

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



Согласовано
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
«06» июля 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

МИКРОШПРИЦЫ ЭТАЛОН

Методика поверки

МП 2301-0204-2022

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

г. Санкт-Петербург
2022 г.

Содержание

1 Общие положения	3
2 Нормативные ссылки.....	3
3 Перечень операций поверки средства измерений.....	3
4 Требования к условиям поверки.....	4
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	4
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	4
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр.....	6
9 Подготовка к поверке и опробование.....	6
10 Определение метрологических характеристик.....	7
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требова- ниям.....	8
12 Оформление результатов поверки.....	8
Приложение А (обязательное) Значение коэффициента коррекции.....	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на микрошприцы ЭТАЛОН (далее - микрошприцы), изготавливаемые ООО «ЛабМетролоджи», г. Москва, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Прослеживаемость при поверке микрошприцев 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 микрошприцев 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 15 до плюс 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 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 микрошприцы, 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 $\pm 0,2$ °С	Термогигрометры автономные ИВА-6, рег. № 82393-21
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 45 % до 80 % с погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 105 кПа с погрешностью не более ± 200 Па	
п. 9 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений избыточного давления газовых сред диапазоне измерений от 0 до 2,5 кгс/см ² (не менее)	Манометр показывающий МТП-1, рег. № 3087-80
	Средства измерений промежутков времени в секундах	Секундомер двухстрелочный 60-секундный, рег. № 2102-65
п. 10 Определение метрологических характеристик	Весы неавтоматического действия с действительной ценой деления $d \leq 0,001$ мг для поверки микрошприцев до 20 мкл; с $d \leq 0,01$ мг для поверки микрошприцев от 20 мкл до 200 мкл; с $d \leq 0,1$ мг для поверки микрошприцев от 200 мкл до 10 мл включ.	Весы специальные для поверки и калибровки объемных микрошприцев 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
	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 $\pm 0,2$ °С	Термометры лабораторные электронные ЛТ-300, рег. № 61806-15

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

Конструкция чашки весов (грузоприемной платформы) и сосуда для взвешивания должны быть таковы, чтобы испарения были незначительны (например, может использоваться сосуд для взвешивания с крышкой, испарительная ловушка). Сосуд для взвешивания должен иметь пробку или крышку с входным отверстием для ввода измеряемой дозы. Сосуд для взвешивания может быть заполнен на две трети фильтровальной бумагой, поролоном или ватой. В качестве сосудов можно использовать виалы из стекла с крышками с отверстиями и мембранами (септами). Если при взвешивании не используют заполнение сосуда фильтрованной бумагой, поролоном или ватой, то сосуд предварительно должен быть смочен водой так, чтобы его дно полностью покрывала вода, а стенки примерно на две трети высоты сосуда оставались сухими.

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
$0,5 \text{ мкл} \leq V < 20 \text{ мкл}$	0,001	0,006
$20 \text{ мкл} \leq V < 200 \text{ мкл}$	0,01	0,025
$200 \text{ мкл} \leq V \leq 10 \text{ мл}$	0,1	0,2

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:

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

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.

6.4 Для проверки герметичности используют устройство, которое представляет из себя баллон с жатым азотом с присоединенным к нему редуктором, на котором находится манометр. К выходному штуцеру редуктора присоединяют армированный шланг длиной примерно около 1 м, выдерживающий давление не менее 1 Мпа, к другому концу которого присоединена специальная втулка с каналом для ввода иглы.

6.5 Сосуд для проверки герметичности должен иметь такую вместимость, чтобы поверяемый микрошприц, подсоединенный к линии азота, мог полностью поместиться в неё с выдвинутым шток-поршнем.

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 микрошприцев следующим требованиям:

- комплектность должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации;
- наружные поверхности микрошприцев не должны иметь повреждений, поверхности должны быть ровные, гладкие, без царапин, сколов и других механических повреждений;
- отсутствие погнутости иглы и шток-поршня;
- надписи и обозначения должны быть четкими и соответствовать эксплуатационной документации.

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 Микрошприцы должны быть подготовлены согласно эксплуатационной документации.

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

9.2 При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

9.2.1 Проверка плавности хода поршня.

Поршень должен ходить в пределах шкалы плавно, без заеданий.

9.2.2 Проверка работоспособности микрошприца.

Отбирают максимальный объем дистиллированной воды (далее – вода). Располагают конец иглы микрошприца над сосудом для отбора воды и вводят поршень для до упора для слива доза. В зависимости от объема взятая доза должна выйти из микрошприца или повиснуть каплей на конце иглы.

9.2.3 Проверка герметичности микрошприцев при избыточном давлении

Для проверки герметичности необходимо смочить стеклянный баллон микрошприца дистиллированной водой путем многократного прокачивания поршнем. Отобрать максимальный объем пробы и ввести конец иглы в линию газа (азота) с давлением $(0,2 \pm 0,01)$ МПа $[(2,0 \pm 0,1)$ кгс/см²]. Опустить микрошприц в ванну с дистиллированной водой. Не допускается появление регулярных пузырьков газа из любых мест микрошприца в течение 20 секунд. В случае появления пузырьков газа при испытательном давлении $(0,2 \pm 0,01)$ Мпа необходимо вынуть иглу микрошприца из линии газа и повторить операцию смачивания. При повторном появлении пузырьков газа микрошприц бракуется.

Микрошприц считают прошедшем опробование, если в течение 20 с отсутствуют регулярные пузырьки газа из любых мест микрошприца.

10 Определение метрологических характеристик

При поверке определяют относительную систематическую погрешность и относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) случайной погрешности.

10.1 Определение относительной систематической погрешности и относительного СКО случайной погрешности выполняют: при максимальном и минимальном значении диапазона дозирования.

10.1.1 Перед проведением измерений необходимо провести трех-пятикратное прокачивание жидкости для устранения пузырьков воздуха в баллоне микрошприца.

10.1.2 Устанавливают ёмкость с дистиллированной водой, из которой будет осуществляться отбор доз, на стол рядом с весами.

10.1.3 Весы обнуляют.

10.1.4 На чашку весов помещают сосуд для взвешивания дозы и выполняют его тарирование.

10.1.5 Сосуд снимают с чашки весов.

10.1.6 Из ёмкости с дистиллированной водой микрошприцем отбирают дозу, равную минимальному значению диапазона дозирования. При этом плавно заполняют объем микрошприца, установив срез поршня на нужном делении шкалы. Удаляют с наружной поверхности иглы следы воды фильтровальной бумагой, не допуская прикосновения к среде иглы.

10.1.7 Через отверстие в крышке вводят отобранную дозу в сосуд для взвешивания, касаясь кончиком иглы фильтрованной бумаги (поролон или ваты), помещенной в сосуд. При отсутствии в сосуде фильтровальной бумаги (поролон, ваты) дозу в сосуд вводят, касаясь срезом иглы сухой внутренней стенки сосуда.

10.1.8 Сосуд для взвешивания с отобранной дозой помещают на чашку весов и записывают показание.

10.1.9 Сосуд снимают с чашки весов.

10.1.10 Операцию формирования дозы, определения ее массы по п.10.1.3 – 10.1.9 повторяют не менее 10 раз.

10.1.11 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 А.1 Приложения А).

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

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

10.1.13 Используя полученное значение $\bar{V}$, определяют значение относительной систематической погрешности микрошприцев δ_o , (%) по формуле

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

где V - проверяемое значение объема дозы, мкл.

10.1.14 Относительное СКО случайной погрешности рассчитывают по формуле

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

Значения относительной систематической погрешности и относительное СКО случайной погрешности для проверяемого 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 Микрошприц признают соответствующим метрологическим требованиям, если полученные значения относительной систематической погрешности и относительное СКО случайной относительной погрешности для проверяемого объема по п.10 настоящей методики соответствуют значениям, установленным в описании типа СИ, а также при условии положительных результатов выполнения всех операций 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 Микрошприцы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, признают годными к применению. При отрицательных результатах поверки микрошприцы 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