите клавишу «ВВОД», введите значение второго коэффициента Df2, нажмите клавишу «ВВОД». Диапазон вводимых значений коэффициента ДНК –9999÷9999.

Для ввода коэффициента пересчёта белка нажмите клавишу «3». Введите значение первого коэффициента Pf1, нажмите клавишу «ВВОД», введите значение второго коэффициента Pf2, нажмите клавишу «ВВОД». Диапазон вводимых значений коэффициента белка –9999÷9999.

Для включения/выключения процедуры фоновой коррекции при 320 нм нажмите клавишу «4».

Для ввода калибровочного коэффициента нажмите клавишу «5». Введите значение коэффициента, нажмите клавишу «ВВОД». Диапазон вводимых значений –99,999÷999,999.

Для коррекции темнового тока нажмите клавишу «6». Процесс занимает порядка 40 с. Корректировка темнового тока выполняется для обеспечения точности получаемых результатов. Необходимо выполнять данную операцию при изменениях параметров окружающей среды, которые связаны с сильными колебаниями температуры; при изменении местоположения прибора, а также при работе с образцами, имеющими сильное поглощение. Рекомендуется выполнять корректировку темнового тока перед началом работы для обеспечения точности измерений.

Выход из меню настройки параметров метода производится нажатием клавиши «ВОЗВРАТ».

7.6.4 Работа в режиме анализа «ДНК/Белок»

Для установки нуля в рабочую ячейку (для анализа ДНК/Белок это ячейка № 1) установите нулевой раствор, закройте крышку кюветного отделения и нажмите клавишу «НОЛЬ».

ДНК/Белок 260.0 нм 230.0 нм.				Парам. (F1) Удал. (F2) Печать (F4)
№.	Б1/Б2	Б1	Б2	
1	Б1/Б2	Б1	Б2	
2	Б1/Б2	Б1	Б2	
3	Б1/Б2	Б1	Б2	
Выбери пункт меню				23:11 09/18

ДНК/Белок 260.0 нм 230.0 нм.				Парам. (F1) Удал. (F2) Печать (F4)
№.	Б1/Б2	ДНК	Белок	
1	Б1/Б2	С1	С2	
2	Б1/Б2	С1	С2	
3	Б1/Б2	С1	С2	
Нажми СТАРТ для запуска				23:11 09/18

Рис. 7.23. Таблица результатов измерений

Для проведения измерения в ячейку № 1 устанавливается исследуемый образец, закрывается крышка кюветного отделения и нажимается клавиша «СТАРТ/СТОП». Система произведёт измерения и данные измерений выведет в таблице результатов (рис. 7.23).

В столбце «№» таблицы результатов указан порядковый номер анализа.

В столбце «Б1/Б2» отображено соотношение измеренных значений абсорбции образца на разных длинах волн.

В столбце «Б1» отображено измеренное значение абсорбции образца на первой длине волны.

В столбце «Б2» отображено измеренное значение абсорбции образца на второй длине волны.

Для переключения между измеренной абсорбцией и вычисленной концентрацией используются клавиши ◀, ▶.

В столбце «ДНК» отображено рассчитанное значение концентрации ДНК в образце.

В столбце «Белок» отображено рассчитанное значение концентрации белка в образце.

Прокрутка результатов осуществляется клавишами ▲, ▼.

Для очистки таблицы результатов нажмите клавишу «F2», затем клавишу «ВВОД».

Для печати результатов нажмите клавишу «F4», затем клавишу «ВВОД». Для отмены печати (например, в случае отсутствия связи принтер-спектрофотометр или неподходящей модели принтера) нажмите клавишу «ОТМЕНА».

Выход из режима измерений «ДНК/Белок» производится с помощью клавиши «ВОЗВРАТ». При подтверждении выхода из режима клавишей «ВВОД» данные таблицы результатов удаляются.

8 ДОПОЛНИТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

В качестве дополнительного оборудования к спектрофотометру СФ-104 могут быть поставлены:

- 1 - держатель кювет от 5 до 50мм на 5 позиций;
- 2 - термостатируемый держатель стандартных кювет на 5 позиций;
- 3 - проточная кювета с перистальтическим насосом;
- 4 - держатель твердых образцов с возможностью поворота образца $\pm 45^\circ$;
- 5 - держатель твердых образцов без возможности поворота образца;
- 6 - держатель для кювет круглого сечения диаметром 15-25мм;
- 7 - приставка зеркального отражения;
- 8 - держатель микрокювет;
- 9 - держатель кювет с коротким оптическим путем.

Программное обеспечение UVWin

Программное обеспечение используется для спектрофотометров СФ-102 и СФ-104, работающих в ультрафиолетовой и видимой области спектра. Мощное и совместимое программное обеспечение может существенно увеличить эффективность вашей работы.

Функции: фотометрические измерения; количественный анализ; сканирование спектров; кинетический анализ; представление результатов в 3-х мерном изображении; хранение результатов измерений; расширенные возможности генерации отчетов и его печать.

Программное обеспечение позволяет пользователю анализировать и обрабатывать данные. Данный программный продукт способен удовлетворить требованиям, предъявляемым различными отраслями промышленности.

9 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ

9.1 РЕГУЛЯРНОЕ ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

Спектрофотометр СФ-104 относится к разряду обслуживаемых устройств. Обслуживание прибора сводится к замене ламп.

Замена дейтериевой лампы производится после выработки лампой 1000 и более часов. Следует отметить, что после выработки лампой 1000 часов при отсутствии проблем с шумом и дрейфом базовой линии прибора можно продолжить работу сверх указанного ресурса лампы.

Замена галогенной лампы производится после выработки лампой ресурса 1000 и более часов. Процедура замены ламп описана в Приложении А.

Остальные элементы прибора должны выработывать полный срок службы, составляющий 7 лет.

Ежедневно проверяйте состояние кюветного отделения. Необходимо соблюдать чистоту в кюветном отделении во избежание коррозии и выхода из строя оптической системы.

Если прибор не используется, рекомендуется накрывать его чехлом (упаковочным пакетом), который входит в комплект поставки.

Избегайте попадания на клавиатуру и ЖК-дисплей прибора воды, пыли, химических реактивов, защитите их от механических воздействий и коррозии.

9.2 ПЕРИОДИЧЕСКОЕ ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

Периодически проверяйте технические характеристики прибора (см. Приложения Б, Г). В случае отклонения технических характеристик от указанных в табл.1 свяжитесь с поставщиком.

9.3 КОНСЕРВАЦИЯ ПРИ ПЕРЕРЫВЕ В РАБОТЕ

Спектрофотометр СФ-104 специальной консервации не требует, рекомендуется вынуть кюветы и упаковать их. При длительных перерывах в работе (более недели) рекомендуется защитить прибор от воздействия пыли.

9.4 ТРАНСПОРТИРОВКА

Транспортировка устройства осуществляется после его консервации (п. 9.3) в транспортной упаковке предприятия–производителя или любой другой таре, исключающей механическое повреждение прибора, и может перевозиться в крытых железнодорожных или автомобильных транспортных средствах или авиационным транспортом в отапливаемых герметизированных отсеках. Расстановка и крепление в транспортных средствах транспортной упаковки должны исключать возможность ее смещения и ударов. Воздействия климатических факторов при транспортировании должны соответствовать ГОСТ 22261-82 применительно к приборам группы 2. Температура окружающего воздуха от +5 до +45 °С, влажность от 20 % до 85 %; высота над уровнем моря до 2000 м.

9.5 ХРАНЕНИЕ

Спектрофотометр СФ-104 должен храниться в помещении, защищённом от влияния внешней среды (влаги, солнечной радиации, вредных испарений и т. д.). Условия хранения спектрофотометра должны соответствовать п. 9.4.

Специальной консервации перед длительным хранением спектрофотометр СФ-104 не требует, рекомендуется при длительном хранении вынуть и упаковать кюветы.

10. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

При включении прибора начинается процесс инициализации. Внутренняя программа прибора проводит автоматическое тестирование узлов прибора (рис. 10.1).

Тестирование...		
1. Контроль RAM	:	OK
2. Мотор держ. кювет	:	OK
3. Установка мотора λ	:	OK
4. Уст. мотора щели	:	OK
5. Установка фильтров	:	
6. Мотор смены ламп	:	
7. Контроль W лампы	:	
8. Контроль D2 лампы	:	
9. Контроль λ	:	
10. Загрузка параметров	:	
Ждите...		

Рис. 10.1. Процесс инициализации прибора

После каждой операции выдается информация о её завершении. Если операция проходит нормально и неисправность не обнаруживается, то на дисплее напротив протестированного параметра появляется сообщение OK.

Если обнаруживается неисправность, то появляется сообщение Err и сообщение «Сист. ошибка». Для принудительного продолжения процедуры запуска прибора нажмите клавишу «F5». Возможные причины неисправностей и способы их устранения рассмотрены в табл. 4.

Таблица 4. Основные неисправности спектрофотометра СФ-104 и методы их устранения

Вид отказа	Вероятная причина	Возможная неисправность	Что Вы должны сделать
1	2	3	4
1 Прибор не включается, при нажатии на кнопку «Сеть» не загораются индикаторы	1.1.Отсутствует питание	1.1.1 Нет питания или нет контакта в розетке	1.1.1.1 Воспользуйтесь рабочей розеткой
		1.1.2 Повреждён сетевой кабель питания	1.1.2.1 Замените сетевой кабель
	1.2 Сгорел предохранитель	1.2.1 Питание в розетке не соответствует указанному в п. 5.4	1.2.1.1 Установите сетевой фильтр или источник бесперебойного питания
	1.3 После замены предохранитель перегорел снова	1.3.1 Проблемы с электроникой	1.3.1.1 Обратитесь в сервисную службу
2 Отсутствует индикация дисплея	2.1 Сбита настройка контрастности	2.1.1 Уровень контрастности установлен неверно	2.1.1.1 С помощью отвёртки отрегулируйте контрастность регулятором, находящимся на панели управления прибором (см. п. 2.5.1)
3 Данные не распечатываются	3.1 Прибор не совместим с подключённым принтером	3.1.1 Проверьте принтер на соответствие рекомендованным моделям (см. п. 6.1)	3.1.1.1 Замените принтер на рекомендованный
			3.1.1.2 При наличии внешнего программного обеспечения производите распечатку данных через ПК
	3.2 Принтер неправильно подключён	3.2.1 Нет контакта	3.2.1.1 Проверьте работоспособность и целостность соединительных кабелей
			3.2.1.2 Отсоедините кабель между прибором и принтером и присоедините заново
		3.2.1.3 Проверьте тип кабеля на соответствие штатно используемому	

1	2	3	4
4 Кювета не инициализируется	4.1 Ошибка инициализации кюветы	4.1.1 Прохождению света препятствует посторонний (непрозрачный) объект	4.1.1.1 Удалите посторонний (непрозрачный) объект
5 Не инициализируются: «мотор лампы», «галогенная лампа», «дейтериевая лампа», «проверка галогенной лампы»	5.1 В процессе инициализации прибора условия, при которых она проходит, не соответствуют стандартным	5.1.1 Прохождению света препятствует посторонний (непрозрачный) объект	5.1.1.1 Удалить посторонний (непрозрачный) объект
		5.1.2 Питание прибора не соответствует норме	5.1.2.1 Проверьте параметры питания на соответствие требованиям п. 5.4
		5.1.3 Неработоспособность галогенной и дейтериевой ламп	5.1.3.1 Замените неисправные лампы (см. Приложение А)
6 Нестабильность получаемых данных	6.1 Неправильно инициализирован прибор	6.1.1 Раньше времени была нажата кнопка «ВОЗВРАТ»	6.1.1.1 Инициализируйте прибор заново (выключите и включите)
	6.2 Нестабилен нуль, отклонения превышают $\pm 0,001$	6.2.1 Нестабильное электропитание	6.2.1.1 Проверьте питание, инициализируйте прибор заново
		6.2.2 В исследуемых образцах содержатся легколетучие растворители	6.2.2.1 Установите сетевой фильтр или источник бесперебойного питания
		6.2.3 Нулевой раствор не удовлетворяет предъявляемым требованиям	6.2.2.1 Используйте крышки для кювет
6.2.3.1 Используйте раствор, «Поглощение» которого не превышает 0,4 Б			
7 Плохая воспроизводимость измерений	7.1 Исследуемый образец чувствителен к свету	7.1.1 Образец неустойчив к свету	7.1.1.1 Храните образцы в тёмной таре
	7.2 Загрязнены оптические поверхности	7.1.1.2 Для фото нестабильных веществ используйте другой метод измерений	
		7.2.1 Загрязнены кюветы с исследуемыми образцами и нулевым раствором	7.2.1.1 Протрите загрязнённые кюветы
7.2.2 Загрязнены линзы в отделении для образцов	7.2.2.1 Протрите линзы		
8 Не инициализируется установка фильтра	8.1 Вышел из строя механизм установки фильтра	8.1.1 Отключите прибор и повторно произведите инициализацию	8.1.1.1 Обратитесь в сервисную службу

1	2	3	4
9 Треск привода держателя кювет	9.1 Механически смещён держатель кювет	9.1.1 При установке образцов от усилия руки происходят незначительные смещения держателя	9.1.1.1 Произведите установку 1-й позиции в меню управления образцами (п.п. 7.3.4, 7.4.4)
10 Результаты измерений единиц абсорбции некорректны	10.1 Не произведена проверка и установка начальных параметров	10.1.1 Кювета сравнения не установлена на предназначенное для неё место	10.1.1.1 Установить кювету сравнения на своё место
		10.1.2 Не скорректирован темновой ток	10.1.2.1 Проведите коррекцию темнового тока (п.п. 7.3.2, 7.4.2.7, 7.5.2) и коррекцию нуля, проведите измерения заново
11 Повышенный уровень шума	11.1 Выгорание источника света	11.1.1 Проведите измерения в режиме Er (п. 7.4.5.2).	11.1.1.1 Произведите замену выгоревшего источника
	11.2 Неправильная установка держателя кювет	11.2.1 Механическое воздействие на держатель кювет	11.2.1.1 Произведите установку 1-й позиции в режиме управления кюветами (п.п. 7.3.4, 7.4.4)
		11.2.2 Сбой в настройках прибора	11.2.2.1 Произведите переустановку заводских параметров (п. 7.2.9)
	11.3 Выгорание оптической части приёмника излучения	11.3.1 Проведите измерения в режиме Es (п. 6.4.5.2)	11.3.1.1 Обратитесь в сервисную службу
	11.4 Неправильная работа АЦП	11.4.1 Проверьте работу АЦП	11.4.1.1 Обратитесь в сервисную службу
	11.5 Неправильная работа фотодиода	11.5.1 Проверьте работу фотодиода	11.5.1.1 Обратитесь в сервисную службу
11.6 Низкое напряжение в сети	11.6.1 Проверьте напряжение	11.6.1.1 Обеспечьте параметры источника питания в соответствии с п. 5.4	

11 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие спектрофотометров СФ-104 требованиям ТУ при соблюдении потребителем условий эксплуатации, монтажа, хранения и транспортировки в течение всего назначенного срока службы.

Спектрофотометры СФ-104 должны быть приняты ОТК предприятия-изготовителя и пройти первичную поверку.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)

1 ЗАМЕНА ГАЛОГЕННОЙ ЛАМПЫ

Внимание! Отделение источников света и сами лампы сильно нагреваются во время работы. Поэтому прежде чем осуществлять замену ламп, необходимо выключить питание прибора и дать лампам остыть.

Внимание! Во время замены ламп закройте отражающее зеркало бумагой для того, чтобы предотвратить его загрязнение при случайном касании.

Внимание! Замена ламп должна проводиться в новых хлопчатобумажных безворсовых перчатках.

Внимание! Не проводите замену источника света при включённом приборе. Перед проведением работ по замене ламп отсоедините прибор от источника питания.

Внимание! В случае необходимости визуального контроля за работой ламп (горит/не горит) используйте специальные тёмные очки. Несоблюдение данного требования может привести к серьёзной травме глаз.

Галогенная лампа устанавливается в разъём в керамическом патроне. Её первоначальная настройка выполнена производителем прибора. Если вам нужно поменять эту лампу, следуйте приведенной ниже инструкции:

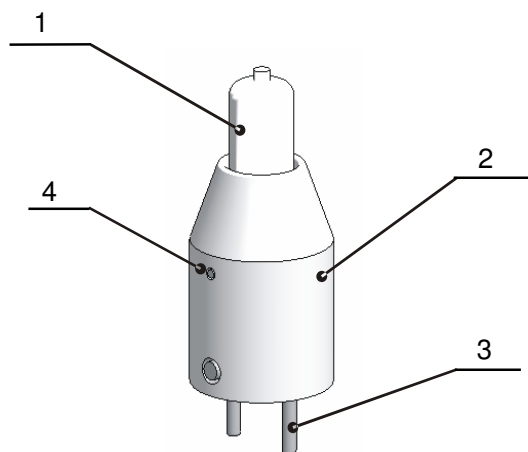


Рис. А.1. Галогенная лампа

- 1 – лампа галогенная;
- 2 – керамический патрон;
- 3 – контакт;
- 4 – винт настройки.

1. Откройте крышку отделения источников света, надавив вверх в месте, обозначенном на рис. А.2, и убрав крышку с отсека источников света.

2. Открутите два винта на разъеме, в который установлена галогенная лампа, и извлеките ее вместе с керамическим патроном.

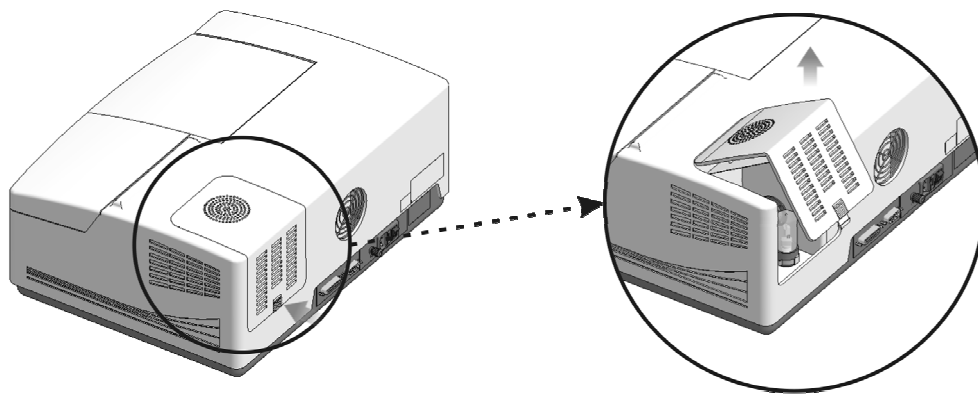


Рис. А.2. Снятие крышки отделения источника света

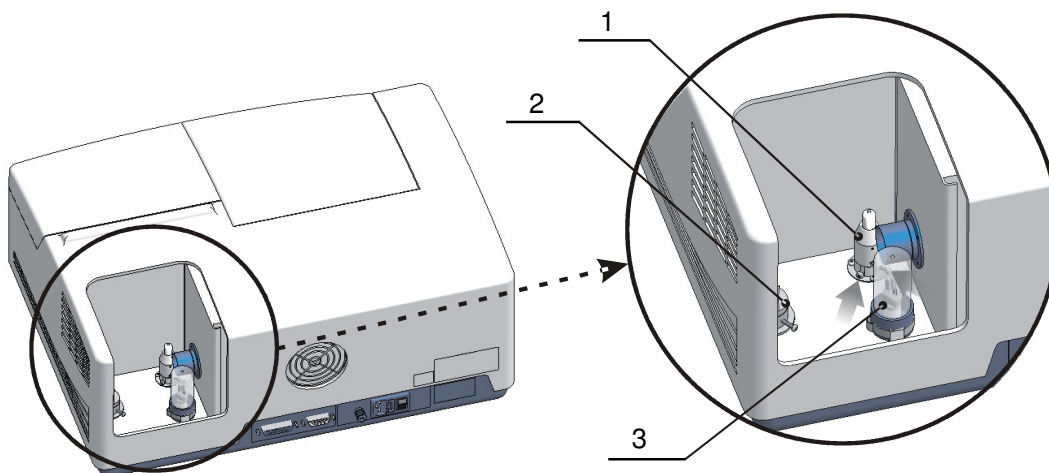


Рис. А.3. Отделение источника света

- 1 – галогенная лампа;
- 2 – отражающее зеркало;
- 3 – дейтериевая лампа.

3. Замените лампу в патроне. Протрите новую лампу тканью, смоченной в спирте.
4. Установите патрон с лампой в разъем и зафиксируйте двумя винтами.

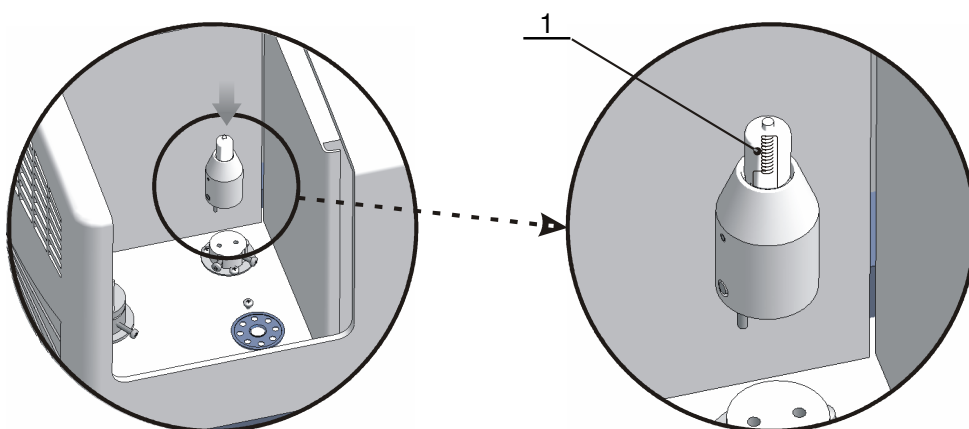


Рис. А.4. Установка галогенной лампы

1 – спираль

Для обеспечения корректной работы прибора после замены лампы необходимо провести настройку высоты её размещения. (Горизонтальная позиция лампы настраивается автоматически при каждом включении питания). Расстояние между центром нити накаливания и нижней частью должно составлять 40 мм.

2 ЗАМЕНА ДЕЙТЕРИЕВОЙ ЛАМПЫ

Дейтериевая лампа устанавливается в специальный собственный разъем.

Если вам нужно поменять эту лампу, следуйте приведенной ниже инструкции.

1. Откройте крышку отделения источников света.
2. Отстегните фиксирующую скобу, расположенную на разъеме для лампы в корпусе прибора.
3. Извлеките использованную дейтериевую лампу.
4. Протрите новую лампу тканью, смоченной в спиртовом растворе, и установите её в разъем. Выступ на направляющем штыре и соответствующий ему паз на разъеме прибора должны совпасть.
5. Слегка покачивая лампу из стороны в сторону, осторожно установите её.
6. Застегните фиксирующую скобу.
7. Установите обратно крышку отделения источников света.

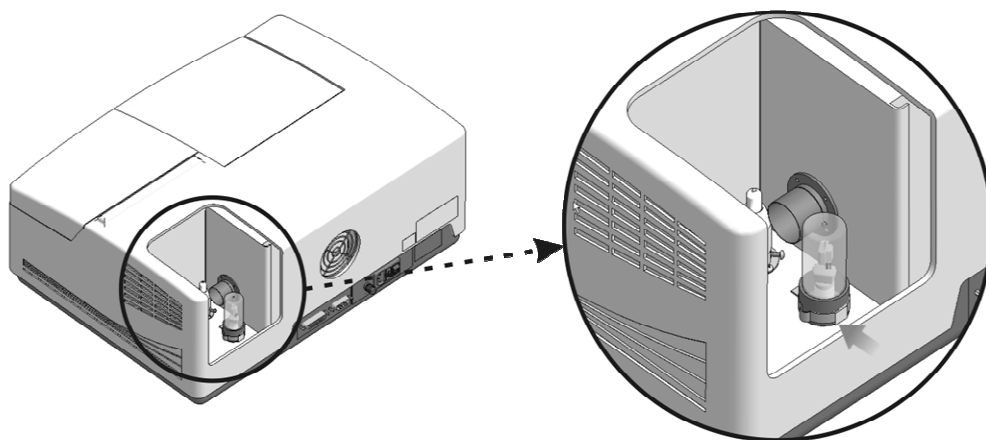


Рис. А.5. Удаление дейтериевой лампы

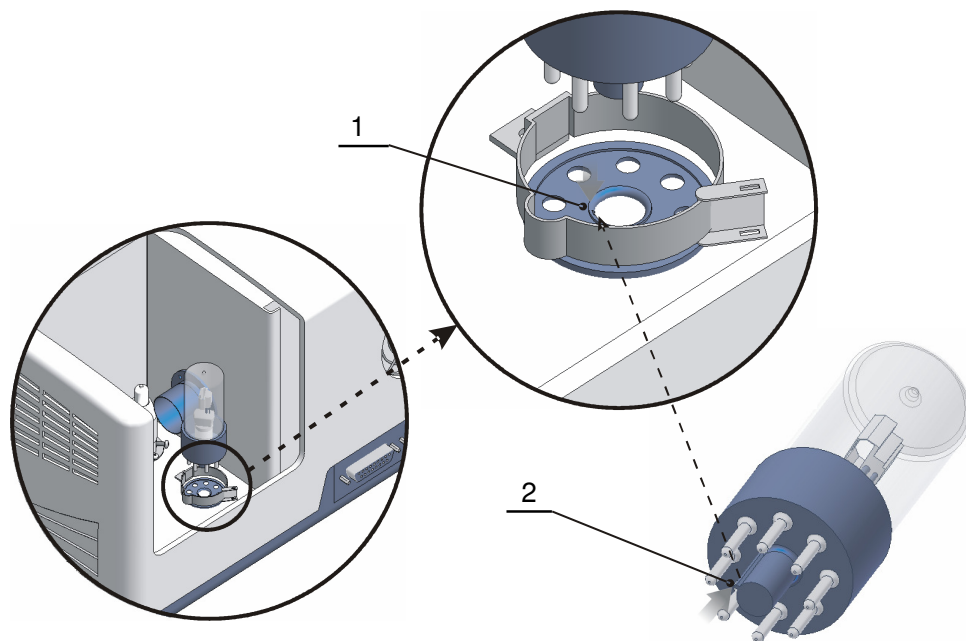


Рис. А.6. Установка дейтериевой лампы

- 1 – направляющий паз держателя;
- 2 – выступ на направляющем штыре

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)

ЗАМЕНА ПРЕДОХРАНИТЕЛЯ

Замена предохранителя производится следующим образом.

1. Отсоедините кабель питания прибора.
2. Подцепите тонкой плоской отвёрткой блок предохранителя и извлеките его из прибора, как показано на рис. Б.1.

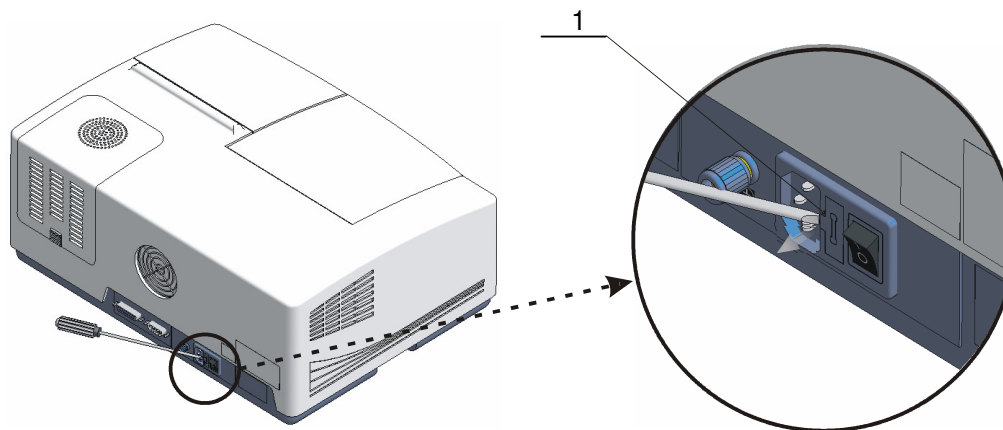


Рис. Б.1. Демонтаж блока предохранителя

1 – блок предохранителя

3. Замените предохранитель (рис. Б.2). Затем установите блок с предохранителем обратно в гнездо.

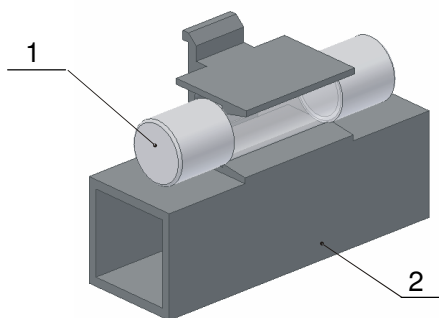


Рис. Б.2. Замена предохранителя

1 – предохранитель;
2 – блок предохранителя.

ПРИЛОЖЕНИЕ В (ОБЯЗАТЕЛЬНОЕ)

Методика контроля метрологически нормируемых характеристик спектрофотометра СФ-104

1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИСТЕМАТИЧЕСКОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ОСНОВНОЙ ПОГРЕШНОСТИ СПЕКТРОФОТОМЕТРА СФ-104 (ΔT)

Определение систематической составляющей основной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания производится путем измерения коэффициентов пропускания образцовых светофильтров из комплекта КС-105 из стекла КУВИ с различными коэффициентами пропускания и сравнения результатов измерений с действительными значениями коэффициентов пропускания данных светофильтров, указанными в свидетельстве о поверке светофильтров.

Для определения используются все 4 светофильтра с $T=90\%$; $T=50\%$; $T=10\%$; $T=2,5\%$.

1.1 В главном меню прибора, которое появляется после включения и инициализации, выбрать фотометрический режим работы, нажав «1».

1.1.1 Для перехода в меню установки параметров нажать «F1».

1.1.2 В меню установки параметров нажатием кнопки «1» установить рабочий режим «T%».

1.1.3 Нажатием кнопки «2» перейти в режим редактирования длины волны.

1.1.4 Набрать значение длины волны 220 нм и нажать клавишу «ВВОД». Дождаться в строке «Длина волны» установки заданного (220 нм) значения.

1.1.5 Нажать кнопку «4» для коррекции темнового тока.

ПРИМЕЧАНИЕ. Процесс коррекции потребует 40–50 секунд.

1.1.6 Нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в главное меню прибора.

1.1.7 Процесс коррекции нулевой линии проводить по воздуху, для этого рабочая ячейка (обычно это ячейка №1, ближняя) должна быть пуста (без кюветы). Нажать клавишу «НОЛЬ», произойдет процесс коррекции нуля.

ПРИМЕЧАНИЕ. Рабочей ячейкой называют ячейку держателя кювет, находящуюся на пути прохождения луча.

1.1.8 Установить в рабочую ячейку кюветы (обычно это ячейка №1, ближняя) светофильтр из стекла КУВИ с пропусканием 90 %.

1.1.9 Нажать клавишу «СТАРТ/СТОП», произойдет процесс измерения коэффициента пропускания данного фильтра на заданной длине волны. Измерение произвести трижды, с интервалом между измерениями 30 с, каждый раз нажимая клавишу «СТАРТ/СТОП».

1.1.10 Устанавливая поочередно (по убыванию значения пропускания (50 %; 10 %; 2,5 %)) остальные светофильтры из стекла КУВИ в рабочую ячейку, произвести измерение пропускания каждого по 3 раза.

Внимание! В случае механического смещения держателя кювет от усилия руки при установке светофильтров необходимо провести операцию установки начального положения держателя. Для этого нажать клавишу «F3», затем нажать кнопку «5». Для возврата в меню фотометрических измерений нажать клавишу «ВОЗВРАТ».

По результатам измерений, находящимся в столбце T% на дисплее, вычислите среднее арифметическое значение из трех показаний по формуле (1). Вычисления произведите для каждого из фильтров. Полученные данные занесите в табл. 3 в столбец $T_{ср220}$.

ПРИМЕЧАНИЕ. Для перемещения по таблице результатов на дисплее используйте клавиши-стрелки «Вверх» и «Вниз» на клавиатуре.

$$T_{cp\lambda} = \frac{\left(\sum_{i=1}^3 T_i \right)}{3}, \quad (1)$$

где T_i – отдельное измеренное значение коэффициента пропускания фильтра на заданной длине волны, %;

i – количество измерений для каждого светофильтра.

1.1.11 Далее для возврата в меню установки параметров нажать «F1».

1.1.12 Затем нажатием кнопки «2» перейти в режим редактирования длины волны.

1.1.13 Набрать значение длины волны 550 нм, и нажать клавишу «ВВОД».

1.1.14 Нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в таблицу результатов.

1.1.15 Процесс коррекции нулевой линии проводить по воздуху, для этого рабочая ячейка (обычно это ячейка №1, ближняя) должна быть пуста (без кюветы). Нажать клавишу «НОЛЬ», произойдёт процесс коррекции нуля.

1.1.16 Установить в рабочую ячейку кюветы (обычно это ячейка №1, ближняя) светофильтр из стекла КУВИ с пропусканием 90%.

1.1.17 Нажать клавишу «СТАРТ/СТОП». Произойдёт процесс измерения коэффициента пропускания данного фильтра на заданной длине волны. Измерение производить трижды, с интервалом между измерениями 30 с, каждый раз нажимая клавишу «СТАРТ/СТОП».

1.1.18 Устанавливая поочередно (по убыванию значения пропускания (50%; 10%; 2,5%)) остальные светофильтры из стекла КУВИ в рабочую ячейку, произвести измерение пропускания каждого по 3 раза.

По результатам измерений, находящимся в столбце T% на дисплее, вычислить среднее арифметическое значение из трех показаний по формуле (1). Вычисления произвести для каждого из фильтров. Полученные данные занести в табл. 1, в столбец T_{cp550} .

1.1.19 Для измерения коэффициента пропускания на длине волны 750 нм произвести операции, аналогичные п.п. 1.1.11–1.1.18. Полученные данные занести в табл. 3, в столбец T_{cp750} .

1.2 Вычислить значение систематической составляющей основной погрешности ΔT_λ для длины волны 220 нм по формуле (2):

$$\Delta T_{220} = \frac{\sqrt{\sum_{j=1}^4 (T_{cp220j} - T_{Д\lambda j})^2}}{4}, \quad (2)$$

где $T_{Д\lambda j}$ – действительное значение коэффициента пропускания светофильтра, на заданной длине волны, для j -ого светофильтра указанное в свидетельстве на комплект, %;

T_{cp220j} – среднеарифметическое значение T_i для длины волны 220 нм для j -ого фильтра согласно формуле (1);

j – порядковый номер светофильтра.

ВНИМАНИЕ! Значение $T_{Д\lambda j}$ для каждого из четырёх светофильтров различное (см. свидетельство о проверке на комплект светофильтров).

1.3 Аналогично с помощью формулы (2) вычислить ΔT_λ для $\lambda=550$ нм и $\lambda=750$ нм.

1.4 За систематическую составляющую основной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания принимается максимальное значение из вычисленных по п.п. 1.2–1.3 для каждой длины волны.

$$\Delta T = \text{Max}(\Delta T_\lambda), \quad (3)$$

где ΔT_λ – значение систематической составляющей основной погрешности спектрофотометра, вычисленное для $\lambda=220$ нм, $\lambda=550$ нм и $\lambda=750$ нм, %.

1.5 Спектрофотометр считается прошедшим поверку по п. 1, если полученное значение систематической составляющей основной погрешности спектрофотометра при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания не превышает 1% (при использовании комплекта светофильтров КС-105 из стекла КУВИ с абсолютной погрешностью коэффициентов направленного пропускания не более $\pm 0,5$ %).

Таблица В.1. Результаты измерений спектральных коэффициентов пропускания

Тип фильтра \ $T_{cp\lambda_j}$	T_{cp220j}	$T_{д220j}$	T_{cp550j}	$T_{д550j}$	T_{cp750j}	$T_{д750j}$
90 %						
50 %						
10 %						
2,5 %						
ΔT_λ						

2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКО СЛУЧАЙНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ОСНОВНОЙ ПОГРЕШНОСТИ

Для измерений используется светофильтр из комплекта КС-105 из стекла КУВИ с коэффициентом пропускания 50 %.

Длина волны, на которой проводится измерение, – 300 нм.

Количество измерений – 10.

2.1 Порядок проведения измерений аналогичен описанному в п. 1.1.1–1.1.9.

2.2 Результаты измерений записать в табл. В.2, в столбец T_i .

2.3 По результатам измерений T_i вычислить среднее арифметическое значение из десяти показаний по формуле (4):

$$T_{cp} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{10} T_i \right)}{10}, \quad (4)$$

где i – порядковый номер измерения.

2.4 Результат расчета записать в табл. В.2, в столбец « $T_{cp}, \%$ ».

Вычислить среднеквадратичное отклонение по формуле (5):

$$S(\Delta T) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (T_i - T_{cp})^2}{9}}, \quad (5)$$

где T_i – i -тое значение коэффициента направленного пропускания в серии из 10 измерений;

T_{cp} – среднее арифметическое значение коэффициента направленного пропускания серии из десяти измерений.

2.5 Результаты промежуточных расчетов записать в табл. В.2 в соответствующие столбцы.

2.6 Спектрофотометр считается прошедшим поверку по п. 2, если рассчитанное значение $S(\Delta T)$ не превышает 0,05 %. Результат определения СКО случайной составляющей основной погрешности при измерении спектральных коэффициентов направленного пропускания записать в протокол.

Таблица В.2. Результаты промежуточных расчетов

<i>NN</i>	$T_i, \%$	$T_{cp}, \%$	$T_i - T_{cp}, \%$	$(T_i - T_{cp})^2$
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АБСОЛЮТНОЙ ПОГРЕШНОСТИ УСТАНОВКИ ДЛИН ВОЛН

Для измерений используется светофильтр ПС7 из комплекта светофильтров КС-105.

3.1 В главном меню прибора выбрать режим сканирования спектра «Спектральный режим», нажав кнопку «2».

3.2 Для перехода в меню установки параметров нажать «F1».

3.3 В меню установки параметров нажатием кнопки «1» установить рабочий режим «Т%».

3.4 Затем нажатием кнопки «2» установить медленную скорость сканирования («Медл»).

3.5 Нажатием кнопки «3» установить шаг сканирования «0,1».

3.6 Для установки диапазона сканирования спектра нажать кнопку «4» и ввести длину волны 690 нм, для подтверждения нажать «ВВОД», затем ввести 680 нм и снова для подтверждения нажать «ВВОД».

3.7 Для установки масштаба шкалы измерений нажать кнопку «5» и ввести «0», для подтверждения нажать «ВВОД», затем ввести «100» и также нажать «ВВОД».

3.8 Затем нажать кнопку «7» для установки темного тока.

ПРИМЕЧАНИЕ. Процесс коррекции потребует 40-50 секунд.

3.9 Нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в окно измерений.

3.10 Процесс коррекции нулевой линии проводить по воздуху. Рабочая ячейка (обычно это ячейка № 1, ближняя) должна быть пуста (без кюветы). Нажать клавишу «НОЛЬ», начнётся процесс коррекции значений коэффициента пропускания в выбранном диапазоне длин волн.

ПРИМЕЧАНИЕ. Этот процесс может занять около минуты.

3.11 Установить в рабочую ячейку кюветы (обычно это ячейка № 1, ближняя) светофильтр ПС7.

В случае механического смещения держателя кювет от усилия руки при установке светофильтра необходимо провести операцию установки начального положения держателя. Для этого нажать клавишу «F3», затем нажать кнопку «5». Для возврата в меню фотометрических измерений нажать клавишу «ВОЗВРАТ».

3.12 Нажать клавишу «СТАРТ/СТОП», начнётся процесс сканирования спектра в заданном диапазоне длин волн.

ПРИМЕЧАНИЕ. Этот процесс займёт около минуты.

3.13 После завершения процесса сканирования нажать кнопку «F2» для выделения точки минимума.

3.14 Ввести значение минимальной впадины, равное 0,1, и нажать «ВВОД».

3.15 Записать полученное значение длины волны впадины, отображаемое в левом нижнем углу дисплея в табл. 3, в столбец λ_{jk} ;

3.16 Нажать клавишу «ВОЗВРАТ».

3.17 Провести второе измерение, повторив действия п.п. 3.12–3.16.

3.18 За среднее значение длины волны минимума пропускания в данном диапазоне λ_j принимаем среднее арифметическое по двум измерениям (см. формулу (6)):

$$\lambda_j = \frac{\left(\sum_{k=1}^2 \lambda_{jk} \right)}{2}, \quad (6)$$

где λ_{jk} – k -тое измерение значения длины волны впадины, нм.

3.19 Записать полученное среднее арифметическое значение в табл. В.3, в столбец «Среднее измеренное значение минимума пропускания λ_j , нм».

3.20 Для перехода в меню «Параметры» нажать кнопку «F1».

3.21 Для изменения диапазона сканирования нажать кнопку «4» и ввести длину волны 590 нм, для подтверждения нажать «ВВОД», затем ввести 580 нм и снова для подтверждения нажать «ВВОД».

3.22 Нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в окно измерений.

3.23 Далее повторить действия с п. 3.10 по п. 3.17.

3.24 Аналогично снять спектры для диапазона длин волн 435–425 нм.

3.25 Заполнить столбец «Действительное значение длины волны максимума полосы поглощения λ_{dj} , нм» табл. 5, взяв необходимые данные для светофильтра ПС7 из свидетельства о поверке на комплект светофильтров.

3.26 Найти разности между средними значениями минимумов пропускания λ_j и действительными значениями длин волн максимумов полос поглощения λ_d для каждой из длин волн по формуле 7:

$$\Delta\lambda_j = \lambda_{dj} - \lambda_j, \quad (7)$$

где λ_j – среднее измеренное значение длины волны j -го минимума пропускания;

λ_{dj} – действительное значение длины волны j -го максимума полосы поглощения, указанное на светофильтре ПС7 в свидетельстве о поверке.

3.27 Абсолютная погрешность установки длин волн равна модулю максимального значения из вычисленных по п. 3.26. (см. формулу (8)):

$$\Delta\lambda = \text{Max}|\Delta\lambda_j|, \quad (8)$$

где $\Delta\lambda_j$ – разности между измеренными значениями минимумов пропускания λ_j , нм, и действительными значениями длин волн максимумов полос поглощения для каждой из длин волн, нм.

3.28 Спектрофотометр считается выдержавшим проверку по п. 3, если полученное в п. 3.27 значение абсолютной погрешности не выходит за пределы 1 нм.

Таблица В.3. Значения показателей

Действительное значение длины волны максимума полосы поглощения λ_{dj} , нм	Измеренное значение длины волны впадины, λ_{jk} ,	Среднее измеренное значение длины волны минимума пропускания λ_j , нм	Разность между средним измеренным значением длины волны минимума пропускания и действительным значением длины волны максимума полосы поглощения, нм, $\Delta\lambda_j = \lambda_j - \lambda_{dj}$

ПРИЛОЖЕНИЕ Г (СПРАВОЧНОЕ)

Периодическая проверка точности установки длины волны и воспроизводимости установки длины волны при отсутствии комплекта светофильтров КС 105

Контроль точности (погрешности) и воспроизводимости установки длины волны

Данные тесты следует выполнять после прогрева прибора в течение часа.

Погрешность установки длины волны должна быть 1 нм, воспроизводимость установки длины волны должна быть 0,2 нм (как указано в табл. 1 технических характеристик). Чтобы проверить эти величины, вы можете использовать два характеристических пика дейтериевой лампы.

Данный метод заключается в следующем (если управление осуществляется от ПК, обратитесь к РЭ программного обеспечения):

- в главном меню нажать клавишу 2 для выбора спектрального режима;
- нажать «F1» для получения доступа к меню «Параметры». Установить шаг сканирования 0,1 нм, установить скорость сканирования – «медленная», диапазон длин волн 660 – 650 нм, границы оси ординат от 0 до 100, рабочий режим – Es; выбрать дейтериевую (D2) лампу в качестве источника света. (Для более детальной информации обратитесь к разд. 7.4.2). Провести коррекцию темного тока;
- нажать «ВОЗВРАТ» для возврата к странице сканирования спектра;
- нажать «СТАРТ/СТОП», ввести величину усиления, равную 6, и нажать «ВВОД» для начала сканирования;
- после завершения процедуры снятия спектра необходимо разметить пик, нажав кнопку «F2» и введя минимальное значение размечаемого пика/впадины, равное «1», нажать клавишу «Ввод». Записать полученную длину волны.

Повторить операцию сканирования три раза;

- вернуться клавишей «ВОЗВРАТ» в меню спектральных измерений, нажать «F1», изменить диапазон длин волн на 480–490 и повторить действия с 3-го пункта.

Для каждой длины волны по трем измерениям вычислить среднее значение.

Значения длин волн двух стандартных пиков дейтериевой лампы равны 656,1 нм и 486,0 нм.

Вычислите разность между средним значением длины волны по трем измерениям и стандартным значением соответствующего пика дейтериевой лампы. Максимальная из разностей является погрешностью установки длины волны.

Вычислите разность между максимальным и минимальным значением трех измерений для каждой из длин волн. Максимальная разность является воспроизводимостью установки длины волны.

1 Пример фотометрического измерения

Протестируем прибор для измерения величины поглощения витамина В1 на длине волны 400 нм.

Растворите витамин В1 в 10 мл дистиллированной воды, затем поместите в одну кювету этот раствор, а во вторую дистиллированную воду.

1. Включить прибор. Подождать 60 мин для прогрева и нажмите клавишу 1 для входа в фотометрический режим.
2. В соответствии с п. 7.3.2 «Установка параметров» установить рабочий режим «Погл., Б» длину волны 400 нм и коэффициент К, равный 1,000.
3. Перед началом измерений нажать клавишу «4» для выполнения корректировки темного тока. Затем нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в фотометрический режим.
4. Нажать «F3» для доступа к меню «Управление образцами» и произвести настройки в соответствии с п. 7.3.4. После установки нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в меню фотометрических измерений.
5. Измерение:

– если параметр «Кол-во кювет» имеет значение 1, сначала необходимо поместить кювету с нулевым раствором (дистиллированная вода) в держатель кювет, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «НОЛЬ» для установки нуля. Затем установить в держатель кювету с образцом и нажать клавишу «СТАРТ/СТОП» для выполнения измерения. Результаты измерения отобразятся в таблице результатов;

– если параметр «Кол-во кювет» имеет значение больше 1 и работа ведется в режиме без коррекции по нулевому раствору (параметр «Корр. по 0 пробе» установлен «нет»), то необходимо поместить кювету с нулевым раствором в ячейку №1, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «НОЛЬ» для установки нуля. Затем удалить нулевой раствор и разместить в держателе кюветы с образцами в соответствии с параметром «Кол-во кювет». Нажать кнопку «СТАРТ/СТОП». Измеренные результаты отобразятся в таблице результатов;

– если параметр «Кол-во кювет» имеет значение больше 1 и необходимо проводить коррекцию по нулевому раствору (параметр «Корр. по 0 пробе» установлен «Да»), нужно поместить кювету с нулевым раствором (дистиллированная вода) в ячейку №1, в других ячейках установить кюветы с образцом, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «СТАРТ/СТОП». Прибор автоматически рассчитает величину поглощения этих образцов с учетом нулевого раствора. Измеренные результаты отобразятся в таблице. Величина измеренного поглощения образца в кювете №1 (дистиллированная вода) должна быть равна нулю.

2 Пример спектрального измерения

Витамин В12 имеет характеристический пик поглощения на длине волны 361 нм.

Последовательность действий для получения спектра приведена ниже.

1. Растворить образец витамина В12 в дистиллированной воде. Затем поместить раствор В12 в одну кювету, а дистиллированную воду – в другую (бланк);
2. Включить прибор. После 10 мин прогрева нажать клавишу «2» для перехода в спектральный режим измерения.
3. Нажать клавишу «F1» для перехода в меню «Параметры».
4. Нажать клавишу «1», установив рабочий режим «Погл., Б».
5. Нажать клавишу «2», установив среднюю скорость сканирования.
6. Нажать клавишу «3» и выбрать шаг сканирования 1 нм.
7. Нажать клавишу «4» и в редакторе диапазона сканирования ввести от «220», нажав клавишу «Ввод», далее ввести «660», нажав клавишу «Ввод».
8. Нажать клавишу «5», ввести нижнюю границу оси ординат 0, нажав клавишу «Ввод», ввести верхнюю границу оси ординат 2, нажав клавишу «Ввод».

9. Для выполнения коррекции темнового тока нажать клавишу «7». Дождаться завершения процесса коррекции.

10. Нажать клавишу «ВОЗВРАТ» для возврата в меню спектральных измерений.

11. Поместить кювету с дистиллированной водой в рабочую ячейку, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «НОЛЬ» для выполнения коррекции базовой линии. В информационной области появится сообщение «Корр. базовой линии». Дождаться завершения процесса коррекции.

12. Вместо кюветы с дистиллированной водой установить кювету с образцом, закрыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу «СТАРТ/СТОП». Дождаться завершения снятия спектра.

13. Нажать «F2» для разметки пиков. Установить значение минимального пика, равное 0,1 % от шкалы.

14. Нажать клавишу «Ввод». Если введенное значение слишком велико и система пиков (впадин) не обнаружила, появится сообщение «Ошибка max/min значения». Задать меньшее значение и нажать «Ввод» (данное значение выбирается оператором для отбраковки малых пиков (впадин), более подробно см. п. 7.4.3 «Поиск пиков»);

15. Нажать «F4» для распечатки результатов сканирования, нажать клавишу «ВВОД» для начала печати.