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

Согласовано
И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
_____ А.Н. Пронин
«01» ноября 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ДОЗАТОРЫ ПИПЕТОЧНЫЕ DLAB

Методика поверки

МП 2301-0196-2021

И.о. руководителя лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы
_____ И.Ю. Шмигельский
Ведущий инженер
_____ В.И. Богданова

г. Санкт-Петербург
2021 г.

Содержание

1 Область применения..... 3
2 Нормативные ссылки..... 3
3 Метод поверки..... 3
4 Метод поверки..... 3
5 Требования безопасности..... 5
6 Условия поверки..... 5
7 Подготовка к поверке..... 5
8 Проведение поверки..... 6
8.1 Внешний осмотр 6
8.2 Опробование..... 6
8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения..... 6
8.4 Определение метрологических характеристик..... 7
9 Оформление результатов поверки..... 8
Приложение А (обязательное) Значение коэффициента коррекции..... 9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дозаторы пипеточные DLAB (далее - дозаторы), изготавливаемые DLAB SCIENTIFIC CO., LTD., Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Прослеживаемость при поверке дозаторов обеспечивается в соответствии Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости: к Государственному первичному эталону (далее – ГПЭ) единицы массы ГЭТ 3-2020; к ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34-2020; к ГПЭ единицы плотности ГЭТ 18-2014.

1.3 Поверка дозаторов выполняется методом косвенных измерений (гравиметрическим методом) при использовании весов, как средств измерений, заимствованных из других поверочных схем, в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости.

1.4 Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений.

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.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

Государственная поверочная схема для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденная Приказом Росстандарта от 07 февраля 2018 г. № 256.

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанными в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер раздела (пункта) МП, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1 Внешний осмотр	Да	Да	8
2 Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	9
3 Определение метрологических характеристик	Да	Да	10

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер раздела (пункта) МП, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
4. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении последовательных операций по пунктам 1, 2, 3 Таблицы 1 поверку прекращают. Оформляют извещение о непригодности. В случае получения последовательных положительных результатов по каждому пункту поверку продолжают.

4 Требования к условиям поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха в помещении должна быть от плюс 17 до плюс 23 °С;
- атмосферное давление от 80 до 105 кПа;
- относительная влажность воздуха от 45 % до 80 %.
- 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 1 °С;
- максимально допустимое изменение влажности за время проведения измерений не более 5 %.

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

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

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Специалисты, осуществляющие поверку, должны иметь высшее или среднее техническое образование, должны изучить правила работы с поверяемым средством измерений и обладать соответствующей квалификацией для работы с эталонным оборудованием.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 Перечень средств поверки представлен в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки[1]
п. 4 Требования к условиям проведения поверки (при определении метрологических характеристик)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 17 до 23 °С, с ценой деления не более 0,1 °С и погрешностью не более ±0,2 °С	Термогигрометры автономные ИВА-6, рег. № 82393–21
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 45 % до 80 % с погрешностью не более 10 %	
	Средства измерений атмосферно давления в диапазоне от 80 до 105 кПа с погрешностью не более ± 200 Па	
	Средства измерений температуры воды дистиллированной в диапазоне измерений от 17 до 23 °С, с ценой деления не более 0,1 °С и погрешностью не более ± 0,2 °С	Термометры лабораторные электронные ЛТ-300, рег. № 61806-15
п. 10 Определение метрологических характеристик	Весы неавтоматического действия с действительной ценой деления d≤0,001 мг для поверки дозаторов до 20 мкл; с d≤0,01 мг для поверки дозаторов от 20 мкл до 200 мкл; с d≤0,1 мг для поверки дозаторов от 200 мкл до 10 мл включ.	Весы специальные для поверки и калибровки объемных дозаторов MPS105S, рег. № 70739-18; Весы неавтоматического действия MCA, MCE, рег. № 79348-20
	Вода дистиллированная с удельной электрической проводимостью при 20 °С (25 °С) не более $5{,}1 \cdot 10^{-4}$ См/м.	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018

6.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

6.3 Конструкция чашки весов (грузоприемной платформы) должна быть такова, чтобы испарения были незначительны (например, может использоваться сосуд для взвешивания, или испарительная ловушка).

6.3.1 Дискретность и среднее квадратическое отклонение (СКО) весов неавтоматического действия должны соответствовать требованиям, приведённым в таблице:

Номинальное значение измеряемого объема (V)	Дискретность (d) весов, мг, не более	Среднего квадратическое отклонение (СКО) весов (S)*, мг
0,5 мкл ≤ V<20 мкл	0,001	0,006
20 мкл ≤ V<200 мкл	0,01	0,025
200 мкл ≤ V≤ 10 мл	0,1	0,2
*Данное значение S используют при поверке одноканальных дозаторов. При поверке многоканальных дозаторов S весов равно удвоенному значению для весов, используемых при поверке одноканальных дозаторов.		

6.3.2 СКО показаний весов может приводиться в сертификате о калибровке весов или в свидетельстве о поверке, если определение СКО предусмотрено методикой поверки весов. Если СКО показаний весов не известно, S, то его можно определить

по формуле:

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

где L_i- i -ое показание весов,

i -порядковый номер измерения (i =1, 2, 3,……10)

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

n - количество измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны соблюдаться правила безопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.003-91, а также правилами безопасности, определяемые при эксплуатации поверяемых средств измерений и используемых средств поверки, приведенных в эксплуатационной документации и нормативных документах, а также правилами технической эксплуатации и правил техники безопасности при работе на электроустановках, а также правила по охране труда, действующих на месте проведения поверки.

8 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.

9 Подготовка к поверке и опробование

9.1 При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены следующие операции:

9.1.1 Весы должны быть подготовлены (проведена юстировка при необходимости) согласно эксплуатационной документации.

9.1.2 Весы должны быть прогреты до начала поверки согласно эксплуатационной документации или не менее 1 часа.

9.1.3 Дозаторы должны быть подготовлены согласно эксплуатационной документации.

9.1.4 Перед поверкой дозаторы и дистиллированная должны быть выдержаны в помещении, где проводятся измерения, не менее 2 часов.

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

9.2 При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

9.2.1 Проверяют правильность работы механизма установки объема дозы путем последовательной установки дозы объема дозирования от наименьшего до наибольшего значения диапазона дозирования в соответствии с эксплуатационной документацией. При этом оценивают четкость переключения значений объемов доз и плавность прямого и обратного хода поршня (штока). Заедание поршня, нечеткость фиксации промежуточного упора и механизма дискретной установки дозы не допускается.

9.2.2 Проверяют герметичность механизма формирования доз дозаторов и их стыковки с наконечниками при наибольшем значении объема дозирования. В соответствии с эксплуатационным документом, в наконечник поверяемого дозатора набирают дозу дистиллированной воды и удерживают её в течении 30 с. Результат опробования считается положительным, если после выдержки в течение 30 с дозатора в вертикальном положении, не

происходит истечение жидкости из наконечника.

9.2.3 Проверяют работоспособность многоканального дозатора путем одновременного набора жидкости во все наконечники в соответствии с эксплуатационной документацией. При этом оценивают уровень воды во всех наконечниках, удерживая дозатор в вертикальном положении. Уровень воды должен быть одинаков при зрительном оценивании. При явном отклонении уровня воды в одном (или более) наконечниках от уровня остальных дозатор к поверке не допускается.

10 Определение метрологических характеристик

При поверке определяют систематическую составляющую основной относительной погрешности и СКО случайной составляющей основой относительной погрешности.

10.1 Значения объемов дозирования при поверке приведены в описании типа дозаторов пипеточных DLAB.

Для многоканальных дозаторов поверку выполняют для двух крайних каналов

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

Рекомендуется менять наконечник для каждого поверяемого значения дозы.

Если после сброса сформированной дозы наблюдаются капли на внутренней поверхности наконечника, наконечник меняют на сухой.

Допустимо проводить поверку дозатора с одним наконечником при условии отсутствия капель на внутренней поверхности наконечника после сброса дозы.

При наличии достаточного числа наконечников рекомендуется их меняют при каждом измерении.

10.1.1 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.

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

10.1.3 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 °С.

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 находится 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 в сосуд для взвешивания. Сосуд для взвешивания, в котором выполняют измерение массы дозы воды, предварительно должен быть смочен водой так, чтобы его дно полностью покрывала вода.

Повторно выполняют забор воды дозатором для формирования следующей дозы, выполняют операцию тарирования весов и сливают сформированную дозу в сосуд для взвешивания, установленный на чашке весов. Взвешивают сформированную дозу воды и фиксируют показания весов.

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

10.1.4 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).

10.1.5 Используя результаты взвешивания, определяют среднее арифметическое объема дозы $\overline{V}$, (мкл) по формуле

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

10.1.6 Используя полученное значение $\overline{V}$, определяют значение составляющей основной относительной систематической погрешности дозаторов δ_o, (%) по формуле

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

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

10.1.7 СКО случайной составляющей основой относительной погрешности рассчитывают по формуле

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

Значения систематической составляющей основной относительной погрешности и СКО случайной составляющей основой относительной погрешности для поверяемого объема не должны превышать значений, приведенных в описании типа.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Процедура обработки результатов измерений приведена в разделе 10 настоящей методики.

11.2 Дозатор признают соответствующим метрологическим требованиям, если полученные значения систематической составляющей основной относительной погрешности и СКО случайной составляющей основой относительной погрешности для поверяемого объема по п.10 настоящей методики соответствуют значениям, установленным в описании типа СИ, а также при условии положительных результатов выполнения всех условий поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты измерений записываются в соответствии с требованиями системы качества, аккредитованного на проведение поверки средств измерений юридического лица или индивидуального предпринимателя, выполняющего поверку.

12.2 Дозаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, признают годными к применению. При отрицательных результатах поверки дозаторы к применению не допускают.

12.3 Сведения о результатах поверки средства измерений в целях её подтверждения передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, в зависимости от результата поверки выдаётся свидетельство о поверке средства измерений или извещение о непригодности к применению средства измерений.

Приложение А

(обязательное)

Значение коэффициента коррекции *Z*

Таблица А.1- Значение коэффициента коррекции *Z*

Температура воды, °С	Атмосферное давление кПа						
	80	85	90	95	100	101,3	105
15,0	1,0017	1,0018	1,0019	1,0019	1,0020	1,0020	1,0020
15,5	1,0018	1,0019	1,0019	1,0020	1,0020	1,0020	1,0021
16,0	1,0019	1,0020	1,0020	1,0021	1,0021	1,0021	1,0022
16,5	1,0020	1,0020	1,0021	1,0021	1,0022	1,0022	1,0022
17,0	1,0021	1,0021	1,0022	1,0022	1,0023	1,0023	1,0023
17,5	1,0022	1,0022	1,0023	1,0023	1,0024	1,0024	1,0024
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
26,0	1,0040	1,0041	1,0041	1,0042	1,0042	1,0043	1,0043
26,5	1,0042	1,0042	1,0043	1,0043	1,0044	1,0044	1,0044
27,0	1,0043	1,0044	1,0044	1,0045	1,0045	1,0045	1,0046
27,5	1,0045	1,0045	1,0046	1,0046	1,0047	1,0047	1,0047
28,0	1,0046	1,0046	1,0047	1,0047	1,0048	1,0048	1,0048
28,5	1,0047	1,0048	1,0048	1,0049	1,0049	1,0050	1,0050
29,0	1,0049	1,0049	1,0050	1,0050	1,0051	1,0051	1,0051
29,5	1.0050	1.0051	1.0051	1.0052	1.0052	1.0052	1.0053
30,0	1,0052	1,0052	1,0053	1,0053	1,0054	1,0054	1,0054