

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

УТВЕРЖДАЮ



И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

«15» апреля 2019 г.

Кустыкова К. А.
Директор
03.10.2017

Государственная система обеспечения единства измерений

ДОЗАТОРЫ ПИПЕТОЧНЫЕ ИКА

Методика поверки

МП 2301-0181-2019

Руководитель лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы

А.Ф. Остривной

Научный сотрудник

В.И. Богданова

г. Санкт-Петербург
2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции и средства поверки	3
2	Требования безопасности.....	5
3	Условия поверки.....	5
4	Подготовка к поверке.....	5
5	Проведение поверки.....	6
	5.1 Внешний осмотр.....	6
	5.2 Опробование.....	6
	5.3 Определение метрологических характеристик.....	6
6	Оформление результатов поверки.....	8
	Приложение А Метрологические характеристики.....	9

Настоящая методика поверки распространяется на дозаторы пипеточные ИКА, изготовленные ИКА-Werke GmbH & Co. KG, Германия, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Дозаторы предназначены для дозирования жидкостей, динамическая вязкость которых не превышает $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па·с.

Интервал между поверками - 1 год.

Примечания:

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.
2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.
3. Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных автономных блоков из состава средства измерений для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства измерений с характеристиками, указанными в табл. 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Средства поверки и их технические характеристики	Обязательность проведения операции при первичной и периодической поверке
1. Внешний осмотр	5.1	-	да
2. Опробование	5.2	-	да

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Средства поверки и их технические характеристики	Обязательность проведения операции при первичной и периодической поверке
3.1 Определение значения систематической относительной погрешности	5.4	эталоны и средства измерений, заимствованные из других поверочных схем в соответствии с Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости по Приказу Росстандарта от 07 февраля 2018 г. № 256: весы неавтоматического действия с действительной ценой деления $d \leq 0,001$ мг для поверки дозаторов до 10 мкл включ.; с $d \leq 0,01$ мг для поверки дозаторов свыше 10 мкл до 100 мкл включ.; с $d \leq 0,1$ мг для поверки дозаторов св. 100 мкл до 10 мл включ. Среднее квадратическое отклонение (СКО) показаний весов не более $2d$;	да
3.2 Определение значения среднего квадратического отклонения (СКО) случайной относительной погрешности	5.5	термометр с диапазоном измерений температуры от 0 до плюс 30 °С, с погрешностью не более $\pm 0,2$ °С (регистрационный номер 68355-17); барометр с диапазоном измерений атмосферного давления от 80 до 160 кПа, с погрешностью не более $\pm 0,5$ кПа (регистрационный номер 46434-11); гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 0 до 90 %, с погрешностью не более 10 % (регистрационный номер 42453-09); вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72; стаканчик СВ 19/19 по ГОСТ 7148 (или другая посуда мерная лабораторная).	да

Примечания:

1. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.
2. Конструкция чашки весов (грузоприемной платформы) должна быть такова, чтобы испарения были незначительны (например, должен использоваться сосуд для взвешивания, или испарительная ловушка).
3. СКО показаний весов может приводиться в сертификате о калибровке весов. Если СКО показаний весов не известно, S , то его можно определить по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (L_i - \bar{L})^2}{n-1}}, \text{ где}$$

где L_i - i -ое показание весов,

i - порядковый номер измерения ($i = 1, 2, 3, \dots, 10$)

\bar{L} - среднее арифметическое значение показаний нагруженных весов.

n - количество измерений.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 Обслуживающий персонал, допущенный к работе с весами, используемым при поверке дозаторов, должен изучить Руководство по эксплуатации и знать правила работы с электрооборудованием напряжением до 1000 В.

2.2 Не допускается эксплуатировать весы, используемые при поверке дозаторов, в помещениях, где есть опасность взрыва от электрической искры.

2.3 Если весы, используемые при поверке дозаторов, подключаются к электросети через блок питания (адаптер), то сначала следует подсоединить блок питания (адаптер) к весам и после подключить его к электросети.

2.4 Запрещается при включенных весах, используемых при поверке дозаторов, присоединять (отсоединять) взвешивающий модуль к терминалу, а также присоединять (отсоединять) периферийные устройства к разъему интерфейса.

2.5 При проведении поверки должны соблюдаться правила, определяемые правилами безопасности при эксплуатации поверяемых средств измерений и используемых эталонных средств измерений, приведенных в эксплуатационной документации и нормативных документах, а также правилами технической эксплуатации и правил техники безопасности при работе на электроустановках.

2.6 Требования к квалификации поверителей

Специалисты, проводящие поверку, должны иметь высшее или среднее техническое образование и быть аттестованными в качестве поверителей в соответствующей области измерений, должны изучить правила работы с поверяемым средством измерений и обладать соответствующей квалификацией для работы с эталонным оборудованием.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха в помещении должна быть от плюс 18 до плюс 25 °С;
- атмосферное давление от 95,5 до 101,3 кПа;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 60 %;
- разница между температурой воздуха в помещении и температурой воды дистиллированной не более 0,5 °С;
- максимально допустимое изменение температуры за время проведения измерений не более 0,5 °С;
- максимально допустимое изменение влажности за время проведения измерений не более 5 %.

3.2 До начала испытаний дозаторы, посуда и дистиллированная должны быть выдержаны в помещении, где проводятся испытания, не менее 2 часов.

3.3 Место проведения поверки должно быть защищено от воздействия прямых солнечных лучей.

4 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены следующие операции:

- весы, используемые при поверке дозаторов, должны быть подготовлены (проведена юстировка при необходимости) согласно эксплуатационной документации;
- дозаторы должны быть подготовлены согласно эксплуатационной документации.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие дозаторов следующим требованиям:

- комплектность должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и неисправностей, мешающих нормальной работе;
- надписи и обозначения должны быть четкими и соответствовать эксплуатационной документации;
- наконечники должны быть ровные, отверстия для выдачи дозы не должно иметь облоя;
- у дозаторов переменного объема не должно быть случайной перестановки объема дозы.

5.2 Опробование

При проверке должны использоваться оригинальные наконечники изготовителя или наконечники, разрешенные изготовителем к применению.

При опробовании необходимо проверить работоспособность дозаторов в соответствии с эксплуатационной документацией.

5.3 Определение метрологических характеристик

Определение и расчет систематической относительной погрешности и СКО случайной относительной погрешности проводят: для дозаторов с фиксированным объемом доз при номинальном значении, для дозаторов с переменным объемом доз при номинальном значении, при 50 % от номинального и при 10 % от номинального значения объема доз.

Измерения начинают с наименьшего поверяемого объема для дозаторов с переменным объемом доз.

Определение выполняют гравиметрическим методом на дистиллированной воде, температура которой не должна отличаться от температуры окружающего воздуха более, чем на 0,5 °С.

5.3.1 Рекомендуется менять наконечник для каждого поверяемого значения дозы. Допустимо проводить поверку дозатора переменного объема для всех поверяемых значений объема доз с одним наконечником.

5.3.2 Перед проведением измерений дозаторов необходимо провести пятикратное увлажнение воздушного промежутка (забор и слив жидкости). Для дозаторов переменного объема пятикратное увлажнение воздушного промежутка выполняют при изменении поверяемого объема.

Если в наконечнике остается остаток жидкости, то наконечник меняют в любом случае.

При смене наконечника также выполняют пятикратное увлажнение нового наконечника.

5.3.3 Устанавливают стеклянный стаканчик с крышкой наполовину заполненный дистиллированной водой на стол рядом с весами.

5.3.4 Надевают наконечник на посадочный корпус дозатора и выполняют забор воды с целью формирования дозы данного объема. При заборе воды ось дозатора не должна отклоняться от вертикального положения более чем на угол, равный 10 °.

После всасывания воды и выдержки времени дозатор следует медленно и плавно, без рывков, не касаясь стенки сосуда, вертикально вытащить из водной среды.

Рекомендуемые значения глубины погружения и времени выдержки приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон объемов, мкл	Глубина погружения, мм	Время выдержки, с
от 0,1 до 1	от 1 до 2	1
свыше 1 до 100	от 2 до 3	1
свыше 100 до 1000	от 2 до 4	1
свыше 1000	от 3 до 6	3

При возврате поршня после дозирования наконечник дозатора не должен находиться слишком близко над сосудом для взвешивания или сосудом для хранения воды, чтобы исключить обратное всасывание остатка жидкости или влажного воздуха со стенки сосуда для

взвешивания.

Убедившись, что после выполнения первого цикла дозирования в течение 30 с не происходит истечение воды из наконечника, первую сформированную дозу сливают. Стаканчик (бюкс), в котором выполняют измерение массы дозы воды, предварительно должен быть смочен водой так, чтобы дно стаканчика (бюкса) полностью покрывала вода.

Повторно выполняют забор воды дозатором для формирования следующей дозы, выполняют операцию тарирования весов и сливают сформированную дозу в стаканчик или бюкс, установленный на грузоприемной платформе весов. Взвешивают сформированную дозу воды и фиксируют показания весов.

Операцию формирования дозы, определения ее массы повторяют не менее 10 раз.

5.3.5 Используя результаты взвешивания, определяют значение объема V_i для i -ой дозы для выбранного объема дозирования, (мкл) по формуле

$$V_i = M_i \cdot Z, \quad (1)$$

где M_i - масса i -ой дозы воды, сформированная каналом дозатора в точке диапазона, мг;

Z - коэффициент коррекции, мкл/мг (в соответствии с таблицей 3).

5.3.6 Используя результаты взвешивания, определяют среднее арифметическое объема дозы \bar{V} , (мкл) по формуле

$$\bar{V} = \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{10}, \quad (2)$$

5.3.7 Используя полученное значение \bar{V} , определяют значение систематической относительной погрешности дозаторов δ_o , (%) по формуле

$$\delta_o = \frac{\bar{V} - V_{НОМ}}{V_{НОМ}} \cdot 100, \quad (3)$$

где $V_{НОМ}$ - номинальное значение объема дозы, мкл.

5.3.8 СКО случайной относительной погрешности рассчитывают по формуле

$$S_o = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \frac{\sum_{i=1}^n (\bar{V} - V_i)^2}{\bar{V}}} \cdot 100. \quad (4)$$

Значения систематической относительной погрешности и СКО случайной относительной погрешности для поверяемого объема не должны превышать значений в соответствии с Приложением А.

Таблица 3 - Коэффициент коррекции Z (мкл/мг)

Температура воды, °С	Атмосферное давление кПа						
	80	85	90	95	100	101,3	105
18,0	1,0022	1,0023	1,0023	1,0024	1,0025	1,0025	1,0025
18,5	1,0023	1,0024	1,0024	1,0025	1,0025	1,0026	1,0026
19,0	1,0024	1,0025	1,0025	1,0026	1,0026	1,0027	1,0027
19,5	1,0025	1,0026	1,0026	1,0027	1,0027	1,0028	1,0028
20,0	1,0026	1,0027	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029
20,5	1,0027	1,0028	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0030
21,0	1,0028	1,0029	1,0029	1,0030	1,0031	1,0031	1,0031
21,5	1,0030	1,0030	1,0031	1,0031	1,0032	1,0032	1,0032
22,0	1,0031	1,0031	1,0032	1,0032	1,0033	1,0033	1,0033
22,5	1,0032	1,0032	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0034
23,0	1,0033	1,0033	1,0034	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036
23,5	1,0034	1,0035	1,0035	1,0036	1,0036	1,0036	1,0037
24,0	1,0035	1,0036	1,0036	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038
24,5	1,0037	1,0037	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0039
25,0	1,0038	1,0038	1,0039	1,0039	1,0040	1,0040	1,0040
25,5	1,0039	1,0040	1,0040	1,0041	1,0041	1,0041	1,0042

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки признают положительными при условии положительных результатов выполнения всех условий поверки.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке при первичной и периодической поверках.

6.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

6.3 На оборотной стороне свидетельстве могут быть указаны наибольшие по абсолютной величине значения метрологических характеристик, полученные при поверке.

6.4 В случае отрицательных результатов дозатор для применения не допускается и выдается извещение о непригодности. Выданное ранее свидетельство должно быть аннулировано.

**Приложение А
(обязательное)**

Метрологические характеристики дозаторов пипеточных ИКА

Таблица А.1 – Метрологические характеристики дозаторов с фиксированным объемом доз

Наименование характеристики	Значение характеристики для модификации дозатора				
	ИКА Pette 5 мкл	ИКА Pette 10 мкл	ИКА Pette 20 мкл	ИКА Pette 25 мкл	ИКА Pette 50 мкл
Номинальный объем дозы, мкл	5	10	20	25	50
Пределы допускаемой систематической погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	±1,2	±1,2	±1	±1	±0,7
абсолютной, мкл	±0,06	±0,12	±0,2	±0,25	±0,35
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	0,6	0,6	0,3	0,3	0,3
абсолютной, мкл	0,03	0,06	0,06	0,075	0,15

Таблица А.2 – Метрологические характеристики дозаторов с фиксированным объемом доз

Наименование характеристики	Значение характеристики для модификации дозатора				
	ИКА Pette 100 мкл	ИКА Pette 200 мкл	ИКА Pette 250 мкл	ИКА Pette 500 мкл	ИКА Pette 1000 мкл
Номинальный объем дозы, мкл	100	200	250	500	1000
Пределы допускаемой систематической погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	±0,6	±0,6	±0,6	±0,6	±0,6
абсолютной, мкл	±0,6	±1,2	±1,5	±3	±6
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
абсолютной, мкл	0,2	0,4	0,5	1,0	2,0

Таблица А.3 – Метрологические характеристики дозаторов с варьируемым объемом доз

Наименование характеристики	Значение характеристики для модификации дозатора				
	ИКА Pette 0,1-2 мкл	ИКА Pette 0,5-10 мкл	ИКА Pette 2-20 мкл	ИКА Pette 10-100 мкл	ИКА Pette 20-200 мкл
Номинальный объем дозы, мкл	2	10	20	100	200
Диапазон объемов дозирования, мкл	от 0,1 до 2	от 0,5 до 10	от 2 до 20	от 10 до 100	от 20 до 200
Дискретность установки, объема дозы, мкл	0,002	0,01	0,02	0,1	0,2
Пределы допускаемой систематической погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	±1,4	±1	±1	±0,8	±0,6
абсолютной, мкл	±0,028	±0,1	±0,2	±0,8	±1,2
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для номинального объема дозы:					
относительной, %	0,7	0,4	0,3	0,2	0,2
абсолютной, мкл	0,014	0,04	0,06	0,2	0,4
Пределы допускаемой систематической погрешности для объема дозы равного 50 % от номинального:					
относительной, %	±2,5	±1,5	±1,2	±1	±1
абсолютной, мкл	±0,025	±0,075	±0,12	±0,5	±1
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для объема дозы равного 50 % от номинального:					
относительной, %	1,5	0,8	0,6	0,3	0,3
абсолютной, мкл	0,015	0,04	0,06	0,15	0,3
Пределы допускаемой систематической погрешности для объема дозы равного 10 % от номинального:					
относительной, %	±12	±2,5	±5	±3	±2,5
абсолютной, мкл	±0,024	±0,025	±0,1	±0,3	±0,5
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для объема дозы равного 10 % от номинального:					
относительной, %	6	1,8	1,5	1	0,7
абсолютной, мкл	0,012	0,018	0,03	0,1	0,14

Таблица А.4 – Метрологические характеристики дозаторов с варьируемым объемом доз

Наименование характеристики	Значение характеристики для модификации дозатора		
	ИКА Pette 100-1000 мкл	ИКА Pette 0,5-5 мл	ИКА Pette 1-10 мл
Номинальный объем дозы, мкл	1000	5000	10000
Диапазон объемов дозирования, мкл	от 100 до 1000	от 500 до 5000	от 1000 до 10000
Дискретность установки, объема дозы, мкл	1	5	10
Пределы допускаемой систематической погрешности для номинального объема дозы: относительной, % абсолютной, мкл	$\pm 0,6$ ± 6	$\pm 0,6$ ± 30	$\pm 0,6$ ± 60
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для номинального объема дозы: относительной, % абсолютной, мкл	0,2 2	0,15 7,5	0,15 15
Пределы допускаемой систематической погрешности для объема дозы равного 50 % от номинального: относительной, % абсолютной, мкл	± 1 ± 5	$\pm 1,2$ ± 30	$\pm 0,8$ ± 40
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для объема дозы равного 50 % от номинального: относительной, % абсолютной, мкл	0,2 1	0,25 6,25	0,2 10
Пределы допускаемой систематической погрешности для объема дозы равного 10 % от номинального: относительной, % абсолютной, мкл	± 3 ± 3	$\pm 2,4$ ± 12	± 3 ± 30
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной погрешности для объема дозы равного 10 % от номинального: относительной, % абсолютной, мкл	0,6 0,6	0,6 3	0,6 6