

Physikalisch- Technische Bundesanstalt



**Методическая
инструкция
DKD-R 8-2**

**Калибровка диспенсеров
многократного дозирования**

Выпуск 08/2019

<https://doi.org/10.7795/550.20180201RU>



	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	2 / 22

Немецкая служба калибровки – Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Со дня основания в 1977 году Немецкая служба калибровки DKD объединяет калибровочные лаборатории промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, технических учреждений и контрольно-испытательных организаций. 3 мая 2011 года DKD была создана заново как *технический орган* Национального метрологического института Германии (Physikalisch-Technische Bundesanstalt – PTB) и аккредитованных лабораторий.

Этот орган носит название "*Немецкая служба калибровки*" ("*Deutscher Kalibrierdienst*" – DKD) и осуществляет свою деятельность под руководством PTB. Методические инструкции и рекомендации, разработанные DKD, отражают актуальный уровень технического развития в соответствующей области и предоставляются Немецкому органу по аккредитации (DAkkS – Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH) для проведения аккредитации калибровочных лабораторий.

DAkkS как правопреемник DKD аккредитует и контролирует аккредитованные калибровочные лаборатории, которые осуществляют калибровку средств измерений и мер для установленных при аккредитации величин и диапазонов измерения. Выдаваемые ими сертификаты калибровки являются подтверждением прослеживаемости к национальным эталонам, которое требуется согласно стандартам серии DIN EN ISO 9000 и DIN EN ISO/IEC 17025.

Контакт:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)
DKD-Geschäftsstelle
Bundesallee 100 38116 Braunschweig

Абонентский ящик 38023 Braunschweig
Postfach 33 45 +49 531 592-8021
Телефон секретариата:
Интернет: www.dkd.eu

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	3 / 22

Рекомендация для цитирования при указании источника:

Методическая инструкция DKD-R 8-2 Калибровка диспенсеров многократного дозирования, выпуск 08/2019, редакция 0, Национальный метрологический институт Германии, Брауншвейг и Берлин.

DOI: 10.7795/10.7795/550.20180201RU

(Richtlinie DKD-R 8-2 Kalibrierung von Mehrfachdispensern, Ausgabe 01/2018, Revision 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin.

DOI: 10.7795/550.20180201)

Документ, включая все его части, защищён авторскими правами и подлежит пользовательской лицензии Creative Commons CC by-nc-nd 3.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). В этой связи „некоммерческое использование“ (NC) обозначает, что этот документ запрещено распространять в целях извлечения прибыли, или же делать его достоянием общественности. Разрешается и рекомендуется использовать документ в целях промышленного применения в лабораториях.



Авторы: Члены Технического подкомитета DKD *Объём / плотность*.

Выпущена Национальным метрологическим институтом Германии (PTB) для Немецкой службы калибровки (DKD) и является результатом совместной работы PTB и Технического комитета DKD *Химические величины и свойства материалов / Технического подкомитета DKD *Объём и плотность**.

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	4 / 22

Предисловие

Методические инструкции DKD – это прикладные документы к требованиям стандарта DIN EN ISO/IEC 17025. В методических инструкциях описываются технические, технологические и организационные процессы, которые служат образцом для определения внутренних процедур и регламентов в аккредитованных калибровочных лабораториях. Методические инструкции DKD могут быть включены в руководства по менеджменту качества калибровочных лабораторий. Имплементация методических инструкций способствует унификации при обращении с калибруемыми приборами в различных калибровочных лабораториях и повышает стабильность и контролируемость работы калибровочных лабораторий.

Методические инструкции DKD не должны тормозить дальнейшее развитие методов и процессов калибровки. По согласованию с органом аккредитации допускаются отклонения от методических инструкций и внедрение новых процедур, если на это есть технически обоснованные причины.

Настоящая методическая инструкция была разработана Техническим комитетом *Химические величины и свойства материалов* / Техническим подкомитетом *Объём и плотность* в сотрудничестве с РТВ и аккредитованными калибровочными лабораториями.

При подготовке этой методической инструкции было проведено два пилотных исследования в виде круговых сличений. Целью первого пилотного исследования (*Кругового сличения по калибровке ручных диспенсеров (работающих по принципу прямого вытеснения), номер документа V/0006/12*) было создание объемной базы данных; оно охватывало измерения аккредитованных лабораторий с двумя механическими диспенсерами многократного дозирования и с двумя электронными. В последующем круговом сличении (*Круговое сличение по калибровке ручных диспенсеров (работающих по принципу прямого вытеснения), Часть 2 / Центральный вопрос: смена наконечников, номер документа V/0012/14*) были проведены измерения с теми же объектами калибровки с целью анализа влияния смены наконечников.

Настоящая методическая инструкция была составлена в рамках работы Технического комитета *Химические величины и свойства материалов* и одобрена правлением DKD.

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	5 / 22

Содержание

Предисловие.....	4
1. Цель и область применения	6
2. Условные обозначения	7
2.1 Сокращения и обозначения в формулах	7
2.2 Единицы измерения	8
3. Определения терминов.....	8
4. Цель калибровки	9
5. Общие требования к калибруемости диспенсеров многократного дозирования	9
5.1 Требования стандарта DIN EN ISO 8655	10
5.2 Требования из информации производителей о продукте.....	10
5.3 Требования из опыта калибровочной деятельности.....	10
6. Условия окружающей среды.....	11
7. Процедура калибровки.....	12
7.1 Объекты калибровки	12
7.2 Принадлежности для дозирования.....	12
7.3 Дополнительные указания по калибровке (в дополнение к стандарту DIN EN ISO 8655-6).....	12
8. Неопределённость измерений.....	13
8.1 Общие положения	14
8.2 Вклады в неопределённость от весов.....	15
8.3 Вклады в неопределённость от температуры / плотности воды	16
8.4 Вклады в неопределённость от температуры и относительной влажности воздуха	16
8.5 Вклад в неопределённость от давления воздуха	16
8.6 Системные воздействия	17
8.7 Повторяемость значений	18
8.8 Обращение с прибором / прибор.....	18
8.9 Бюджеты неопределённости	19
9 Список литературы.....	19
Приложение А Механический диспенсер с наконечником 5 мл.....	20
Приложение В Моторизованный диспенсер с наконечником 5 мл.....	21

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	6 / 22

1. Цель и область применения

Настоящая методическая инструкция устанавливает минимальные требования к процедуре калибровки, включая учёт специфических воздействий и вкладов в неопределённость измерений при калибровке диспенсеров многократного дозирования.

Она предназначена для:

- диспенсеров многократного дозирования, работающих по принципу прямого вытеснения (моторизованных и немоторизованных)

Настоящая методическая инструкция не предназначена для поршневых пипеток с функцией диспенсера.

Другие действующие стандарты и регламенты

DIN EN ISO 8655 части 1, 5, 6	Volumenmessgeräte mit Hubkolben Устройства мерные, приводимые в действие поршнем
ISO/TR 20461	Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method, November 2000 / Technical Corrigendum 1, December 2008 Определение погрешности при измерениях объёма с применением гравиметрического метода, ноябрь 2000 г. / Техническая поправка 1, декабрь 2008 г.
JCGM 100: 2008	Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, September 2008 Оценивание данных измерений. Руководство по выражению неопределённости измерения, сентябрь 2008 г.
EURAMET cg-18	Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, Version 4.0 (11/2015) Руководство по калибровке неавтоматических весов, редакция 4.0, ноябрь 2015 г.
EURAMET cg-19	Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration, Version 2.1 (03/2012) Руководящие принципы по определению неопределённости в калибровке гравиметрического объёма, редакция 2.1, март 2012 г.
DIN ISO 3696	Wasser für analytische Zwecke, Anforderungen und Prüfungen, Juni 1991 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний, июнь 1991 г.
DAkks-DKD-3	Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, 1. Neuauflage 2010, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH Выражение погрешности измерений при калибровках, 1-е новое издание 2010 г., Немецкий орган по аккредитации Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	7 / 22

2. Условные обозначения

2.1 Сокращения и обозначения в формулах

Сокращения / обозначения	Пояснение
a_0 до a_4	Константы (температурная шкала МТШ-90) для расчёта плотности воды
c	Коэффициент чувствительности
CV	Случайная погрешность как коэффициент вариации, указанный в процентах
e_s	Систематическая погрешность
g	Ускорение свободного падения
i	Индекс отсчёта
k_1 до k_3	Константы (температурная шкала МТШ-90) для расчёта плотности воздуха
m	Масса контрольной жидкости, соответствующая разности показаний весов
m_E	Потери на испарение
n	Число отдельных измерений
p_L	Давление воздуха
s	Случайная погрешность
t_w	Температура контрольной жидкости в градусах Цельсия ($^{\circ}\text{C}$)
t_L	Температура воздуха во время взвешивания в градусах Цельсия $^{\circ}\text{C}$
t_{L0}	$273,15 \text{ K} = 0 \text{ }^{\circ}\text{C}$
t_M	Температура диспенсера многократного дозирования во время измерения в градусах Цельсия $^{\circ}\text{C}$
t_{M20}	Номинальная температура диспенсера многократного дозирования, равная $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$
u	Стандартная неопределённость измерений
U	Расширенная неопределённость измерений ($k = 2$)
V_0	Номинальный объём
V_S	Выбранный объём
V_{20}	Объём при номинальной температуре, равной $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Z	Поправочный коэффициент, описывающий взаимосвязь между массой, полученной при взвешивании, и объёмом
ρ_L	Плотность воздуха
ρ_w	Плотность воды, используемой в качестве контрольной жидкости
ρ_G	Плотность эталонных гирь, используемых для калибровки весов (соответствует 8000 кг/м^3)
ϕ	Относительная влажность воздуха
γ	Коэффициент объёмного расширения общей системы, состоящей из диспенсера и наконечника для диспенсера
TOL	Допустимые значения случайной погрешности измерений

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	8 / 22

2.2 Единицы измерения

Единицы	Пояснение
мкл	микролитр
мл	миллилитр
г	грамм
мг	миллиграмм
К	Кельвин
°С	градус Цельсия
гПа	гектопаскаль
г/см ³	грамм на кубический сантиметр
мкл/мг	микролитров на миллиграмм

3. Определения терминов

Сертификат калибровки:

Сертификаты калибровки отражают результаты выполненных калибровок, включая их неопределённость измерений. Термин "сертификат калибровки" в настоящей методической инструкции частично распространяется на следующие документы:

- сертификаты калибровки, выдаваемые калибровочными лабораториями, чьи органы аккредитации являются подписантами Соглашения о взаимном признании ILAC-MRA (см. www.ilac.org)
- сертификаты калибровки, выдаваемые Национальными метрологическими институтами, имеющими занесения в базу данных СМС (Приложение "С" СІРМ МРА, см. www.bipm.org).

Кроме того, ниже для информации приводятся термины, определения и описания из стандарта **DIN EN ISO 8655-1**¹.

Диспенсеры:

Диспенсеры служат для многократной подачи (дозирования) отмеренного объёма жидкости. Диспенсеры однократного дозирования осуществляют однократную выдачу дозы с одного хода наполнения. Диспенсеры многократного дозирования или приборы с пошаговым разрешением осуществляют многократную выдачу доз с одного хода наполнения.

Полезный диапазон объёма:

Полезный диапазон объёма мерного устройства переменного объёма – это частичный диапазон номинального объёма, в пределах которого может осуществляться дозирование с соблюдением установленных в международном стандарте ISO 8655 границ ошибки. Верхним пределом полезного объёма всегда является номинальный объём. При отсутствии иных данных от поставщика нижний предел составляет 10 % от номинального объёма.

¹ Прим. переводчика: данный перевод терминов из стандарта DIN EN ISO 8655-1 на русский язык является неофициальным.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	9 / 22

Выбранный объём:

Выбранный объём V_s мерного устройства переменного объёма – это объём, установленный пользователем для дозирования выбранного им объёма из имеющегося полезного объёма. У измерительных приборов с фиксированным объёмом выбранный объём соответствует номинальному объёму.

Дополнительно к стандарту ISO 8655 Технический подкомитет *Объём / плотность* Технического комитета DKD *Химические величины и свойства материалов* сформулировал следующее определение:

Номинальный объём:

По данным производителя объём наконечника является номинальным объёмом.

Проведение калибровки номинального объёма у диспенсеров с ручным приводом технически невозможно.

По этой причине за номинальный объём берётся максимально устанавливаемый объём, состоящий из объёма диспенсера и наконечника.

4. Цель калибровки

Калибровка диспенсеров многократного дозирования служит для определения отклонения дозированной объёма от выбранного контрольного объёма. Метрологическая достоверность, включая оценку неопределённости полученных результатов измерений, является решающей для реализации качественно важных метрологических критериев в медицинской и фармацевтической практике и т.д. При этом должна быть обеспечена метрологическая прослеживаемость к национальным или международным эталонам.

Примечание: по стандарту DIN EN ISO/IEC 17025:2005 требуется обеспечение сравнимости результатов калибровки путём национальных и международных круговых сличений / сравнительных измерений. Стандарт DIN EN ISO/IEC 17043:2010 составляет основу для их проведения.

5. Общие требования к калибруемости диспенсеров многократного дозирования

Общие требования к калибруемости диспенсеров многократного дозирования можно подразделить на три основные группы:

- требования стандарта DIN EN ISO 8655
- требования, вытекающие из информации производителей о продукте
- дополнительные требования, вытекающие из практического опыта

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	10 / 22

5.1 Требования стандарта DIN EN ISO 8655

При калибровках должны выполняться требования согласно части 1, части 5 и части 6 стандарта DIN EN ISO 8655, если в данную методическую инструкцию не будут внесены ограничения или уточнения.

5.2 Требования из информации производителей о продукте

Эти требования отличаются в зависимости от содержания и объёма информации о продукте у соответствующего производителя. К основным требованиям относятся:

- указания по применению, исключениям в использовании, уходу и очистке
- тип дозирующего устройства и данные о производителе
- указания по применению наконечников для диспенсера
- сведения о применяемых и применимых наконечниках для диспенсера с указанием соответствующих объемов
- спецификация производителя с допустимыми отклонениями случайной и систематической ошибки с учётом юстировки (внутренней / наружной) и номинальной температуры

5.3 Требования из опыта калибровочной деятельности

Требования из общепринятой практики касаются в основном непосредственной возможности применения диспенсера многократного дозирования. Сюда относятся, в частности:

- надписи на диспенсере многократного дозирования с указанием
 - серийного или другого однозначного идентификационного номера
 - производителя и типа
- маркировка используемых наконечников
- избежание повреждений внутри и снаружи, напр.
 - царапин, трещин
 - у немоторизованных диспенсеров многократного дозирования не должно быть случайной перестановки настроенного установочного колеса или отсчётного устройства
- контроль состояния зарядки аккумулятора, батарейки и функциональная способность датчика распознавать наконечники для диспенсера

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	11 / 22

- избежание попадания частиц загрязнений в посадочный конус диспенсера
- контроль герметичности системы согласно указаниям производителя

Требования к наконечникам для диспенсера или к дозирующей системе диспенсер - наконечник:

- использование оригинальных наконечников производителя или подходящих наконечников с подтверждением о технической совместимости
- возможны ограничения в распознавании наконечников других производителей
- контроль наконечников на повреждение и попадание частиц загрязнений
- стабильное положение наконечника в посадочном конусе диспенсера в соответствии с руководством по эксплуатации производителя

6. Условия окружающей среды

Для получения точных результатов измерений калибровку следует проводить при стабильных окружающих условиях.

Условия окружающей среды

- температура воздуха
- относительная влажность воздуха
- давление воздуха

оказывают влияние на

- технику взвешивания
- объект калибровки
- контрольную жидкость

и, тем самым, существенное влияние на результат калибровки объекта калибровки и соответствующего бюджета неопределённости измерений.

Соблюдение предписываемых условий окружающей среды путём кондиционирования воздуха является важной предпосылкой для калибровки. Калибровку следует выполнять после выравнивания температуры между калибруемым объектом и окружающей средой. Необходимо учесть, что время адаптации калибруемого объекта составляет не меньше 2 часов. Условия окружающей среды на момент калибровки должны регистрироваться.

Во время калибровки необходимо также наблюдать за изменениями условий окружающей среды и регистрировать их.

	<p>Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU</p>	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	12 / 22

7. Процедура калибровки

Калибровка калибруемых объектов осуществляется гравиметрическим методом в соответствии с DIN EN ISO 8655-6. При этом методе масса объёма жидкости определяется из значения на индикации взвешивающего устройства с учётом аэродинамической подъёмной силы и через плотность жидкости пересчитывается в объём. Таким образом, метрологическая прослеживаемость объёма осуществляется к единице массы в качестве эталона. Полноценная калибровка состоит из метрологической регистрации 10 измеренных значений на каждый контролируемый объём.

Измерительное оборудование – преимущественно аналитические весы. Минимальные требования к используемым весам устанавливаются стандартом ISO 8655-6.

7.1 Объекты калибровки

Существуют механические и моторизованные диспенсеры многократного дозирования. Наконечник для диспенсера, работающий по принципу прямого вытеснения, вставляется в диспенсер. Во многих диспенсерах распознавание наконечников осуществляется с помощью датчика. Количество максимально выдаваемого объёма зависит всегда от дозирующей системы диспенсер-наконечник. Большинство моторизованных диспенсеров позволяет выдавать весь суммарный объём, находящийся в наконечнике, за один раз.

7.2 Принадлежности для дозирования

Для дозирования объёма диспенсерами многократного дозирования используются наконечники для диспенсеров. Как правило, применяются неиспользованные наконечники.

Стандартные размеры наконечников варьируются от 0,1 мл до 50 мл.

Калибровка должна проводиться только с одним наконечником одного размера. Выбор осуществляется в соответствии с требованиями клиента. В случае отсутствия таковых, в соответствии с рекомендациями производителя.

7.3 Дополнительные указания по калибровке (в дополнение к стандарту DIN EN ISO 8655-6)

Первый шаг в серии измерений осуществляется всегда после полного заполнения наконечника. В зависимости от руководства по эксплуатации первый шаг отбраковывается. Последующие шаги осуществляются сразу вслед за ним без повторного заполнения наконечника. Только тогда, когда остаточного объёма наконечника будет недостаточно для выполнения следующего шага, снова осуществляется полное заполнение наконечника. Если после первого заполнения заметен большой пузырёк воздуха, то следует опорожнить наконечник и заполнить его

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	13 / 22

повторно. Маленький пузырёк воздуха обусловлен техническими причинами, блокировка остаточного хода препятствует его проникновению. Он не оказывает влияния на измеряемый объём.

Диспенсирование жидкости должно всегда осуществляться на внутреннюю стенку сосуда (также при браковке первого шага). При этом наконечник прикладывается под небольшим наклоном ($< 30^\circ$) к внутренней стенке сосуда.

8. Неопределённость измерений

Неопределённость измерений – это показатель, который приводится вместе с результатом измерений. Неопределённость определяется методом измерений и относится к результату измерений. Она характеризует диапазон значений, который по рациональным соображениям может быть приписан измеряемой величине в процессе измерений.

Расчёт неопределённости измерений всегда выполняется согласно международной директиве Объединённого комитета по руководствам в метрологии JCGM 100 „Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement“ (“Оценивание данных измерений. Руководство по выражению неопределённости измерения”) или по методической инструкции DAkKs-DKD-3.

Неопределённость измерений следует указывать в процентах.

Стандарт ISO/TR 20461 для определения неопределённости измерений гравиметрическим методом также используется при составлении бюджета неопределённости. Согласно ISO/TR 20461 объём для заданной температуры 20°C рассчитывается следующим образом:

$$V_{20} = \frac{m}{\rho_G} \cdot \frac{\rho_G - \rho_L}{\rho_W - \rho_L} \cdot [1 - \gamma(t_M - t_{M20})] \quad (1)$$

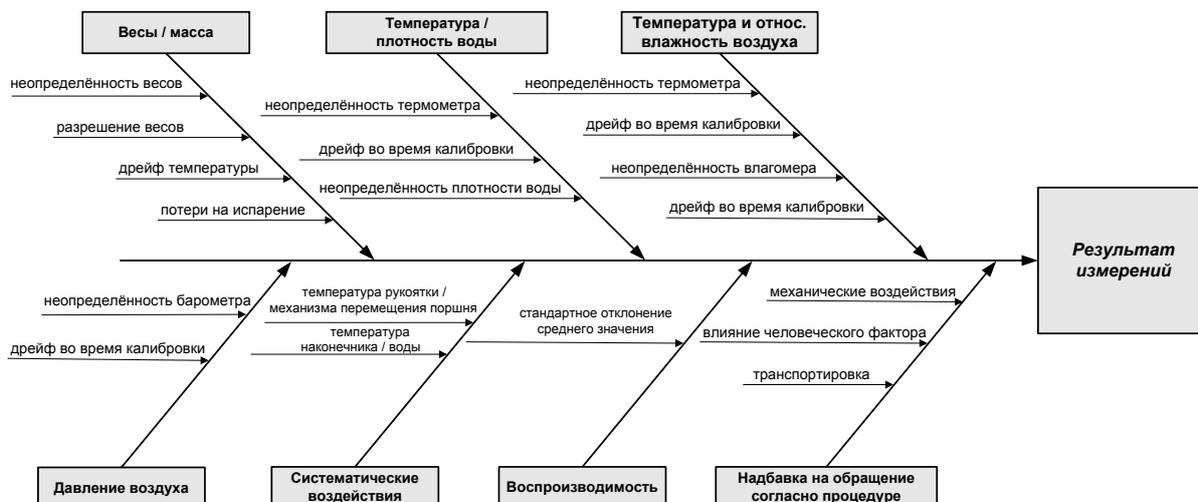
Далее, следует учитывать формулы расчёта плотности воды и плотности воздуха. Для стандартной неопределённости измерений получается следующее уравнение модели:

$$u^2(V_{20}) = \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m} \right)^2 \cdot u^2(m) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_w} \right)^2 \cdot u^2(t_w) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_L} \right)^2 \cdot u^2(t_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial p_L} \right)^2 \cdot u^2(p_L) + \dots \quad (2)$$

Расчет коэффициентов чувствительности в уравнении (2) приводится в стандарте ISO/TR 20461.

Подробное представление всех учитываемых в данной методической инструкции факторов влияния на неопределённость измерений приводится в следующей причинно-следственной диаграмме.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU		DKD-R 8-2	
			Выпуск:	08/2019
			Редакция:	0
			Страница:	14 / 22



Илл. 1: Иллюстрация учитываемых факторов влияния в оценке ожидаемого значения и неопределённости измерений при калибровке диспенсеров многократного дозирования

8.1 Общие положения

Аккредитованные бюджеты неопределённости для измеряемых величин и методы калибровки являются предпосылкой для обеспечения сравнимости результатов измерений на национальном и международном уровнях.

Составление бюджета неопределённости для гравиметрического метода калибровки включает в себя следующие этапы:

- оптимизацию и окончательный выбор метода калибровки
- установление конкретных окружающих условий
- метрологическую оценку различных объектов калибровки от различных производителей приборов
- учёт доли неопределённости, вносимой при обращении в рамках различных процедур

Доля неопределённости, вносимая при обращении в рамках различных процедур, зависит от особенностей конструкции (диспенсера многократного дозирования) и от оператора. Этот вклад в неопределённость измерений состоит из случайных и систематических компонентов.

Если отдельные воздействия на результат калибровки и его неопределённость не поддаются точному определению, то нужно оценить и учесть их максимально возможный вклад в неопределённость. Следует указать основание/источник для такой оценки.

Условия проведения измерений при калибровке необходимо описать как можно более полно, так как неопределённости измерений зависят также от условий применения.

При сличениях следует заранее установить условия проведения калибровки, чтобы обеспечить сравнимость результатов измерений.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	15 / 22

Описываемые ниже неопределённости являются основой для определения наименьшей выдаваемой неопределенности измерений, отображающейся в аттестате аккредитации.

Определение понятия "наименьшая выдаваемая неопределенность измерений" даётся в методической инструкции DAkKs-DKD-3.

8.2 Вклады в неопределённость от весов

Как правило, исходят из того, что окружающие условия при калибровке весов и при гравиметрической калибровке диспенсеров практически одинаковы.

Для обеспечения эксплуатации согласно специфике пользователя в соответствии с EURAMET sg-18 должны быть согласованы друг с другом следующие параметры: задание на калибровку, диапазон измерений и разрешающая способность весов, а также соответствующая неопределенность измерений. Должны соблюдаться рекомендации стандарта ISO 8655 части 6. Весы должны быть откалиброваны согласно специфике пользователя, т.е. диапазон измерений задания на калибровку должен соответствовать откалиброванному диапазону взвешивания.

Согласно EURAMET sg-18 калибровку весов необходимо выполнять перед гравиметрической калибровкой диспенсеров. Тогда в актуальный сертификат калибровки весов войдут все составляющие неопределенности от взвешивания – разрешающая способность весов, повторяемость значений, внецентровая нагрузка (если не используются весы с испарительной ловушкой) и отклонение показаний.

Сертификат калибровки применяемых весов является основой для дальнейших оценок неопределенности гравиметрического метода. Вклад в неопределенность от считывания показаний или разрешающей способности весов дважды входит в бюджет неопределенности (тара и брутто). Результатом взвешивания является разность показаний весов.

Поскольку калибровка производится гравиметрическим методом, большое значение имеет регулярное отслеживание состояния весов. Отсюда результируется проведение промежуточных проверок с подходящими откалиброванными гирями в течение калибровочного периода.

Дополнительный вклад результируется из дрейфа весов вследствие их старения и износа. Величину этого влияния можно определять путём промежуточного контроля или рекалибровки. Исходя из их результатов, эту составляющую можно учитывать на основе длительных наблюдений и сделанных из этого выводов. В представленных бюджетах неопределённости эта составляющая не учтена.

В качестве следующей составляющей неопределенности следует учитывать влияние температуры окружающей среды согласно данным производителя. Это значение можно взять из спецификации фирмы-производителя.

В процессе дозирования объектами калибровки образуются открытые поверхности жидкости, так что в качестве вклада в неопределенность следует учитывать потери на испарение. Потери на испарение можно рассчитать или оценить на основе собственного опыта применительно к объёму объекта калибровки.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	16 / 22

8.3 Вклады в неопределенность от температуры / плотности воды

Перед калибровкой и во время неё необходимо следить за тем, чтобы используемая вода не содержала пузырьков и соответствовала температуре воздуха (отклонение $\leq 0,5$ К). В других случаях нужно соответственно изменить неопределенность измерений.

Соблюдение заданных условий окружающей среды по температуре воздуха / относительной влажности воздуха во время калибровки обеспечивается при помощи соответствующей техники кондиционирования. Это положительно влияет и на стабильность температуры воды.

Температура применяемой контрольной жидкости (воды) определяется калиброванным термометром. В бюджете неопределенности учитываются неопределенность термометра и колебания температуры воды ($< 0,2$ К) во время калибровки.

Влиянием температуры в сосуде для взвешивания можно пренебречь.

Неопределенность для расчёта плотности воды согласно [1] оценивается как $10 \cdot 10^{-6}$, так как неизвестны точный изотопный состав и содержание газа. Плотность воды требуется для расчёта объема контрольной жидкости.

8.4 Вклады в неопределенность от температуры и относительной влажности воздуха

Условия окружающей среды по температуре и относительной влажности воздуха при калибровке реализуются путём кондиционирования воздуха в пределах заданных параметров. Измеренные параметры окружающей среды регистрируются подходящими откалиброванными термометрами и датчиками влажности и документируются.

Плотность воздуха можно рассчитать по уравнению (4) документа EURAMET cg-19.

Колебания температуры воздуха во время калибровки должны быть $\leq 0,5$ К.

Относительная влажность воздуха должна составлять ≥ 45 %. Низкая влажность воздуха может привести к электризуемости весов.

Примечание: Калибровка диспенсеров с наименьшими выдаваемыми неопределенностями измерений требует соблюдения условий окружающей среды в узких пределах допуска.

8.5 Вклад в неопределенность от давления воздуха

Давление воздуха регистрируется и документируется откалиброванным прецизионным барометром. Давление воздуха – это величина, необходимая для расчёта плотности воздуха и, тем самым, объёма. Применяемый прецизионный барометр должен иметь разрешающую способность 1 гПа или лучше.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	17 / 22

8.6 Системные воздействия

Дозирующая часть диспенсера многократного дозирования состоит в большинстве случаев из тонкостенного синтетического материала. Следовательно во время калибровки температура дозирующей части полностью приравнивается к температуре контрольной жидкости.

Контрольная жидкость вода и сама дозирующая часть (при применении стандартных синтетических материалов) имеют сходный коэффициент теплового расширения (у дозирующей части происходит расширение поперечного сечения). Поэтому в значительной мере оба типа расширения выравниваются (отрицательная корреляция). Здесь речь идёт о двух типах воздействия, описанных в уравнении (17) и уравнении (20) стандарта ISO/TR 20461.

Если расширение поперечного сечения дозирующей части не включается в бюджет неопределённости измерений, тогда учитывается только максимальная оценка воздействия температуры контрольной жидкости. Таким образом нет необходимости учитывать тепловое расширение поперечного сечения дозирующей части в бюджете.

Содержащиеся в приложении бюджеты содержат в качестве примера соответствующие данные об этих воздействиях. В бюджете они помечены звёздочкой, в значительной мере они взаимно уравниваются.

Коэффициент чувствительности – это произведение дозируемого объёма и квадратичного коэффициента расширения материала наконечника для диспенсера.

Тепловое расширение поперечного сечения наконечника из общепринятых материалов оценивается как $260 \cdot 10^{-6} \cdot 1/K$.

Тепловое расширение верхней части и рукоятки диспенсера, приводящей поршень в движение, не соотносится с температурой воды. Как правило, для подъёмного механизма используются комплектующие детали из металла и специальных синтетических материалов. Необходимо принимать в расчёт, что у приборов с ручным управлением максимальное повышение температуры рукоятки достигает несколько градусов (от 1 °C до 3 °C). Отклонение от объёма вследствие влияния тепла руки составляет незначительную долю в надбавке на неопределённость измерения при обращении с прибором и может быть учтено в надбавке на обращение с прибором (см. пункт 8.8).

Содержащиеся в приложении бюджеты содержат в качестве примера соответствующие данные об этих воздействиях. В бюджете они помечены двойной звёздочкой. Коэффициент чувствительности – это произведение дозируемого объёма и коэффициента линейного расширения материала комплектующих деталей подъёмного механизма.

Тепловое расширение комплектующих деталей подъёмного механизма оценивается для общепринятых материалов (специального синтетического материала) как $50 \cdot 10^{-6} \cdot 1/K$.

В случае, если объём относится к заданной температуре, которая не соответствует измеряемой температуре (температуре контрольной жидкости), как это выражено в уравнении (6) стандарта ISO/TR 20461, то в этой связи необходимо знание теплового коэффициента расширения общей системы наконечника диспенсера и диспенсера включая неопределённость этого коэффициента.

В данном случае необходимо учитывать результирующую неопределённость согласно уравнению (15) стандарта ISO/TR 20461 в бюджете неопределённости. Так как данные по тепловому расширению общей системы обычно отсутствуют (в отличие от стеклянных приборов для измерения объёма), то рекомендуется указывать температуру воды как заданную температуру, так что этот вклад не учитывается.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	18 / 22

8.7 Повторяемость значений

В качестве показателя повторяемости принимается эмпирическое стандартное отклонение среднего значения ряда измерений, состоящего из 10 отдельных измерений. Эмпирическое стандартное отклонение характеризует разброс значений, измеренных при одних и тех же условиях во время калибровки названных приборов для измерения объёма и рассчитывается по следующей формуле:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \quad (3)$$

Стандартная неопределённость измерений (уровень доверия среднего значения) для повторяемости рассчитывается согласно методу определения A (GUM) по следующей формуле:

$$u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (4)$$

Практика показывает, что эмпирическое стандартное отклонение составляет примерно одну треть от допустимого значения, указанного производителем по повторяемости (макс. случайная погрешность измерений).

Вклад в неопределённость, составляющий 1/3 от допустимого значения, указанного производителем, для случайной погрешности измерений измеряемого объёма может оцениваться как лучшее приближённое значение и максимальный учёт. Применяется следующая формула

$$u(s) = \frac{1}{3} \cdot TOL \quad (5)$$

где „TOL“ соответствует допустимым значениям случайной погрешности измерений в мл.

Можно исходить из нормального распределения погрешностей.

8.8 Обращение с прибором / прибор

При измерении неопределённости у определённого типа прибора необходимо учитывать его конструкцию, так как компоненты неопределённости измерения (надбавка на прибор и на обращение с ним) зависят от этой конструкции. При измерении надбавки на обращение рекомендуется взять за основу определённые производителем допустимые значения правильности и коэффициента вариации CV.

В качестве лучшего приближённого значения и максимального учёта всех воздействий от обращения с прибором берётся вклад в неопределённость, составляющий 1/10 от допустимого значения, определённого производителем. Этот вклад представляет собой минимальное значение, которое не может быть меньше.

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU	DKD-R 8-2	
		Выпуск:	08/2019
		Редакция:	0
		Страница:	19 / 22

Можно исходить из прямоугольного распределения погрешностей.

На основании статистического анализа отобранных допустимых значений, определённых производителем, рекомендуются следующие показатели для составления бюджета неопределённости. Речь идёт о процентных значениях, которые относятся к выдаваемому объёму соответствующего наконечника для диспенсера.

Размер наконечника для диспенсера	Надбавка при обращении с наконечниками
0,1 мл	0,15 %
0,2 мл	0,12 %
0,5 мл	0,09 %
1 мл / 1,25 мл	0,07 %
2,5 мл / 5 мл	0,06 %
> 5 мл	0,05 %

Речь идёт о минимальных значениях, которые могут быть завышены, если существует необходимость на основании экспериментальных данных или допустимых значений, определённых производителем.

8.9 Бюджеты неопределённости

Примечание: в приложениях приводятся два образца бюджета неопределённости.

Приложение А Механический диспенсер с наконечником 5 мл
(максимально устанавливаемый объём 1 мл)

Приложение В Моторизованный диспенсер с наконечником 5 мл

Данная методическая инструкция DKD-R 8-2 служит основой для калибровочной практики в аккредитованных калибровочных лабораториях при калибровке диспенсеров многократного дозирования и описывает основные воздействия на неопределённость измерений. Таким образом обеспечивается сравнимость между калибровочными лабораториями, а также предоставляется возможность для сличений на национальном и международном уровнях. Цель заключается во внедрении результатов работы Технического подкомитета DKD над методической инструкцией в дальнейшее развитие стандарта DIN EN ISO 8655.

9 Список литературы

- [1] M. TANAKA, G. GIRARD, R. DAVIS, A. PEUTO, N. BIGNELL: Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports; Metrologia 2001, 38, 301-309

(М. Танака и др.): "Рекомендуемая таблица плотности воды от 0 °C до 40 °C на базе последних отчётов об экспериментах", Метрология 2001, 38, 301-309). (прим.переводчика: неофициальный перевод названия)

	Калибровка диспенсеров многократного дозирования https://doi.org/10.7795/550.20180201RU		DKD-R 8-2	
			Выпуск:	08/2019
			Редакция:	0
			Страница:	20 / 22

Приложение А Механический диспенсер с наконечником 5 мл (максимально устанавливаемый объём 1 мл)

Величина X_i	Лучшая оценка x_i	Половина ширины распределения a	Распределение вероятностей $P(x_i)$	Делитель k	Стандартная неопределённость $u(x_i)$	Коэффициент чувствительности $ c_i $	Вклад в неопределённость $u_i(y)$	
Весы / масса								
Неопределённость весов	996,81 мг	27 мкг	распр. Стьюдента	2,06	13,107 мкг	0,001 мкл/мкг	0,013 мкл	
Разреш. способность весов (с нагрузкой)	0 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкл/мкг	0,003 мкл	
Разреш. способность весов (без нагрузки)	0 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкл/мкг	0,003 мкл	
Дрейф температуры	0 мг	0,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 К	0,001 мкл/К	0,0003 мкл	
Потери на испарение	0 мг	15 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	8,660 мкг	0,001 мкл/мкг	0,009 мкл	
Температура / плотность воды								
Неопределённость термометра *	20,8 °С	0,012 К	нормальное	2	0,006 К	0,21 мкл/К	0,001 мкл	
Дрейф во время калибровки *	0 °С	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,21 мкл/К	0,024 мкл	
Неопределённость плотности воды	998,03 кг/м³	10 ppm	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,00001 мг/мкл	1000 мкл³/мкг	0,006 мкл	
Температура воздуха +								
Неопределённость термометра	21,0 °С	0,13 К	нормальное	2	0,065 К	0,0045 мкл/К	0,0003 мкл	
Дрейф во время калибровки	0 °С	0,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 К	0,0045 мкл/К	0,001 мкл	
Давление воздуха								
Неопределённость барометра	996,0 гПа	0,05 гПа	нормальное	2	0,025 гПа	0,0012 мкл/гПа	3,0E-05 мкл	
Дрейф во время калибровки	0 гПа	1 гПа	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,577 гПа	0,0012 мкл/гПа	0,001 мкл	
Влажность воздуха +								
Неопределённость датчика влажности	49 %	0,6 %	нормальное	2	0,300 %	0,0001 мкл/%	3,0E-05 мкл	
Дрейф во время калибровки	0 %	5 %	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 %	0,0001 мкл/%	0,0003 мкл	
Температура рукоятки / механизма перемещения поршня **								
Неопределённость датчика температуры	21,0 °С	2,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	1,443 К	0,05 мкл/К	0,072 мкл	
Дрейф во время калибровки	21,5 °С	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,26 мкл/К	0,030 мкл	
Воспроизводимость								
Неопределённость	0 мкл	0,83 мкл	нормальное	$\sqrt{10}$	0,264 мкл	1	0,264 мкл	
Надбавка на обращение в рамках процедур								
Неопределённость	0 мкл	0,60 мкл	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,346 мкл	1	0,346 мкл	
У (объём)	1000,10 мкл							
							$u(y) =$	0,44 мкл
							$U(y) =$	0,89 мкл
							$w(y) =$	0,044 %
							$W(y) =$	0,09 %

* / ** Пояснение обозначения дано в главе 8.6

* Существенным фактором является атмосферная сила в весах/ испарительной ловушке

Приложение В Моторизованный диспенсер с наконечником 5 мл

Величина X_i	Лучшая оценка x_i	Половина ширины распределения a	Распределение вероятностей $P(x_i)$	Делитель k	Стандартная неопределенность $u(x_i)$	Коэффициент чувствительности $ c_i $	Вклад в неопределенность $u_i(y)$
Весы / масса							
Неопределенность весов	4984,81 мг	75 мкг	нормальное	2	37,500 мкг	0,001 мкг/мкг	0,038 мкг
Разреш. способность весов (с нагрузкой)	0 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкг/мкг	0,003 мкг
Разреш. способность весов (без нагрузки)	0 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкг/мкг	0,003 мкг
Дрейф температуры	0 мг	0,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 К	0,005 мкг/К	0,001 мкг
Потери на испарение	0 мг	35 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	20,207 мкг	0,001 мкг/мкг	0,020 мкг
Температура / плотность воды							
Неопределенность термометра *	20,8 °С	0,012 К	нормальное	2	0,006 К	1,05 мкг/К	0,006 мкг
Дрейф во время калибровки *	0 °С	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	1,05 мкг/К	0,121 мкг
Неопределенность плотности воды	998,03 кг/м³	10 ppm	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,00001 мг/мкл	5000 мкг/мг	0,029 мкг
Температура воздуха *							
Неопределенность термометра	21,0 °С	0,13 К	нормальное	2	0,065 К	0,023 мкг/К	0,001 мкг
Дрейф во время калибровки	0 °С	0,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 К	0,023 мкг/К	0,006 мкг
Давление воздуха							
Неопределенность барометра	996,0 гПа	0,05 гПа	нормальное	2	0,025 гПа	0,006 мкг/гПа	1,5E-04 мкг
Дрейф во время калибровки	0 гПа	1 гПа	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,577 гПа	0,006 мкг/гПа	0,003 мкг
Влажность воздуха *							
Неопределенность датчика влажности	49 %	0,6 от.вл.	нормальное	2	0,300 %	0,0005 мкг/%	1,5E-04 мкг
Дрейф во время калибровки	0 %	5 %	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 %	0,0005 мкг/%	0,001 мкг
Температура рукоятки / механизма перемещения поршня **							
Температура рукоятки / механизма перемещения поршня **	21,0 °С	2,5 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	1,443 К	0,25 мкг/К	0,361 мкг
Температура наконечника / воды *	21,5 °С	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	1,30 мкг/К	0,150 мкг
Воспроизводимость							
Надбавка на обращение в рамках процедур	0 мкл	2,50 мкл	нормальное	$\sqrt{10}$	0,791 мкл	1	0,791 мкл
	0 мкл	3,00 мкл	прямоугольное	$\sqrt{3}$	1,732 мкл	1	1,732 мкл
У (Объем)	5000,3 мкл						
						$u(y) =$	1,95 мкл
						$U(y) =$	3,9 мкл
						$w(y) =$	0,039 %
						$W(y) =$	0,08 %

* / ** Пояснение обозначения дано в главе 8.6

* Существенным фактором является аэродинамическая подъемная сила в весах/испарительной ловушке



Издатель:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Deutscher Kalibrierdienst
Bundesallee 100
38116 Braunschweig

www.dkd.eu
www.ptb.de