

ТАМШУЫР ДИСПЕНСЕРЛЕРІН КАЛИБРЛЕУ

АҢДАТПА

Бұл мақалада өлшеулердің белгісіздігін ескере отырып, тамшуыр диспенсерлерін калибрлеу процесі қарастырылады. Зерттеудің негізгі мақсаты өлшенетін көлемнің номиналды бақылау мәнінен ауытқуын анықтау болып табылады. Алынған өлшеу нәтижелерінің белгісіздігін бағалауды қоса алғанда, метрологиялық сенімділік Медициналық және фармацевтикалық практикадағы және т.б. сапалық маңызды метрологиялық критерийлер үшін шешуші болып табылады.

Түйінді сөздер: калибрлеу, өлшеу белгісіздіктері, тамшуыр диспенсерлері.

КАЛИБРОВКА ПИПЕТОЧНЫХ ДОЗАТОРОВ

АННОТАЦИЯ

В данной статье рассматривается процесс калибровки пипеточных дозаторов с учетом неопределенности измерений. Основной целью исследования является определение отклонения дозируемого объема от номинального контрольного значения. Метрологическая достоверность, включая оценку неопределенности полученных результатов измерений, является решающей для качественно важных метрологических критериев в медицинской и фармацевтической практике и т.д. При этом должна быть обеспечена метрологическая прослеживаемость к национальным или международным эталонам.

Ключевые слова: калибровка, неопределенности измерений, пипеточные дозаторы.

CALIBRATION OF PIPETTE DISPENSERS

ANNOTATION

This article discusses the calibration process of pipette dispensers, taking into account the uncertainty of measurements. The main purpose of the study is to determine the deviation of the dosed volume from the nominal control value. Metrological reliability, including the assessment of the uncertainty of the obtained measurement results, is crucial for qualitatively important metrological criteria in medical and pharmaceutical practice, etc. At the same time, metrological traceability to national or international standards should be ensured.

Keywords: calibration, measurement uncertainties, pipette dispensers

Одним из ключевых факторов, оказывающих существенное влияние на точность результатов количественного химического анализа, является процесс дозирования объемов жидкостей. Для обеспечения высокой точности дозирования, особенно при калибровке пипеточных дозаторов, требуется использование высокоточных весов, которые должны сочетать в себе три важных качества: точность, скорость и удобство эксплуатации. Точность взвешивания должна соответствовать международным метрологическим стандартам, а скорость работы весоизмерительных комплексов - требованиям оперативной и экономически целесообразной эксплуатации.

Важным этапом проверки точности дозаторов является анализ отклонения дозируемого объема от номинального контрольного значения. Многие производители рекомендуют проводить метрологическую проверку дозаторов каждые три месяца или после любого технического обслуживания. Калибровка - это совокупность операций, направленных на определение фактических значений метрологических характеристик дозирующих устройств. В лабораторной практике калибровка осуществляется гравиметрическим методом, при котором взвешивается дистиллированная вода, отмеренная с помощью калибруемого устройства.



Для дозирования объема пипеточных дозаторов используются специальные наконечники, насаживаемые на ствол пипетки. Допускается применение только новых, не использованных наконечников, рекомендованных производителем. Наконечники, так же, как и сами дозаторы, перед началом калибровки должны храниться в измерительном помещении не менее двух часов для обеспечения стабильности условий калибровки.

Гравиметрический метод калибровки является косвенным, поскольку масса жидкости пересчитывается на объем с учетом её плотности. Это осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ 28311-89 «Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний». Результаты измерений оцениваются по показателю точности, который включает в себя погрешность или неопределенность измерений. В соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий», при калибровке оценке подлежит не только погрешность, но и неопределенность измерений, что обеспечивает более полное представление о точности проведенной калибровки.

Неопределенность измерений – это показатель, который приводится вместе с результатом измерений. Она характеризует диапазон значений, который по рациональным соображениям может быть приписан измеряемой величине в процессе измерений. Т.е. параметр, связанный с результатом измерения, характеризующий разброс значений, которые могли бы быть обосновано приписаны к измеряемой величине. Метод выражения неопределенности - $a \pm U_a$, где, a – измеренная

величина, U_a – расширенная неопределенность, определяемая измерителем.

Неопределенность измерения, как правило, включает в себя много составляющих. Некоторые из них могут быть оценены из статистического распределения результатов ряда измерений и описаны выборочными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут быть описаны стандартными отклонениями, оценивают исходя из основанных на опыте предположений или иной информации о виде закона распределения.

Все составляющие неопределенности входных величин можно сгруппировать в две категории в соответствии со способом их оценивания. Выделяют неопределенность типа А и неопределенность типа В.

В работе описан алгоритм оценки неопределенности измерений при калибровке лабораторных дозирующих устройств в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.

Результат измерения объема, получаемый при калибровке, должен выражаться, как среднее значение измеряемой величины вместе с соответствующей неопределенностью измерений.

Согласно ISO/TR 20461:2000 «Определение погрешности при измерениях объема с применением гравиметрического метода» объем для базовой температуры 20 °С рассчитывается следующим образом:

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

где m – среднее арифметическое значение массы воды из десяти измеренных для одного номинального объема, кг;

ρ_W – плотность воды, кг/м³;
 ρ_L – плотность воздуха, кг/м³;
 ρ_G – плотность эталонных гирь, используемых для калибровки весов (соответствует 8000 кг/м³ – справочное значение по ГОСТ OIML R 111-1-2009);
 γ – коэффициент объемного расширения материала, из которого изготовлен дозатор (справочное значение для АБС-пластика соответствует $\alpha_c = 10 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$);
 t_M – температура дозатора во время калибровки, $^\circ\text{C}$;
 t_{M20} – стандартная температура, равная 20 $^\circ\text{C}$

Для оценки неопределенности измерений необходимо определить все факторы, влияющие на результат.

В качестве основных источников неопределенности принимают:

- массу пробы, определяемую с помощью весов;
- температуру воды, от которой зависит ее плотность;

- температуру;
- относительную влажность и атмосферное давление воздуха.

При оценке неопределенности следует учитывать среднеквадратическое отклонение результатов измерений, которое характеризует разброс значений при калибровке дозирующих устройств, проведенной в условиях повторяемости.

Математическая модель зависимости выходной величины от входных показателей при калибровке дозирующих устройств описывается уравнением:

$$U^2(V_{20}) = \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m}\right)^2 \cdot U^2(m) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial T}\right)^2 \cdot U^2(T) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_L}\right)^2 \cdot U^2(\rho_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t}\right)^2 \cdot U^2(t) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial p}\right)^2 \cdot U^2(p) + \bar{U}^2(V)^2,$$

Бюджет неопределенности от различных источников на примере одноканального пипеточного дозатора с варьируемым объемом дозирования 1000 мкл приведен в табл. 1.

**Таблица 1. Бюджет неопределенности измерений при калибровке пипеточного дозатора
 Номинальный объем 1000 мкл**

Величина X_i	Среднее арифметическое \bar{X}_i	Стандартная неопределенность $u(x_i)$	Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности c_i	Вклад неопределенности $u_i(y) = c_i \cdot u(x_i)$
Весы/масса Неопределенность весов	0 мг 996,9 мг	867 мкг	Прямоугольное	0,001 мкл/мкг	0,87 мкл
Температура/ плотность воды Неопределенность термометра	20,0 $^\circ\text{C}$	0,058 $^\circ\text{C}$	Прямоугольное	0,00077 мкл/ $^\circ\text{C}$	0,00045 мкл
Температура воздуха Неопределенность термометра	20,0 $^\circ\text{C}$	0,29 $^\circ\text{C}$	Прямоугольное	0,000017 мкл/ $^\circ\text{C}$	0,0000051 мкл
Давление воздуха Неопределенность барометра	99,7 кПа	0,4 кПа	Прямоугольное	0,00012 мкл/кПа	0,000048 мкл
Влажность воздуха Неопределенность датчика влажности	40%	1,73%	Прямоугольное	0,0001 мкл/%	0,00017 мкл
Повторяемость	0 мг	0,87 мкл	Нормальное	1	0,87 мкл
Надбавка на обращение в рамках процедур	0 мг	0,404 мкл	Прямоугольное	1	0,404 мкл

Расширенная неопределенность $U=2,6$ мкл

Общий алгоритм оценивания неопределенности измерений, подробно описанный в нормативных документах, является универсальным инструментом для различных задач метрологии. Он универсален, но достаточно сложен при решении конкретных измерительных задач. В работе описана последовательность шагов при оценке неопределенности измерений при калибровке лабораторных дозирующих устройств, используемых в количественном химическом анализе.

Приведен пример составления бюджета неопределенности при калибровке пипеточного дозатора номинальным объемом дозирования 1000 мкл.



СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Закон Республики Казахстан от 7 июня 2000 года N 53-II «Об обеспечении единства измерений»;
2. ГОСТ 28311-89 «Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний»;
3. ГОСТ 34100.3-2017 /ISO/IEC Guide 98-3:2008 «Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения».