

Physikalisch- Technische Bundesanstalt




DKD

**Методическая
инструкция
DKD-R 8-1**

**Калибровка поршневых
пипеток-дозаторов с
воздушной подушкой**

Выпуск 12/2011

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	2/26

Выпущена Немецкой службой калибровки (DKD) при поддержке ПТБ (Национального метрологического института Германии - PTB) и является результатом совместной работы ПТБ и аккредитованных калибровочных лабораторий с Техническим комитетом "Масса / весы / объём / плотность".

Copyright © 2011 by DKD

Документ, включая все его части, защищён авторскими правами. Любое использование за пределами узких границ закона об авторском праве без разрешения является недопустимым и наказуемым. Это относится, в частности, к размножению, переводу на другие языки, микрофильмированию, а также загрузке в память и обработке в электронных системах.

Немецкая служба калибровки – Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Со дня её основания в 1977 года Немецкая служба калибровки DKD объединяла калибровочные лаборатории промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, технических учреждений и контрольно-испытательных организаций. 3 мая 2011 года DKD была создана заново как *технический орган* ПТБ и аккредитованных лабораторий.

Этот орган носит название "*Немецкая служба калибровки*" (*Deutscher Kalibrierdienst* – DKD) и осуществляет свою деятельность под руководством ПТБ.

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 подразделения аккредитации 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.

Калибровки в аккредитованных лабораториях дают пользователю уверенность в надёжности результатов измерений, повышают доверие клиентов и конкурентоспособность на национальном и международном рынках и служат метрологической базой для контроля средств измерений и испытаний в рамках системы обеспечения качества.

Публикации: см. сайт в интернете

Контакт:

DKD – Deutscher Kalibrierdienst (Немецкая служба калибровки)
под эгидой Национального метрологического институте Германии
(Physikalisch-Technische Bundesanstalt – PTB)


Офис в ПТБ:

Bundesallee 100 38116 Braunschweig

А/я 33 45 38023 Braunschweig


Телефон секретариата: (05 31) 5 92-83 06

Интернет: www.dkd.eu

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	3/26

СОДЕРЖАНИЕ

	Страница
Предисловие	4
1. Цель и область применения	5
2. Условные обозначения	6
2.1 Сокращения и обозначения в формулах	6
2.2 Единицы измерения	7
3. Определения терминов	7
4. Цель калибровки	8
5. Общие требования к калируемости поршневых пипеток-дозаторов	8
5.1 Требования стандарта DIN EN ISO 8655	8
5.2 Требования из информации производителей о продукте	9
5.3 Требования из опыта калибровочной деятельности	9
6. Условия окружающей среды	10
7. Процедура калибровки	11
7.1 Предметы калибровки	11
7.2 Наконечники пипеток	12
7.3 Дополнительные указания по калибровке в дополнение к стандарту DIN EN ISO 8655-6	12
8. Неопределенность измерений	13
8.1 Общие положения	14
8.2 Вклады в неопределенность от весов	14
8.3 Вклады в неопределенность от температуры / плотности воды	15
8.4 Вклады в неопределенность от температуры и относительной влажности воздуха	16
8.5 Вклад в неопределенность от давления воздуха	17
8.6 Тепловое расширение прибора для измерения объема	17
8.7 Анализ систематических воздействий во время калибровки поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	17
8.7.1 Разности температур воды – пипетки – воздуха	18
8.7.2 Относительная влажность воздуха	18
8.7.3 Давление воздуха	18
8.8 Повторяемость значений	19
8.9 Надбавка на обращение при процедурах и транспортировке	19
8.9.1 Механические воздействия	20
8.9.2 Влияния человеческого фактора	20
8.9.3 Теплота руки оператора	20
8.9.4 Транспортировка	20
9. Бюджеты неопределенности измерений	21
10. Список литературы	22

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	4/26

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 подкомитетом "Объём / плотность" в сотрудничестве с ПТБ и аккредитованными калибровочными лабораториями. Методическая инструкция была утверждена 27.09.2011 года на заседании Технического комитета "Масса / весы / объём / плотность".

При подготовке этой методической инструкции было проведено пилотное исследование (отчёт [4]) по калибровке поршневых пипеток-дозаторов, в котором приняли участие 13 лабораторий (из Германии и других стран). Целью пилотного исследования (отчёт [4]) 2010 года было улучшение сравнимости измерений при калибровке поршневых пипеток-дозаторов.

Кроме того, в методическую инструкцию вошли результаты дальнейших исследований влияния окружающих условий на результат дозирования [2, 3, 5].

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	5/26

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 поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой*. Методическая инструкция не распространяется на пипетки без воздушной подушки (работающие по принципу прямого вытеснения).


Она предназначена для калибровки:

- одноканальных поршневых пипеток-дозаторов фиксированного объёма
- одноканальных поршневых пипеток-дозаторов переменного объёма
- многоканальных поршневых пипеток

* В дальнейшем тексте везде называются просто *"поршневые пипетки"*.

Другие действующие стандарты и регламенты


DIN EN ISO 8655 части 1, 2, 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 Определение неопределённости при измерениях объёма с применением гравиметрического метода, ноябрь 2000 г.
JCGM 100: 2008	Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, September 2008 Оценка результатов измерений - руководство по выражению неопределённости измерений, сентябрь 2008 г.
EURAMET/cg-18	Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, March 2011 Руководство по калибровке неавтоматических весов, март 2011 г.
EURAMET/cg-19	Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration, Version 2.0, March 2011 Руководящие принципы по определению неопределённости в калибровке гравиметрического объёма, редакция 2.0, март 2011 г.
DIN ISO 3696	Wasser für analytische Zwecke, Juni 1991 Вода для аналитических лабораторных исследований, июнь 1991 г.
DAkS-DKD-3	Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, 2010 Указание неопределённости измерений при калибровках, 2010 г.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	6/26

2. Условные обозначения

2.1 Сокращения и обозначения в формулах

Сокращения / обозначения	Пояснение
$a_0 \div a_4$	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
h_w	Высота подъёма столба жидкости в наконечнике пипетки
i	Индекс отсчёта
$k_1 \div k_3$	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
t_L	Температура воздуха во время взвешивания
t_{L0}	273,15 К
t_M	Температура поршневой пипетки во время взвешивания
t_{M20}	Базовая температура поршневой пипетки, равная 20 °С
u	Стандартная неопределённость измерений
U	Расширенная неопределённость измерений ($k=2$)
V_0	Номинальный объём
V_s	Выбранный объём
V_{20}	Объём при базовой температуре, равной 20 °С
V_T	Объём воздушной подушки (мёртвый объём)
Z	Поправочный коэффициент, описывающий взаимосвязь между массой, полученной при взвешивании, и объёмом
ρ	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 материала, из которого изготовлена поршневая пипетка

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	7/26

2.2 Единицы измерения

Единицы	Пояснение
мкл	микролитр
мл	миллилитр
г	грамм
мг	миллиграмм
К	Кельвин
°С	градус Цельсия
гПа	гектопаскаль
%	процент относительной влажности
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 относится к следующим документам (с ограничениями):

- 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" CIPM MRA, см. www.bipm.org).


Следующие термины были соответственно позаимствованы из стандарта DIN EN ISO 8655-1.

Поршневые пипетки-дозаторы:

Поршневые пипетки-дозаторы – это приборы для измерения объёма, используемые для забора и дозирования фиксированных или переменных количеств жидкости. Одноканальные поршневые пипетки-дозаторы имеют только один поршень / комплект цилиндра. Многоканальные поршневые пипетки-дозаторы имеют по одному поршню / комплекту цилиндра на каждый канал; одинаковый объём жидкости можно одновременно дозировать в несколько приёмных сосудов. Различают поршневые пипетки-дозаторы с воздушной подушкой и без воздушной подушки (с прямым вытеснением).

Номинальный объём:

Номинальный объём V_0 мерного устройства – это объём, установленный производителем прибора для идентификации и указания диапазона измерений. У многоканальных поршневых пипеток указывается номинальный объём одного канала.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	8/26

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.

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.

Объём воздушной подушки (мёртвый объём):

Объём воздушной подушки V_T – это геометрическое пространство между поршнем и отверстием наконечника. Расширение объёма воздушной подушки определяется первым упором поршня в пипетке.

4. Цель калибровки

Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой служит для определения отклонения дозированного 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.

По стандарту DIN EN ISO/IEC 17025:2005 требуется обеспечение сравнимости результатов калибровки путём национальных и международных круговых сличений / сравнительных измерений.


5. Общие требования к калибруемости поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой

Общие требования к калибруемости поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой 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

5.1 Требования стандарта DIN EN ISO 8655

В отношении этих требований мы ссылаемся на часть 1, часть 2 и часть 6 стандарта DIN EN ISO 8655.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	9/26

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:

- данные по стерилизуемости поршневых пипеток и запчастей
- указания по применению, исключениям в использовании, уходу, очистке и тех-обслуживанию
- спецификация производителя с допустимыми отклонениями случайной и систематической ошибки с учётом юстировки (внутренняя, наружная и базовая температура)
- сведения о применяемых и применимых наконечниках пипеток


5.3 Требования из опыта калибровочной деятельности

Требования из общепринятой практики касаются в основном непосредственной возможности применения поршневой пипетки-дозатора. Сюда относятся, в частности:

- надписи на поршневой пипетке с указанием
 - серийного или другого однозначного идентификационного номера
 - номинального объёма (у поршневых пипеток с фиксированным объёмом)
 - диапазона объёма (у поршневых пипеток с переменным объёмом)
 - единицы измерения, напр., "мкл" или "мл"
 - типа и данных производителя
- отсутствие повреждений внутри и снаружи, напр.
 - царапины, трещины
 - у поршневых пипеток переменного объёма не должно быть случайной перестановки отсчётного устройства
 - деформированный, поцарапанный или сильно загрязнённый ствол пипетки
- отсутствие остатков жидкости и загрязнений в поршневой пипетке
- надёжная и полная герметизация поршня

К этому добавляются требования к наконечникам и к системе "поршневая пипетка / наконечник":

- применение оригинальных наконечников производителя или наконечников, разрешённых производителем к применению
- достаточно надёжная стабильность посадки наконечника на конусе пипетки
- надёжная и полная герметизация на системе ствола пипетки
- наконечники должны обеспечивать непрерывное стекание жидкости
- наконечники должны иметь равномерное выходное отверстие
- контрольная жидкость "вода" должна выводиться без остатка

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	10/26

В определённых случаях, когда не все критерии калибруемости соблюдены, целесообразно производить калибровку пипеток в том состоянии, в котором они были доставлены („as found“).

6. Условия окружающей среды

Калибровку следует производить при стабильных окружающих температурах. Условия окружающей среды

- температура воздуха
- относительная влажность
- давление воздуха*

оказывают влияние на

- весовую технику
- предмет калибровки / поршневую пипетку-дозатор
- контрольную жидкость

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

Соблюдение предписываемых условий окружающей среды путём кондиционирования воздуха является важной предпосылкой для метрологически правильной калибровки. Калибровку следует выполнять после выравнивания температуры между калибруемым предметом и окружающей средой. Необходимо учесть, что время адаптации калибруемого предмета составляет не меньше 2 часов. Данные по окружающим условиям нужно протоколировать.

Во время калибровки необходимо наблюдать и за колебаниями окружающей среды. В случае отклонений скорректировать данные по температуре воздуха, давлению воздуха и относительности влажности.

* Актуальное давление воздуха входит в расчёт плотности воздуха и должно учитываться.


Дополнительно следует учитывать зависимость давления воздуха от высоты расположения (отчёт [2]).

7. Процедура калибровки

Калибровка поршневых пипеток 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 и канал пипетки.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	11/26

Измерительное оборудование – аналитические весы с соответствующими принадлежностями (напр., сосуд для взвешивания, испарительная ловушка, ограждения против дуновений воздуха и т.п.), модифицированные специально для калибровки пипеток и предлагаемые на рынке вместе с программным обеспечением для калибровки.

В качестве контрольной жидкости для гравиметрического метода по стандарту DIN EN ISO 8655-6 требуется вода сорта 3 согласно DIN ISO 3696.

7.1 Предметы калибровки

Различают одноканальные и многоканальные поршневые пипетки-дозаторы с воздушной подушкой. Одноканальные поршневые пипетки-дозаторы предлагаются с фиксированным или переменным объёмом.

Многоканальные поршневые пипетки-дозаторы предлагаются с переменным объёмом. Одноканальные и многоканальные поршневые пипетки-дозаторы предлагаются с ручным или электронным управлением и с различными диапазонами измерений.

Типичные примеры:

Одноканальные поршневые пипетки фиксированного объёма	Одноканальные поршневые пипетки переменного объёма	Многоканальные поршневые пипетки
10 мкл	0,1 мкл до 2,5 мкл	0,5 мкл до 10 мкл
20 мкл	0,5 мкл до 10 мкл	5 мкл до 50 мкл
50 мкл	2 мкл до 20 мкл	10 мкл до 100 мкл
100 мкл	10 мкл до 100 мкл	25 мкл до 250 мкл
200 мкл	20 мкл до 200 мкл	30 мкл до 300 мкл
250 мкл	50 мкл до 200 мкл	50 мкл до 300 мкл
500 мкл	100 мкл до 1000 мкл	100 мкл до 1200 мкл
1000 мкл	500 мкл до 2500 мкл	
2500 мкл	500 мкл до 5000 мкл	
	1000 мкл до 10000 мкл	

На рынке предлагаются и на практике применяются также другие промежуточные значения или диапазоны измерений.

7.2 Наконечники пипеток – принадлежности для дозирования

Для дозирования объёма поршневыми пипетками используются наконечники, насаживаемые на ствол пипетки. Разрешается применять исключительно новые, не использованные наконечники, допущенные производителем пипеток. Наконечники, так же как и сами поршневые пипетки, должны храниться в измерительном помещении не менее двух часов до начала калибровки.

По стандарту DIN EN ISO 8655-2 рекомендуется менять наконечники после каждого отдельного измерения. Это правило допускает отклонения, т.е. калибровку одной пипетки согласно этому стандарту разрешается производить и с одним наконечником на каждый канал. Однако, пятикратное предварительное увлажнение воздушной подушки в начале калибровки необходимо выполнять в любом случае. Предварительное увлажнение следует также выполнять при изменении объёма (настройке на новый проверяемый объём).

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	12/26

Если в наконечнике остаётся остаток жидкости, то наконечник нужно менять в любом случае.

При смене наконечника также необходимо выполнить пятикратное предварительное увлажнение нового наконечника пипетки.

При работе согласно рекомендации стандарта DIN EN ISO 8655 со сменой наконечников это должно быть отражено в сертификате калибровки.

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

После всасывания среды (воды) и выдержки времени пипетку следует вначале медленно и плавно, без рывков, не касаясь стенки сосуда, вертикально вытащить из среды.

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

Калибровку следует начинать с наименьшего частичного объёма (примерно 10% от номинального объёма).

Рекомендуется соблюдать следующие значения глубины погружения и времени выдержки:

Диапазон объёма	Глубина погружения в мм	Время выдержки в с
0,1 мкл - 1 мкл	1 - 2	1
> 1 мкл - 100 мкл	2 - 3	1
> 100 мкл - 1000 мкл	2 - 4	1
> 1000 мкл	3 - 6	3

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“ ("Оценка результатов измерений - руководство по выражению неопределённости измерений") или по методической инструкции DAkkS-DKD-3.

Зависимость неопределённости измерений объёма должна быть надлежащим образом описана. При этом следует исходить из номинального объёма, а разделение на раз-

DKD	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	13/26

личные диапазоны объёма необходимо производить в соответствии с основными техническими критериями (см. 7.1).

Указание величины в абсолютных единицах объёма при очень дробном подразделении диапазонов объёма не является ни достаточно точным, ни целесообразным. Иными словами, соотношение неопределённости измерений с номинальным объёмом возможно не во всём диапазоне.

Неопределённость измерений следует указывать в процентах.

Следует указывать неопределённость измерений для частичных объёмов (см. 9).

Стандарт ISO/TR 20461 для определения неопределённости измерений гравиметрическим методом также используется при составлении бюджета неопределённости. Согласно ISO/TR 20461 объём для базовой 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:

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

Подробное представление всех учитываемых в данной методической инструкции факторов влияния на неопределённость измерений приводится на следующем дереве потенциальных ошибок.



Илл. 1: Факторы, влияющие на неопределённость измерений при калибровке поршневых пипеток-дозаторов

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	14/26

8.1 Общие положения

Аккредитованные бюджеты неопределённости для измеренных величин и методы калибровки являются предпосылкой для обеспечения сравнимости результатов измерений в том числе на международном уровне.

Составление бюджета неопределенности для гравиметрического метода калибровки поршневых пипеток-дозаторов включает в себя следующие этапы:

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

Доля неопределённости, вносимая при обращении в рамках различных процедур, зависит от конструкции поршневых пипеток-дозаторов, напр., одноканальная ли пипетка или многоканальная, и от оператора. Этот вклад в неопределённость измерений состоит из случайных и систематических компонентов.

Если отдельные воздействия на результат калибровки и их 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 неопределенности измерений зависят также от условий применения. При сличениях следует заранее установить условия проведения калибровки, чтобы обеспечить сравнимость результатов измерений.


Описываемые ниже неопределённости в будущем будут приводиться в приложении к документу об аккредитации как основа для "наименьшей выдаваемой неопределенности измерений".

"Наименьшая выдаваемая неопределенность измерений" может быть достигнута в том случае, если точно соблюдаются все нижеприведенные условия. Если это реализовать невозможно, то неопределённость измерений должна быть соответственно расширена и учтена в виде дополнительных вкладов в бюджет неопределенности (см. также [2]). Это может привести к увеличению реально достигнутой неопределенности измерений.

8.2 Вклады в неопределенность от весов

В принципе исходят из предпосылки, что окружающие условия при калибровке весов и при калибровке пипеток практически одинаковы.

Для обеспечения использования согласно специфике пользователя в соответствии с EURAMET/cg-18 должны быть согласованы друг с другом: задание на калибровку, диапазон измерений и разрешающая способность весов, а также соответствующая неопределенность измерений.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	15/26

Весы должны быть откалиброваны согласно специфике пользователя, т.е. диапазон измерений задания на калибровку (пипетки) должен соответствовать откалиброванному диапазону взвешивания.

Следует иметь в виду, что "Ноль" не является реальной точкой измерений. Если производитель не указал минимальную нагрузку, то при калибровке следует начинать с ≥ 1 мг.

Согласно EURAMET/cg-18 калибровку весов необходимо выполнять перед калибровкой поршневых пипеток-дозаторов. Тогда в актуальный сертификат калибровки войдут все составляющие неопределенности от взвешивания – разрешающая способность весов, повторяемость значений, внецентровая нагрузка и нелинейность.

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.

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

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.

Поскольку калибровка поршневых пипеток-дозаторов производится гравиметрическим методом, большое значение имеет регулярное отслеживание состояния весов. Отсюда результируется проведение промежуточных проверок с подходящими откалиброванными гирями (с сертификатом калибровки) в течение калибровочного периода.

В процессе дозирования поршневыми пипетками 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 пипетки.

Для уменьшения влияния испарения современные взвешивающие устройства для калибровки поршневых пипеток оснащены ловушками испарений.

8.3 Вклады в неопределенность от температуры / плотности воды

Для калибровки поршневых пипеток-дозаторов в качестве контрольной жидкости используется дистиллированная или деионизованная вода. Вода должна быть не ниже сорта 3 по стандарту DIN ISO 3696 (электролитическая проводимость < 5 мкСм/см).

Перед калибровкой и после неё необходимо следить за тем, чтобы используемая вода не содержала пузырьков и соответствовала температуре воздуха (отклонение $< 0,5$ К). Более узкие границы в 0,2 К следует соблюдать при сравнительных измерениях / круговых сличениях или при приведении наименьшей выдаваемой неопределенности измерений.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	16/26

В других случаях нужно соответственно изменить неопределенность измерений. Температуру воздуха следует выбирать в диапазоне от 20 °С до 25 °С. В странах с базовой температурой 27 °С диапазон температур можно соответственно адаптировать. Необходимо принять меры против охлаждения вследствие испарения, напр., путём экранирования или термостатирования.

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 во время калибровки.

Влиянием температуры в сосуде для взвешивания можно пренебречь.

Неопределенность для расчета плотности воды согласно [6] 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 поршневых пипеток-дозаторов реализуются путём кондиционирования воздуха в пределах заданных параметров. Измеренные данные окружающей среды регистрируются подходящими откалиброванными термометрами и датчиками влажности и документируются.

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


В рамках экспериментального исследования [4] удалось подтвердить, что колебания температуры воздуха во время калибровки должны быть $< 0,5$ К. Температуру воды следует адаптировать к температуре воздуха (см. главу 8.3).

Относительная влажность воздуха должна составлять от 45 % до 60 %. Пониженная влажность воздуха приводит к уменьшению измеренного объема.

Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с наименьшими выдаваемыми неопределенностями измерений требует соблюдения условий окружающей среды в узких границах допусков.

Температура воздуха и относительная влажность воздуха влияют также на дозируемый объем в пипетке (см. главу 8.7).

Поэтому дрейф температуры воздуха во время калибровки не должен превышать 0,5 К, а дрейф относительной влажности воздуха – 5 %.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	17/26

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.

Давление воздуха также влияет на дозируемый объём в пипетке (см. главу 8.7).

8.6 Тепловое расширение прибора для измерения объёма

В силу различных конструкций и разновидностей отдельных типов пипеток невозможно определить общий для всех коэффициент объёмного расширения.

Коэффициент объёмного расширения поршневой пипетки-дозатора складывается из коэффициента линейного расширения узлов, соединяющих упоры хода поршня, и коэффициента расширения поперечного сечения поршня.

Свойства материалов, их сочетания, а также различные геометрические и конструктивные формы влияют на коэффициент объёмного расширения. Однако, эти влияния не поддаются математическому отображению, вследствие чего все производители не в состоянии их определить.

Поэтому коэффициент объёмного расширения учитывается в бюджете неопределенности в виде значения "Ноль".

Но тогда измеренное значение относится к температуре во время измерения.

Базовая температура для калибровки поршневых пипеток-дозаторов составляет 20 °C по стандарту DIN EN ISO 8655-1.

Если калибровка выполняется при иной температуре, то это отклонение необходимо учитывать (напр., увеличив неопределенность измерений). Для этого нужно иметь данные по всей температурной характеристике прибора, в частности, полученные от производителя.

Настоятельно требуется, чтобы поршневые пипетки-дозаторы до калибровки достаточно долго находились в измерительном помещении (не меньше двух часов). Поскольку прямое измерение температуры пипетки невозможно, температура пипетки приравнивается к температуре окружающей среды. Вклад в неопределенность в связи с этим следует оценить.

8.7 Анализ систематических воздействий во время калибровки поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой

Объёмное дозирование в поршневой пипетке с воздушной подушкой представляет собой термодинамический процесс, который начинается с момента погружения наконечника пипетки в воду и заканчивается его вытаскиванием (разрывом столба жидкости).

Подробные описания приведены в отчётах [2] и [5].

Влияния зависят в первую очередь от размера воздушной подушки и от высоты подъёма в наконечнике пипетки. Ниже рассматриваются следующие воздействия:

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	18/26

- разность температур "вода – пипетка – воздух"
- относительная влажность воздуха
- давление воздуха

8.7.1 Разности температур воды – пипетки – воздуха

Разности между температурами воды, пипеток и воздуха в системе "пипетка / накопник" приводят к значительным воздействиям на дозируемый объём. Эти воздействия являются определяющими как вклад в бюджет неопределенности измерений.

Разность между температурами воздуха и воды во время калибровки должна быть меньше 0,5 К [4].

Однако для достижения наименьшей выдаваемой неопределенности измерений или при сравнительных измерениях и круговых сличениях разность температур не должна превышать 0,2 К. (На этом базируется прилагаемый бюджет неопределенности).

8.7.2 Относительная влажность воздуха

Влияние относительной влажности воздуха является важным критерием при определении условий окружающей среды (см. главу 8.4) и требует документирования в методике калибровки / руководстве по системе менеджмента качества.

Испарение калибровочной жидкости напрямую зависит от относительной влажности воздуха окружающей среды, поскольку во время процесса всасывания происходит испарение жидкости, и уже при малейших количествах испаряемой жидкости приводит к значительному вытеснению объёма в воздушной подушке (примерно в 1250 раз). Это влияние можно уменьшить путём пятикратного предварительного увлажнения.


Но для достижения наименьшей выдаваемой неопределенности измерений или при сравнительных измерениях и круговых сличениях следует соблюдать пределы отклонения относительной влажности воздуха в рамках $(50 \pm 5) \%$. (На этом базируется прилагаемый бюджет неопределенности).

8.7.3 Давление воздуха

Калибровка поршневых пипеток с воздушной подушкой на различных высотных отметках показала существенное влияние высоты над уровнем моря на результаты измерений. Влияние уровня высоты на результат калибровки поясняется в отчёте [3] и подтверждается экспериментальными исследованиями.

В этой связи см. также статью [2], где на основе теоретической модели доказывается, что дозированный объём заметно уменьшается на большой высоте из-за низкой плотности воздуха.

Для обеспечения сравнимости результатов калибровки необходимо вносить поправку на высоту расположения. Актуальное давление воздуха во время измерений должно указываться в сертификате калибровки.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	19/26

Изменение объема, которое образуется при калибровке в месте X2 (с давлением воздуха $\rho_{L,X2}$) по сравнению с местом X1 (с давлением воздуха $\rho_{L,X1}$), определяется по следующей формуле:

$$\Delta V = -V_T \cdot \rho_W \cdot g \cdot h_W \cdot \left(\frac{1}{\rho_{L,X2} - \rho_W \cdot g \cdot h_W} - \frac{1}{\rho_{L,X1} - \rho_W \cdot g \cdot h_W} \right) \quad (3)$$

Примечание: высоту подъема h_W можно с хорошим приближением принять одинаковой в обоих местах.

Для учёта общих метеорологических колебаний давления воздуха в бюджете неопределенности содержится вклад в размере ± 20 гПа (треугольное распределение). Поправка на это не вносится.

8.8 Повторяемость значений

В качестве показателя повторяемости принимается эмпирическое среднеквадратическое отклонение среднего значения ряда измерений, состоящего из 10 отдельных измерений. Эмпирическое среднеквадратическое отклонение характеризует разброс значений, измеренных при одних и тех же условиях во время калибровки поршневых пипеток-дозаторов и рассчитывается по следующей формуле:

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

Стандартная неопределенность измерений (уровень доверия среднего значения) для повторяемости рассчитывается согласно методу определения A (GUM) по следующей формуле (см. также [2]):


$$u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

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

Как правило, это обуславливает у многоканальных поршневых пипеток более высокое значение, чем у одноканальных.

8.9 Надбавка на обращение при проведении процедур

Надбавка на обращение с пипетками при проведении процедур является минимальным значением, которое не может быть уменьшено. Она отражает воздействия на дозируемый объем, возникающие при обращении с пипеткой во время калибровки, и учитывается в бюджете неопределенности в размере как минимум 0,07 % от номинального объема у одноканальных поршневых пипеток-дозаторов фиксированного объема и 0,1 % от номинального объема у одноканальных поршневых пипеток-

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	20/26

дозаторов переменного объёма и многоканальных пипеток (значения стандартной неопределённости, полученные из опыта).

Надбавка на обращение с пипетками при проведении процедур включает в себя различные воздействия, наиболее существенными из которых являются:

- механические воздействия
- влияние человеческого фактора
- теплота руки оператора
- транспортировка

8.9.1 Механические воздействия

Под понятием "Механические воздействия" подразумеваются, в частности, следующие факторы:

- гистерезис отсчётного механизма у пипеток переменного объёма (не у электронных пипеток)
- повторяемость хода поршня

8.9.2 Влияния человеческого фактора

Влияния человеческого фактора при калибровке поршневых пипеток очень сильно зависят от опыта и навыков оператора. Эти навыки следует развивать и поддерживать путём регулярной тренировки.

- Время выжидания после всасывания
- Равномерность ритма пипетирования
- Угол наклона пипетки при всасывании / выпуске содержимого
- Сила нажима (не у электронных пипеток)
- Глубина погружения

8.9.3 Теплота руки оператора

Как следующий фактор влияния следует учитывать также теплоту руки оператора, которая зависит от индивидуальных особенностей оператора и от конструкции пипетки. Из-за позиции поршня в поршневой пипетке теплота руки наиболее заметно влияет на результаты при номинальном объёме.

Для снижения влияния фактора "теплота руки" следует до минимума ограничить прямой контакт с калибруемым предметом.

Тепло от руки оператора обуславливает уменьшение объёма (временной дрейф). Если при калибровке возникает влияние от теплоты руки, то следует оценить величину этого влияния и учесть его в неопределённости измерений.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	21/26

8.9.4 Транспортировка


Влияние условий транспортировки на неопределенность измерений относится только к правильной упаковке и отправке поршневой пипетки, напр., минимизации возникающих при перевозке колебаний температуры и механических сотрясений.

9. Бюджеты неопределенности измерений

Указание: в приложениях приводятся три образца бюджета неопределенности.

- Приложение А Образец бюджета неопределенности для калибровки поршневых пипеток фиксированного объема, номинальный объем 1000 мкл
- Приложение В Образец бюджета неопределенности для калибровки поршневых пипеток переменного объема, номинальный объем 100 мкл
- Приложение С Образец бюджета неопределенности для калибровки многоканальных поршневых пипеток, номинальный объем 10 мкл

Указанные бюджеты неопределенности относятся к соответствующим номинальным объемам. Расширенная неопределенность измерений для среднего и нижнего контролируемого объема рассчитывается соответственно в виде 75 % и 50 % от расширенной неопределенности номинального объема.

	Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой	DKD-R 8-1	
		Выпуск:	12/2011
		Редакция:	0
		Страница:	22/26

10. Список литературы

- [1] H. WOLF: „Volumenbestimmung im Mikroliterbereich“, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB-Bericht PTB-Th Ex-16, Braunschweig, 2001
(Г. Вольф: "Определение объема в микролитровом диапазоне", PTB, Отчёт PTB Th Ex-16, Брауншвейг, 2001)*
- [2] K.-H. LOCHNER, R. FELDMANN, J. PFOHL: „Analyse der Einflussgrößen auf die Kalibrierung von Kolbenhubpipetten mit Luftpolster“, Expertenbericht DKD-E 8.2, 2013
(К.-Х. Лохнер, Р. Фельдманн, Й. Пфоль: "Анализ факторов влияния на калибровку поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой", экспертный отчёт DKD-E 8.2, 2013)*
- [3] CHR. SPÄLTI: „Einfluss der Höhenlage auf das Volumenergebnis einer Kolbenhubpipette mit Luftpolster“, Expertenbericht DKD-E 8.3, 2013
(Кр. Шпэлти: "Влияние высоты расположения на результат измерения объема поршневой пипетки-дозатора с воздушной подушкой", экспертный отчёт DKD-E 8.3, 2013)*
- [4] B. WERNER, U. BREUEL, N. SCHIERING: „Experimentelle Studie zur Kalibrierung von Kolbenhubpipetten mit Luftpolster“, Expertenbericht DKD-E 8.1, 2013
(Б. Вернер, У. Бройель, Н. Ширинг: "Экспериментальное исследование по калибровке поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой", экспертный отчёт DKD-E 8.1, 2013)*
- [5] K.-H. LOCHNER: „Untersuchung der Messgenauigkeit von Kolbenhubpipetten mit Luftpolster“ (Forschungsbericht AIF Nr. 9152), Forschungsgemeinschaft für Technisches Glas e.V., 19953
(К.-Х. Лохнер: "Исследование точности измерений поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой" (Научно-исследовательский отчёт AIF № 9152), Сообщество по исследованиям технического стекла, 19953)*
- [6] 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, 301-3093
(М. Танака и др.): "Рекомендуемая таблица плотности воды от 0 °C до 40 °C на базе последних отчётов об экспериментах", Метрология 2001, 38, 301-3093)*

** Перевод списка литературы приводится только для информации и не означает, что эти работы переведены на русский язык (прим. переводчика)*

Образец бюджета неопределённости для калибровки поршневых пипеток с воздушной подушкой и фиксированным объёмом

Номинальный объём 1000 мкл

Величина X_i	Наилучшее прибр. значение 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	0 мг	30 мкг	нормальное	2	15,000 мкг	0,001 мкл/мкг	0,015 мкл
Разреш. способность весов (с нагрузкой)	999,60 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкл/мкг	0,003 мкл
Разреш. способность весов (без нагрузки)	0,00 мг	5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 мкг	0,001 мкл/мкг	0,003 мкл
Дрейф температуры	0 мг	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,001 мкл/К	1,2E-04 мкл
Потери на испарение	0 мг	20 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	11,547 мкг	0,001 мкл/мкг	0,012 мкл
Температура / плотность воды							
Неопределённость термометра	21,60 °C	0,012 К	нормальное	2	0,006 К	0,21 мкл/К	0,001 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,21 мкл/К	0,024 мкл
Неопределённость плотности воды	997,86 кг/м ³	10 ppm	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,00001 мг/мкл	-1000 мкл ² /мг	-0,006 мкл
Температура воздуха							
Неопределённость термометра	21,8 °C	0,13 К	нормальное	2	0,065 К	0,0045 мкл/К	2,9E-04 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,0045 мкл/К	5,2E-04 мкл
Давление воздуха							
Неопределённость барометра	1008,0 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	6,9E-04 мкл
Влажность воздуха							
Неопределённость датчика влажности	53 % от.вл.	0,6 % от.вл.	нормальное	2	0,300 % от.вл.	0,0001 мкл/% от.	3,0E-05 мкл
Дрейф во время калибровки	0 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,0001 мкл/% от.	2,9E-04 мкл
Разность температур среда-пипетка-воздух	0,0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	2,2 мкл/К	0,254 мкл
Влажность воздуха	53 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,07 мкл/% от.	0,202 мкл
Давление воздуха	1008,0 гПа	20 гПа	треугольное	$\sqrt{6}$	8,165 гПа	0,014 мкл/гПа	0,114 мкл
Воспроизводимость	0 мг	0,67 мкл	нормальное	$\sqrt{10}$	0,211 мкл	1	0,211 мкл
Надбавка на обращение в рамках процедур	0 мг	0,70 мкл	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,404 мкл	1	0,404 мкл
Y (объём)	1002,9 мкл					$u(y) =$ $U(y) =$	0,57 мкл 1,2 мкл
						$w(y) =$ $W(y) =$	0,06 % 0,12 %

Образец бюджета неопределённости для калибровки поршневых пипеток с воздушной подушкой и переменным объёмом

Номинальный объём 100 мкл

Величина X_i	Наилучшее прибр. значение 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	0 мг	15 мкг	нормальное	2	7,500 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0075 мкл
Разреш. способность весов (с нагрузкой)	100.059 мг	0,5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0003 мкл
Разреш. способность весов (без нагрузки)	0.000 мг	0,5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0003 мкл
Дрейф температуры	0 мг	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,0001 мкл/К	1,2E-05 мкл
Потери на испарение	0 мг	10 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	8,660 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0087 мкл
Температура / плотность воды							
Неопределённость термометра	21.70 °C	0,012 К	нормальное	2	0,006 К	0,021 мкл/К	0,0001 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,021 мкл/К	0,0024 мкл
Неопределённость плотности воды	997.72 кг/м ³	10 ppm	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,00001 мг//мкл	-100 мкл ² /мг	-0,0006 мкл
Температура воздуха							
Неопределённость термометра	21.8 °C	0,13 К	нормальное	2	0,065 К	0,00045 мкл/К	2,9E-05 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,00045 мкл/К	5,2E-05 мкл
Давление воздуха							
Неопределённость барометра	1009,0 гПа	0,05 гПа	нормальное	2	0,025 гПа	0,00012 мкл/гПа	3,0E-06 мкл
Дрейф во время калибровки	0 гПа	1 гПа	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,577 гПа	0,00012 мкл/гПа	6,9E-05 мкл
Влажность воздуха							
Неопределённость датчика влажности	53 % от.вл.	0,6 % от.вл.	нормальное	2	0,300 % от.вл.	0,00001 мкл/% от.	3,0E-06 мкл
Дрейф во время калибровки	0 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,00001 мкл/% от.	2,9E-05 мкл
Разность температур среда-пипетка-воздух	0,0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,22 мкл/К	0,0254 мкл
Влажность воздуха	53 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,007 мкл/% от.	0,0202 мкл
Давление воздуха	1009,0 гПа	20 гПа	треугольное	$\sqrt{6}$	8,165 гПа	0,0012 мкл/гПа	0,0098 мкл
Воспроизводимость	0 мг	0,067 мкл	нормальное	$\sqrt{10}$	0,021 мкл	1	0,0211 мкл
Надбавка на обращение в рамках процедур	0 мг	0,10 мкл	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,058 мкл	1	0,0577 мкл
Y (объём)	100.38 мкл					$u(y) =$	0,071 мкл
						$U(y) =$	0,15 мкл
						$w(y) =$	0,07 %
						$W(y) =$	0,15 %

DKD-R 8.1 Калибровка поршневых пипеток-дозаторов с воздушной подушкой
Приложение С

Образец бюджета неопределённости для калибровки многоканальных поршневых пипеток с воздушной подушкой

Номинальный объём 10 мкл

Величина X_i	Наилучшее прибл. значение x_i	Половина ширины распределения a	Распределение вероятностей $P(x_i)$	Делитель k	Стандартная не- определённость $u(x_i)$	Коэффициент чувствительности c_i	Вклад в неопределённость $u_i(y)$
Весы / масса							
Неопределённость весов	0 мг	15 мкг	нормальное	2	7,500 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0075 мкл
Разреш. способность весов (с нагрузкой)	10.010 мг	0,5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0003 мкл
Разреш. способность весов (без нагрузки)	0.000 мг	0,5 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,289 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0003 мкл
Дрейф температуры	0 мг	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	1,0E-05 мкл/К	1,2E-06 мкл
Потери на испарение	0 мг	10 мкг	прямоугольное	$\sqrt{3}$	5,774 мкг	0,001 мкл/мкг	0,0058 мкл
Температура / плотность воды							
Неопределённость термометра	22.20 °C	0,012 К	нормальное	2	0,006 К	0,0021 мкл/К	1,3E-05 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,0021 мкл/К	0,0002 мкл
Неопределённость плотности воды	997.72 кг/м ³	10 ppm	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,00001 мг/мкл	-10 мкл ² /мг	-0,0001 мкл
Температура воздуха							
Неопределённость термометра	22.4 °C	0,13 К	нормальное	2	0,065 К	0,000045 мкл/К	2,9E-06 мкл
Дрейф во время калибровки	0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,000045 мкл/К	5,2E-06 мкл
Давление воздуха							
Неопределённость барометра	1009,0 гПа	0,05 гПа	нормальное	2	0,025 гПа	0,000012 мкл/гПа	3,0E-07 мкл
Дрейф во время калибровки	0 гПа	1 гПа	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,577 гПа	0,000012 мкл/гПа	6,9E-06 мкл
Влажность воздуха							
Неопределённость датчика влажности	53 % от.вл.	0,6 % от.вл.	нормальное	2	0,300 % от.вл.	0,000001 мкл/% от.	3,0E-07 мкл
Дрейф во время калибровки	0 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,000001 мкл/% от.	2,9E-06 мкл
Разность температур среда-пипетка-воздух	0,0 °C	0,2 К	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,115 К	0,019 мкл/К	0,0022 мкл
Влажность воздуха	53 % от.вл.	5 % от.вл.	прямоугольное	$\sqrt{3}$	2,887 % от.вл.	0,001 мкл/% от.	0,0029 мкл
Давление воздуха	1009,0 гПа	20 гПа	треугольное	$\sqrt{6}$	8,165 гПа	0,0003 мкл/гПа	0,0024 мкл
Воспроизводимость	0 мг	0,33 мкл	нормальное	$\sqrt{10}$	0,011 мкл	1	0,0105 мкл
Надбавка на обращение в рамках процедур	0 мг	0,10 мкл	прямоугольное	$\sqrt{3}$	0,006 мкл	1	0,0058 мкл
У (объём)	10.040 мкл					$u(y) =$	0,016 мкл
						$U(y) =$	0,032 мкл
						$w(y) =$	0,16 %
						$W(y) =$	0,32 %



Калибровка поршневых пипеток-дозаторов
с воздушной подушкой

Страница:

Выпуск:

Редакция:

25/25

DKD-R 8.1

12/2011

0