

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



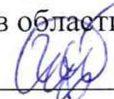
Государственная система обеспечения единства измерений

ДОЗАТОРЫ ПИПЕТОЧНЫЕ STEGLER


Методика поверки

МП 2301-0212-2024

Руководитель лаборатории госэталонов
в области измерения массы и силы

 И.Ю. Шмигельский

Заместитель руководителя лаборатории

 В.И. Богданова

г. Санкт-Петербург
2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на дозаторы пипеточные Stegler (далее — дозаторы), изготавливаемые TOPSCIEN INSTRUMENT (NINGBO CHINA) CO., LTD, Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

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, утвержденной Приказом Росстандарта от 26 сентября 2022 г. № 2356: к Государственному первичному эталону (далее – ГПЭ) единицы массы-килограмма 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.

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 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные 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 средства измерений	Да	Да	7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
3 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9

2.2 Последовательность проведения операций поверки обязательна.

2.3 Если при проведении той или иной операции получают отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается, дозатор признают непригодным.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия (нормальные условия измерений):

- температура воздуха в помещении должна быть от плюс 17 °С до плюс 23 °С;
- 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 %.

3.2 Перед проведением процедур по определению метрологических характеристик, посуда и дистиллированная должны быть выдержаны в помещении, где проводятся измерения, не менее 2 часов.

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

4 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.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Перечень средств поверки представлен в таблице 2.

5.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

5.3 Конструкция чашки весов (грузоприемной платформы), сосуда (стаканчик, бюкс и т.п.) для взвешивания должны быть таковы, чтобы испарения были незначительны (например, может использоваться сосуд для взвешивания с крышкой или испарительная ловушка). При измерении малых доз (например, до 50 мкл) стеклянный сосуд для взвешивания может быть заполнен на примерно две трети фильтровальной бумагой, поролоном или ватой. Если при взвешивании не используют заполнение сосуда фильтрованной бумагой, поролоном или ватой, то сосуд, в котором выполняют измерение массы дозы воды, предварительно должен быть смочен водой так, чтобы его дно полностью покрывала вода.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Контроль условий проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 20 °С до 25 °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 2 %	
	Средства измерений температуры воды дистиллированной в диапазоне измерений от 20 °С до 25 °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. 9 Определение метрологических характеристик	Рабочий эталон единицы массы 5-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04 июля 2022 г. № 1622: весы неавтоматического действия	Весы специальные для поверки и калибровки объемных дозаторов MPS, рег. № 70739-18; весы лабораторные ВЛА, рег. № 73040-18
	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
	Вспомогательные средства: устройство с возможностью измерения интервалов времени в секундах	Секундомер механический однострелочный СО, рег. № 83109-21; часы; секундомер (таймер), встроенный в мобильный телефон

5.4 Дискретность и среднее квадратическое отклонение (СКО) весов неавтоматического действия, приведённых в таблице 2, должны соответствовать требованиям, приведённым в таблице 3.

Таблица 3

Номинальное значение объема ¹⁾ (V)	Дискретность (d) весов, мг, не более	Среднего квадратическое отклонение (СКО) весов (S) ²⁾ , мг
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
¹⁾ Для дозаторов переменного объема номинальный объем — это максимально возможный объем, указанный производителем. Например, дозатор с диапазоном объема от 10 мкл до 100 мкл имеет номинальный объем 100 мкл. ²⁾ Данное значение S используют при проверке одноканальных дозаторов. При проверке многоканальных дозаторов S весов равно удвоенному значению для весов, используемых при проверке одноканальных дозаторов.		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

7 Внешний осмотр средства измерений

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие дозаторов следующим требованиям:

- внешний вид, комплектность и маркировка должны соответствовать описанию типа и эксплуатационной документации на поверяемое средство измерений;
- отсутствие механических повреждений и неисправностей, влияющих на его работоспособность;
- наконечники должны быть ровные и чистые, отверстие для выдачи дозы не должно иметь облоя;
- у дозаторов переменного объема не должно быть случайной перестановки объема дозы.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

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

8.1.1 Выполняют контроль условий проведения поверки на соответствие п.3 настоящей методики при использовании средств поверки в соответствии с п. 5 методики.

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

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

8.1.4 Дозаторы должны быть подготовлены согласно эксплуатационной документации.

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

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

8.2 При опробовании должны быть выполнены следующие операции:

8.2.1 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.

8.2.2 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 течение примерно 30 с. Результат опробования считается положительным, если после выдержки дозатора в вертикальном положении, не происходит истечение жидкости из наконечника.

8.2.3 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 визуальном контроле. При явном отклонении уровня воды в одном (или более) наконечниках от уровня остальных дозатор к поверке не допускается.

9 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

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

9.1 Значения объемов дозирования при поверке приведены в описании типа дозаторов.

Для многоканальных дозаторов поверку выполняют для двух крайних каналов.

Измерения начинают с наименьшего поверяемого объема для дозаторов с варьируемым 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. В этом случае результат взвешивания в расчете не используют, измерение выполняют ещё раз с новым наконечником.

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 менять при каждом измерении.

9.1.1 Перед проведением измерений дозаторов необходимо не менее пяти раз выполнить увлажнение воздушного промежутка (забор и слив жидкости). Для дозаторов переменного объема увлажнение воздушного промежутка выполняют при изменении поверяемого объема.

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

9.1.3 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.

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 (оценивается визуально) и времени выдержки (ориентировочное) приведены в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон объемов, мкл	Глубина погружения, мм	Время выдержки, с
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 не происходит истечение воды из наконечника, первую сформированную дозу сливают в ёмкость. При необходимости операцию слива повторяют до 5-10 раз.

9.1.4 Весы обнуляют.

9.1.5 Сосуд для взвешивания помещают на чашку весов. Повторно выполняют забор воды дозатором из ёмкости для формирования дозы. Выполняют операцию тарирования весов и сливают сформированную дозу в сосуд, установленный на чашке весов. Взвешивают сформированную дозу воды и фиксируют показания весов.

9.1.6 Операцию формирования дозы, определения ее массы повторяют 10 раз.

Примечание — В зависимости от эргономики работы сосуд для взвешивания оставляют на чашке весов или снимают для слива сформированной дозы.

9.1.7 Используя результаты взвешивания, вычисляют значение объема V_i , мкл, для i -ой дозы выбранного объема дозирования, 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).

9.1.8 Среднее арифметическое значение объема дозы \bar{V} , мкл, вычисляют по формуле

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

9.1.9 Значение систематической составляющей основной относительной погрешности дозаторов δ_o , %, вычисляют по формуле

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

где V - проверяемое значение объема дозы, мкл.

9.1.10 Значение случайной составляющей основной относительной погрешности S_o , %, вычисляют по формуле

$$S_o = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{10} (\bar{V} - V_i)^2}}{\bar{V}} \cdot 100. \quad (4)$$

Аналогично выполняют расчеты для всех значений объемов дозирования, проверяемых при поверке, по формулам 1–4.

Значения систематической составляющей основной относительной погрешности и случайной составляющей основной относительной погрешности для проверяемого объема не должны превышать значений, приведенных в Приложении Б настоящей методики.

9.2 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Дозатор признают соответствующим метрологическим требованиям, если полученные значения систематической составляющей основной относительной погрешности и случайной составляющей основной относительной погрешности для проверяемого объема соответствуют значениям, установленным при утверждении типа проверяемого средства измерений, приведённым в Приложении Б настоящей методики, а также при условии положительных результатов выполнения всех операций поверки.

10 Оформление результатов поверки

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

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

10.3 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

Приложение Б
(обязательное)

Метрологические характеристики дозаторов пипеточных Stegler

В таблицах Б.1, Б.2 и Б.3 применяются следующие сокращения наименований:

- 1) Пределы допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности – далее в таблицах «Погрешность»;
- 2) Предел допускаемого среднего квадратического отклонения случайной составляющей основной относительной погрешности - далее в таблицах «СКО».

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики дозаторов 1-канальных с фиксированным объемом доз

Обозначение модификации дозатора	Номинальное значение объема дозирования, мкл	Дискретность установки объема дозы, мкл	Значения объемов дозирования при поверке, мкл	Погрешность, %	СКО, %
SF-1-5 SFA-1-5	5	-	5	±2,5	1,5
SF-1-10 SFA-1-10	10	-	10	±1,2	0,8
SF-1-20 SFA-1-20	20	-	20	±1,0	0,5
SF-1-25 SFA-1-25	25	-	25	±1,0	0,5
SF-1-50 SFA-1-50	50	-	50	±1,0	0,5
SF-1-100 SFA-1-100	100	-	100	±0,8	0,3
SF-1-200 SFA-1-200	200	-	200	±0,8	0,3
SF-1-250 SFA-1-250	250	-	250	±0,8	0,3
SF-1-500 SFA-1-500	500	-	500	±0,8	0,3
SF-1-1000 SFA-1-1000	1000	-	1000	±0,8	0,3

Примечание - Метрологические характеристики дозаторов подтверждены при использовании дистиллированной воды по ГОСТ Р 58144-2018.

Таблица Б.2 – Метрологические характеристики дозаторов 1-канальных с переменным объемом доз

Обозначение модификации дозатора	Диапазон показаний объемов дозирования, мкл	Дискретность установки объема дозы, мкл	Значения объемов дозирования при поверке, мкл	Погрешность, %	СКО, %
SV-1-0,1-1 SVA-1-0,1-1	от 0,1 до 1,0	0,05	0,25 0,50 0,75	±50 ±10 ±10	30 6 6
SV-1-0,5-10 SVA-1-0,5-10	от 0,5 до 10	0,1	1 5 10	±12,0 ±2,4 ±1,2	8,0 1,6 0,8
SV-1-2-20 SVA-1-2-20	от 2 до 20	0,5	2 10 20	±10 ±2 ±1	5,0 1,0 0,5
SV-1-5-50 SVA-1-5-50	от 5 до 50	0,5	5 25 50	±10 ±2 ±1	4,0 0,8 0,4
SV-1-10-100 SVA-1-10-100	от 10 до 100	1	10 50 100	±8,0 ±1,6 ±0,8	3,0 0,6 0,3
SV-1-20-200 SVA-1-20-200	от 20 до 200	1	20 100 200	±8,0 ±1,6 ±0,8	3,0 0,6 0,3
SV-1-100-1000 SVA-1-100-1000	от 100 до 1000	5	100 500 1000	±8,0 ±1,6 ±0,8	3,0 0,6 0,3
SV-1-500-5000 SVA-1-500-5000	от 500 до 5000	50	500 2500 5000	±4,0 ±1,6 ±0,8	1,5 0,6 0,3
SV-1-1000-10000 SVA-1-1000-10000	от 1000 до 10000	50	1000 5000 10000	±4,0 ±1,6 ±0,8	1,5 0,6 0,3

Примечание - Метрологические характеристики дозаторов подтверждены при использовании дистиллированной воды по ГОСТ Р 58144-2018.

Таблица Б.3 – Метрологические характеристики дозаторов 8-канальных и 12-канальных с переменным объемом доз

Обозначение модификации дозатора	Диапазон показаний объемов дозирования, мкл	Дискретность установки объема дозы, мкл	Значения объемов дозирования при поверке, мкл	Погрешность, %	СКО, %
MVA-8-0,5-10 MVA-12-0,5-10	от 0,5 до 10	0,1	1 5 10	$\pm 24,0$ $\pm 4,8$ $\pm 2,4$	1,6 3,2 16,0
MVA-8-5-50 MVA-12-5-50	от 5 до 50	0,5	5 25 50	± 20 ± 4 ± 2	8,0 1,6 0,8
MVA-8-10-100 MVA-12-10-100	от 10 до 100	5	10 50 100	$\pm 16,0$ $\pm 5,3$ $\pm 2,7$	6 2 1
MVA-8-20-200 MVA-12-20-200	от 20 до 200	5	20 100 200	$\pm 16,0$ $\pm 5,3$ $\pm 2,7$	6 2 1
MVA-8-30-300 MVA-12-30-300	от 30 до 300	5	30 150 300	$\pm 16,0$ $\pm 5,3$ $\pm 2,7$	6 2 1

Примечание - Метрологические характеристики дозаторов подтверждены при использовании дистиллированной воды по ГОСТ Р 58144-2018.