NORMA TÉCNICA COLOMBIANA

NTC-ISO 8655-6

2014-10-27

EQUIPOS VOLUMÉTRICOS ACCIONADOS MEDIANTE PISTÓN.
PARTE 6: MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL ERROR DE MEDICIÓN

E: PISTON-OPERATED VOLUMETRIC APPARATUS. PART 6: GRAVIMETRIC METHODS FOR THE DETERMINATION OF MEASUREMENT ERROR

CORRESPONDENCIA:	esta norma es adopción Idéntica por traducción (IDT) a la ISO 8655-6:2002 y corrigendum 2009.
DESCRIPTORES:	equipos volumétricos, accionados con pistón; método gravimétrico; ensayo de conformidad; determinación del error.

I.C.S.: 17.060

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Bogotá, D.C. - Tel. (571) 6078888 - Fax (571) 2221435

Prohibida su reproducción

Editada 2014-11-06

PRÓLOGO

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, **ICONTEC**, es el organismo nacional de normalización, según el Decreto 2269 de 1993.

ICONTEC es una entidad de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es fundamental para brindar soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

La representación de todos los sectores involucrados en el proceso de Normalización Técnica está garantizada por los Comités Técnicos y el período de Consulta Pública, este último caracterizado por la participación del público en general.

La norma NTC-ISO 8655-6 fue ratificada por el Consejo Directivo de 2014-10-27.

Esta norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

A continuación se relacionan las empresas que colaboraron en el estudio de esta norma a través de su participación en el Comité Técnico 02 Metrología.

BELCORP S.A.
BTP MEDIDORES Y ACCESORIOS S.A.
EMPRESA DE LICORES DE CUNDINAMARCA
HIDROMÉTRICA S.A.
INDUSTRIAS SCHMETTERLING S.A.S.
INGEMET S.A.S.
INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGÍA
METROCAL LTDA.
METROLABOR LTDA.
ORGANISMO NACIONAL DE ACREDITACIÓN -ONAC-
PROASEM S.A.
SOANSES LTDA.
TEAM FOODS S.A.

Además de las anteriores, en Consulta Pública el Proyecto se puso a consideración de las siguientes empresas:

A´SELLASEG INGENIERÍA LTDA.
ACEITES Y GRASAS VEGETALES S.A. -ACEGRASAS, TEAM FOOD-
ADMECOL LTDA.
ALCANOS DE COLOMBIA S.A. E.S.P.
ALPINA PRODUCTOS ALIMENTICIOS S.A.
AMG E.U.
AQUIPET LTDA.
ASMECON Y/O JOSÉ MÁRLON VEGA TORRES
ASOCIACIÓN COLOMBIANA DE PRODUCTORES DE CONCRETO
ASOCIACIÓN COLOMBIANA DEL PESAJE -ASOPESAJE-
ASOCIACIÓN GREMIAL COLOMBIANA DE COMERCIALIZADORES DE GAS
ASOCIACIÓN NACIONAL DE CENTROS DE DIAGNÓSTICO AUTOMOTOR -ASO-CDA-
AUDIFARMA S.A.
AVE COLOMBIANA LTDA.
BÁSCULAS PROMETÁLICOS S.A.
C.I. AZÚCARES Y MIELES S.A.
CAJA DE COMPENSACIÓN FAMILIAR COMPENSAR
CAJA DE COMPENSACIÓN FAMILIAR DE RISARALDA
CÁLCULO Y CONSTRUCCIONES E.U.
CENTRAGAS S.C.A
CENTROAGUAS S.A. E.S.P.

CENTRORIENTE S.A.
CHALLENGER S.A.
CIBA ESPECIALIDADES QUÍMICAS S.A.
COATS CADENA S.A.
COLGATE PALMOLIVE CÍA.
COMPAÑÍA COLOMBIANA DE CERÁMICAS S.A.
COMPAÑÍA COLOMBIANA DE CLINKER S.A.
CORONA
CORPOICA
DISTRIBUCIONES, IMPORTACIONES Y REPRESENTACIONES LTDA.
ECOPETROL S.A.
EMPRESA COLOMBIANA DE CABLES S.A.
EMPRESA COLOMBIANA DE GAS -ECOGAS-
EMPRESA COLOMBIANA DE SOPLADO E INYECCIÓN -ECS S.A.-
EMPRESA DE ACUEDUCTO Y ALCANTARILLADO DE BOGOTÁ E.S.P.
ENGICAST LTDA.
EPM BOGOTÁ S.A. E.S.P.
EQUIPOS Y CONTROLES INDUSTRIALES S.A.
ESCOBAR & MARTÍNEZ S.A.
ESCUELA COLOMBIANA DE INGENIERÍA
ETERNA S.A.
EXTRUSIONES SCHULER LTDA.
FÁBRICA COLOMBIANA DE EXTINTORES MORENO Y ASOCIADOS LTDA.
FEDERACIÓN NACIONAL DE COMERCIANTES - FENALCO BOGOTÁ
FERTIABONOS S.A.
FF SOLUCIONES
FRIGORÍFICO GUADALUPE S.A.
FUNDACIÓN VALLE DEL LILI
GASEOSAS POSADA TOBÓN S.A.
GASES DE BOYACÁ Y SANTANDER S.A.
GRUPO ZAMBRANO S.A.
GUILLERMO POMBO & CÍA. E.U.
HOSPITAL SAN VICENTE ESE DE MONTENEGRO
HUNTSMAN COLOMBIA LTDA.
IGNACIO GÓMEZ IHM S.A.
IMPLEMENTOS Y PRODUCTOS TÉCNICOS LTDA.
INCOLBESTOS S.A.
INDUSTRIA COLOMBIANA DE LLANTAS S.A.
INDUSTRIA LICORERA DEL CAUCA
INDUSTRIA PARA LABORATORIOS S.A.
INDUSTRIAL DE TINTAS LTDA. -INDUSTINTAS-
INSTITUTO COLOMBIANO DE PRODUCTORES DE CEMENTO
INTERTEK CALEB BRETT COLOMBIA S.A.
LABORATORIO DE METROLOGÍA ICOB LTDA.
LABORATORIOS DE METROLOGÍA SIGMA EU
MATRICES TROQUELES Y MOLDES CÍA. LTDA.
METROLOGÍA Y CALIBRACIÓN METROCAL LTDA.
MULTIDIMENSIONALES S.A.
OCCIDENTAL DE COLOMBIA -OXY-
PHILIPS COLOMBIANA DE COMERCIALIZACIÓN S.A.
PICCOLINNI AROMAS Y SABORES LTDA.
PINTUCO
PINZUAR LTDA.
PRODUCTOS ALIMENTICIOS DORIA S. A.
PROFESIONALES CONTABLES EN ASESORÍA EMPRESARIAL Y DE INGENIERÍA LTDA. -PROASEM LTDA.-
PROFESIONALES DE LA SALUD S.A.
PROGEN PRODUCCIONES GENERALES S.A.
PROMIGAS S.A. E.S.P.
PROQUINAL S.A.
PURIFICACIÓN Y ANÁLISIS DE FLUÍDOS LTDA.
RECTICAR & CÍA. S. EN C.
SAYBOLT
SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE - SENA - REGIONAL BOGOTÁ-
SHELL COLOMBIA S.A.
SOCIEDAD ANDINA DE SERVICIOS ESPECIALIZADOS LTDA. -SOANSES-
STARTECH LTDA.
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO -SIC-
SUPERPOLO S.A.
SYNTOFARMA S.A.
TECNICONTROL S.A.
TERMOMETRÍA COLOMBIANA S.A.
TERPEL S.A.
TEXTILES SWANTEX S.A.
TOP SUELOS INGENIERÍA LTDA.
TRANSPORTADORA DE GAS DEL INTERIOR S.A. E.S.P.
UNILEVER ANDINA COLOMBIA LTDA.
UNIVERSIDAD DEL VALLE

UNIVERSIDAD ESCUELA DE ADMINISTRACIÓN Y FINANZAS

UNIVERSIDAD MANUELA BELTRÁN - LABORATORIO DE IDENTIFICACIÓN HUMANA
UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

ICONTEC cuenta con un Centro de Información que pone a disposición de los interesados normas internacionales, regionales y nacionales y otros documentos relacionados.

DIRECCIÓN DE NORMALIZACIÓN

CONTENIDO

Página

INTRODUCCIÓN 1

1. OBJETO 1

2. REFERENCIAS NORMATIVAS 1

3. TÉRMINOS Y DEFINICIONES 2

4. EQUIPOS 2

5. LÍQUIDO DE ENSAYO 3

6. CONDICIONES DE ENSAYO 3

6.1 GENERALIDADES 3

6.2 RECINTO DE ENSAYO 3

6.3 EVAPORACIÓN 4

6.4 TIEMPO DE CICLO DE ENSAYO 4

7. PROCEDIMIENTO 4

7.1 GENERALIDADES 4

7.2 PIPETAS ACCIONADAS MEDIANTE PISTÓN DE UN CANAL CON INTERFASE DE AIRE 5

7.3 PIPETAS TIPO PISTÓN MULTICANAL 8

7.4 PIPETAS TIPO PISTÓN DE DESPLAZAMIENTO POSITIVO 8

7.5 BURETAS TIPO PISTÓN 8

Página

7.6 DILUTORES 9

7.7 DISPENSADORES 10

8. EVALUACIÓN 11

8.1 CÁLCULO DE LA PÉRDIDA DE MASA 11

8.2 CÁLCULO DE LA MASA CORREGIDA DE CADA CANTIDAD SUMINISTRADA ...11

8.3 CONVERSIÓN DE LA MASA CORREGIDA A VOLUMEN 11

8.4 ERROR SISTEMÁTICO DE MEDICIÓN 12

8.5 ERROR ALEATORIO DE MEDICIÓN 12

8.6 INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN 13

9. REPORTE DE RESULTADOS 13

DOCUMENTO DE REFERENCIA 18

ANEXOS

ANEXO A (Normativo)
CÁLCULO DE VOLÚMENES A PARTIR DE LECTURAS DE BALANZA 15

ANEXO B (Informativo)
EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN SUMINISTRADO 16

ANEXO C (Informativo)
BIBLIOGRAFÍA 17

FIGURAS

Figura 1. Pipeteado del volumen de ensayo en el recipiente de pesaje 7

Figura 2. Esquema del procedimiento de ensayo para las pipetas tipo pistón con interfase de aire 7

Tabla 1. Requisitos mínimos para balanzas 2

EQUIPOS VOLUMÉTRICOS ACCIONADOS MEDIANTE PISTÓN. PARTE 6: MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL ERROR DE MEDICIÓN

INTRODUCCIÓN

La NTC-ISO 8655 trata las necesidades de:

- proveedores, como una base para el control de la calidad incluyendo, cuando sea apropiado, la expedición de las declaraciones del proveedor;

- laboratorios de ensayos y otros organismos, como una base para la certificación independiente;

- usuarios de equipos, para poder realizar verificaciones de rutina de la exactitud. Los ensayos especificados deberían llevarse a cabo por personal capacitado.

1. OBJETO

Esta parte de la NTC-ISO 8655 especifica el método de referencia para los ensayos de conformidad de equipos volumétricos accionados mediante pistón por el cual se determinan gravimétricamente los errores de medición. Los ensayos son aplicables a sistemas completos consistentes en el equipo básico y todas las partes seleccionadas para el uso con el equipo, desechables o reutilizables, involucrados en la medición mediante el proceso de toma (In) o emisión (Ex).

NOTA Los requisitos generales y definiciones de términos de equipos accionados mediante pistón se dan en la NTC-ISO 8655-1. Para los requisitos metrológicos, errores máximos permisibles, requisitos para el marcado y la información a suministrar a los usuarios de equipos volumétricos accionados mediante pistón, véase la NTC-ISO 8655-2 para pipetas accionadas mediante pistón, véase la NTC-ISO 8655-3 para buretas accionadas mediante pistón, véase la NTC-ISO 8655-4 para dilutores y véase la NTC-ISO 8655-5 para dispensadores. Los métodos de ensayo alternativos como los métodos fotométricos y de titulación son objeto de la NTC-ISO 8655-7.

2. REFERENCIAS NORMATIVAS

Los siguientes documentos normativos referenciados son indispensables para la aplicación de este documento normativo. Para referencias fechadas, se aplica únicamente la edición citada. Para referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento normativo referenciado (incluida cualquier corrección).

NTC-ISO 8655-1, Equipos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 1: Terminología, requisitos generales y recomendaciones de uso. (ISO 8655-1:2002 y Corrigendum 2008).

NTC-ISO 8655-2, Equipos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 2: Pipetas tipo pistón. (ISO 8655-2:2002 y Corrigendum 2008).

NTC-ISO 8655-3, Equipos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 3: Buretas tipo pistón. (ISO 8655-3:2002 y Corrigendum 2008).

NTC-ISO 8655-4, Equipos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 4: Dilutores. (ISO 8655-1:2002 y Corrigendum 2008).

NTC-ISO 8655-5, Equipos volumétricos accionados mediante pistón. Parte 5: Dispensadores. (ISO 8655-5:2002 y Corrigendum 2008).

ISO/TR 20461:2000, Determinación de la incertidumbre para las mediciones de volumen realizadas utilizando el método gravimétrico.

ISO 3696, *Water for Analytical Laboratory Use. Specification and Test Methods*.

ISO/IEC Guide 2, *Standardization and Related Activities. General Vocabulary.*

OIML R 76-1:1992, *Non-Automatic Weighing Instruments. Part 1: Metrological and Technical Requirements. Tests.*

3. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Para los fines de esta parte de la NTC-ISO 8655, se aplican los términos y definiciones dados en la normas NTC-ISO 8655-1, ISO/IEC Guía 2 y OIML R 76-1.

4. EQUIPOS

4.1 Balanza analítica o dispositivo de pesaje equivalente, con una resolución apropiada al volumen seleccionado del equipo sometido a ensayo (véase la Tabla 1).

Tabla 1. Requisitos mínimos para balanzas

Volumen seleccionado [a] del equipo equipo ensayado *V*	Resolución mg	Repetibilidad y linealidad mg	Incertidumbre estándar de medición mg
1 µl ≤ *V* ≤ 10 µl	0,001	0,002	0,002
10 µl < *V* ≤ 100 µl	0,01	0,02	0,02
100 µl < *V* ≤ 1 000 µl	0,1	0,2	0,2
1 ml < *V* ≤ 10 ml	0,1	0,2	0,2
10 ml < *V* ≤ 200 ml	1	2	2
[a] Para fines prácticos, puede utilizarse el volumen nominal para elegir la balanza.			

Si se conoce la incertidumbre estándar de medición de la balanza (por ejemplo, por el certificado de calibración de la balanza), ésta puede utilizarse en lugar de la repetibilidad y linearidad. La incertidumbre estándar de medición no debe ser mayor de dos o tres veces la resolución.

4.2 Recipientes de líquido, con capacidad suficiente para todos los líquidos de ensayo más probables necesarios para la serie completa de ensayos.

4.3 Recipiente de pesaje, adecuado para el procedimiento de ensayo seleccionado del numeral 7. Debe tenerse cuidado al considerar la pérdida de agua por evaporación durante los procesos de dispensación y pesaje.

Se recomienda que, especialmente para los equipos de ensayos para volúmenes más bajos, la relación altura-diámetro del recipiente de pesaje sea, al menos, 3:1 o que se utilice un recipiente de pesaje con tapa.

4.4 Dispositivo para medición de tiempo, con una incertidumbre estándar ≤ 1 s (véase la nota del numeral 4.7).

4.5 Termómetro, con una incertidumbre estándar ≤ 0,2 °C (véase la nota del numeral 4.7).

4.6 Higrómetro, con una incertidumbre estándar ≤ 10 % (véase la nota del numeral 4.7).

4.7 Barómetro, con una incertidumbre estándar ≤ 0,5 kPa (véase la nota del numeral 4.7).

NOTA Todas las incertidumbres se especifican utilizando un factor de cobertura *k* de 1.

5. LÍQUIDO DE ENSAYO

Se utiliza agua destilada o des ionizada conforme con la clase 3 como se especifica en la ISO 3696, desgasificada o libre de aire disuelto. El agua debe estar a temperatura ambiente (véase el numeral 6.2).

6. CONDICIONES DE ENSAYO

6.1 GENERALIDADES

Los equipos que se desmontan y se vuelven a montar de forma rutinaria dentro del campo de aplicación del uso al que están destinados (por ejemplo, para fines de limpieza) deben desmontarse y volverse a montar al menos una vez antes del ensayo de acuerdo con el manual de operación suministrado por el proveedor.

El equipo debe operarse como se especifica en el manual de operación suministrado por el proveedor.

6.2 RECINTO DE ENSAYO

El ensayo debe llevarse a cabo en un recinto sin corrientes de aire con un ambiente estable. El recinto de ensayo debe tener una humedad relativa mayor del 50 % y una temperatura constante (± 0,5 °C) entre 15 °C y 30 °C. Antes del ensayo, el equipo a ensayar y el agua de ensayo deben almacenarse durante un tiempo suficiente, al menos 2 h, para alcanzar el equilibrio con las condiciones del recinto.

NOTA Véase el numeral 8.3 para las correcciones a realizar cuando las lecturas de la balanza se convierten a volúmenes.

6.3 EVAPORACIÓN

Especialmente para volúmenes pequeños por debajo de 50 µl, los errores debidos a la evaporación del líquido de ensayo durante el pesaje deben tenerse en consideración. Excepto para el diseño del recipiente de pesaje (véase el numeral 4.3), el tiempo de ciclo de ensayo es importante.

Para mantener el error debido a la evaporación lo más pequeño posible, pueden considerarse los siguientes puntos adicionales, si se ensayan volúmenes inferiores a 50 µl:

- podría utilizarse una balanza con los accesorios apropiados como una trampa de evaporación; o

- el líquido de ensayo a ser pesado podría ser entregado en un tubo capilar, aunque este método no reproduce el método normal de uso y el usuario debería verificar por si mismo que existe correlación.

Considerando estos puntos, el error debido a la evaporación durante las series de mediciones, puede determinarse experimentalmente (véase el numeral 7.2.8) y compensarse matemáticamente (véase el numeral 8.1). La incertidumbre de esta compensación debería añadirse a la incertidumbre de medición.

6.4 TIEMPO DE CICLO DE ENSAYO

El tiempo de ciclo de ensayo (tiempo necesario para completar el pesaje de un volumen dispensado) debe mantenerse en un mínimo. Idealmente no debería exceder de 60 s. Es importante que éste sea regular, ambos, dentro de cada ciclo y tanto como sea posible de ciclo a ciclo, de forma que pueda aplicarse una confiable compensación matemática del error, debido a la evaporación durante las series de mediciones realizadas.

7. PROCEDIMIENTO

7.1 GENERALIDADES

7.1.1 Volumen de ensayo

En el caso de un equipo de volumen fijo, el volumen de ensayo es el volumen nominal. En el caso de un equipo de volumen variable (volumen seleccionable por el usuario), al menos deben ensayarse tres volúmenes:

- el volumen nominal;

- aproximadamente el 50 % del volumen nominal;

- el límite inferior del intervalo de volumen útil o el 10 % del volumen nominal (el que sea mayor).

La medición de más volúmenes es opcional. Los dispositivos instalados al equipo (por ejemplo, diales, escalas) deben ser suficientes para la selección del volumen de ensayo.

7.1.2 Número de mediciones por volumen de ensayo

Si los métodos gravimétricos de esta parte de la NTC-ISO 8655 se utilizan como ensayos de conformidad o ensayos tipo, por ejemplo antes de una declaración o certificación de conformidad, o si el método gravimétrico se utiliza como método de referencia, deben llevarse a cabo 10 mediciones para cada volumen de ensayo. Estas mediciones se utilizan para calcular el error sistemático y aleatorio de medición de acuerdo con el numeral 8.

Para el re-establecimiento de la conformidad, por ejemplo después de las reparaciones no efectuadas por el proveedor, deben desarrollarse también 10 mediciones a cada volumen.

Si se utiliza el método gravimétrico para otros fines, como el control de calidad del proveedor o el servicio post- venta del proveedor,

- el número de volúmenes de ensayo (véase el numeral 7.1.1),

- el número de mediciones por volumen y,

- donde aplique, el número de canales ensayados

puede cambiarse a un número apropiado. Los métodos de ensayo alternativos pueden utilizarse también para este fin, siempre que pueda demostrarse la correlación con el método de referencia especificado en esta parte de la NTC-ISO 8655, en cuyo caso el usuario debería elegir un número de mediciones para su confirmación metrológica basado en sus requisitos de exactitud.

7.1.3 Procedimiento de pesaje

El pesaje de equipos diseñados para suministrar (Ex) siempre deben permitir la dispensación del líquido de ensayo dentro del recipiente de pesaje. El equipo de pesaje de equipos diseñados para contener (In) siempre debe permitir la eliminación del líquido de ensayo del recipiente de pesaje. Un ejemplo de esto último es la etapa de toma de muestra en el uso de un dilutor.

7.1.4 Condiciones de ensayo durante el procedimiento de pesaje

Al principio y al final del procedimiento de pesaje, la temperatura del líquido de ensayo en su contenedor debe registrarse con una aproximación de 0,2 °C. La presión barométrica en el recinto de de ensayo debe registrarse con una aproximación de 1 kPa y la humedad relativa con una aproximación del 10 %.

7.2 PIPETAS ACCIONADAS MEDIANTE PISTÓN DE UN CANAL CON INTERFASE DE AIRE (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-2)

7.2.1 En el caso de pipetas accionadas mediante pistón, la aspiración y emisión del líquido es automática. El resto del procedimiento se lleva a cabo siguiendo el procedimiento descrito a continuación.

7.2.2 Se coloca el líquido de ensayo del contenedor de agua en el recipiente de pesaje a una profundidad de al menos 3 mm. Se registra la temperatura del líquido de ensayo, la presión barométrica y la humedad relativa del recinto de ensayo (véase el numeral 7.1.4). Si el recipiente de pesaje tiene una tapa, se ajusta.

NOTA La temperatura y la presión barométrica son necesarias para la elección del factor de corrección *Z* (véase el numeral 8.3 y el Anexo A); la humedad relativa no es necesaria para la evaluación, dado que los factores de corrección *Z* en el Anexo A aplican al intervalo de humedades relativas entre el 20 % al 90 %, pero es necesaria como información en el informe del ensayo [véase el numeral 9, punto d)].

7.2.3 Si se utiliza una pipeta tipo pistón de volumen variable, se establece el volumen de ensayo; este volumen no debe alterarse durante el ciclo de ensayo de 10 mediciones.

7.2.4 Se prepara la pipeta tipo pistón y el ciclo de ensayo como sigue:

a) Se coloca la punta seleccionada a la pipeta tipo pistón.

b) Se llena la punta con líquido de ensayo y se expulsa cinco veces para alcanzar un equilibrio de humedad en el volumen de aire muerto (véase la NTC-ISO 8655-1 numeral 3.1.8) de la pipeta tipo pistón de desplazamiento de aire.

c) Se coloca el recipiente de pesaje con su agua añadida en la bandeja de la balanza.

7.2.5 Se realiza el siguiente ciclo de ensayo (véanse las Figuras 1 y 2):

a) Se reemplaza la punta desechable de la pipeta tipo pistón.

b) Se llena la pipeta tipo pistón con el líquido de ensayo, sumergiendo su orificio de emisión de 2 mm a 3 mm por debajo de la superficie del agua. Se suelta el botón de operación lentamente, si se opera manualmente, y se saca la pipeta verticalmente y con cuidado de la superficie del agua. Se toca el orificio de emisión contra la pared lateral del recipiente con el líquido de ensayo.

c) Se expulsa el agua de desecho para pre-humedecer la punta y se vuelve a llenar la pipeta tipo pistón descrita en el literal b).

d) Se registra la masa m_0 del recipiente de pesaje con una aproximación a la indicación más estable como se muestra en la Tabla 1, o se tara la balanza a cero ($m_0 = 0$). Se pone en marcha el dispositivo de tiempo (esto puede omitirse si se utiliza un recipiente de pesaje con tapa).

e) Si el recipiente de pesaje tiene tapa, se quita. Se introduce el contenido de la pipeta en el recipiente de pesaje, tocando el extremo de emisión de la punta de la pipeta contra la pared interior del recipiente, justo encima de la superficie del líquido a un ángulo de aproximadamente 30° a 45° y arrastrándola aproximadamente de 8 mm a 10 mm a lo largo de la pared interior del recipiente de pesaje, para eliminar cualquier gota pequeña en o alrededor del orificio de la punta. Se vuelve a colocar la tapa si es aplicable.

   Cuando sea aplicable, se utiliza la característica de impulsión de la pipeta tipo pistón para expulsar la última gota de líquido antes de retirar el extremo de emisión de la punta a lo largo de la pared interna del recipiente de pesaje.

   Si es necesario remover el recipiente de pesaje de la bandeja de la balanza para permitir la emisión del volumen dispensado, debe evitarse el manejo excesivo y la posible contaminación mediante el uso de guantes libres de pelusa. Se devuelve el recipiente de pesaje a la bandeja de la balanza después del suministro

f) Se registra la masa m_1 del recipiente de pesaje, o si se taró de acuerdo a lo descrito en el numeral 7.2.4 c) la masa m_i de la cantidad suministrada.

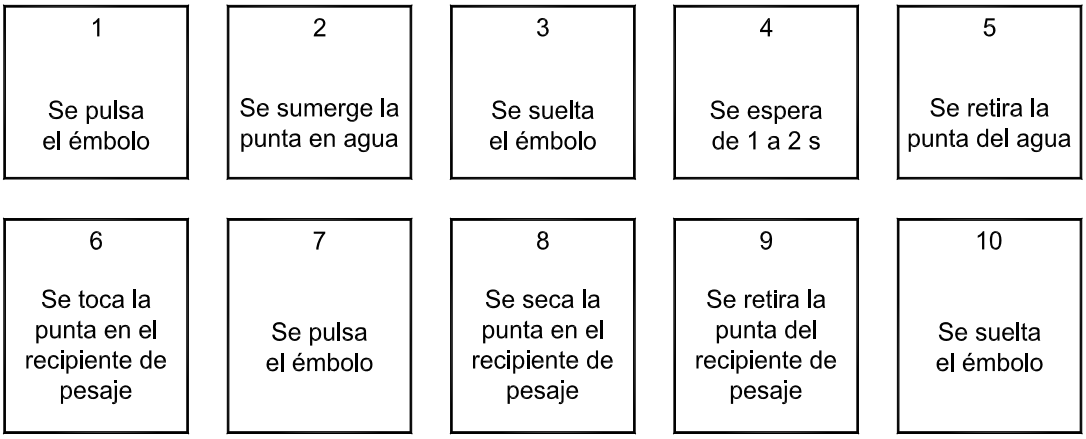


Figura 1. Pipeteado del volumen de ensayo en el recipiente de pesaje

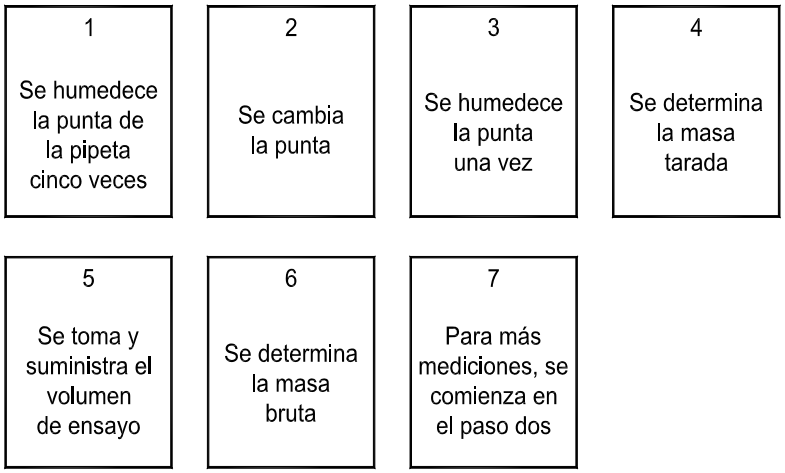


Figura 2. Esquema del procedimiento de ensayo para las pipetas tipo pistón con interfase de aire

7.2.6 Se repite el ciclo de ensayo descrito en el numeral 7.2.5 hasta que se hayan registrado 10 mediciones como una serie de masas de m_1 a m_{10}.

7.2.7 Tenga en cuenta el tiempo con una aproximación al segundo hasta completar los 10 ciclos de ensayo.

7.2.8 Después del último pesaje del numeral 7.2.6 se deja el recipiente de pesaje en la bandeja de la balanza para la medición del tiempo en el numeral 7.2.7 y se registra su masa m_{11}.

Si el recipiente de pesaje fue retirado de la bandeja de la balanza para permitir la emisión, se deja en la bandeja la mitad del tiempo medido en el numeral 7.2.7 y después se retira de la balanza y se deja reposar en el banco de trabajo durante la mitad del tiempo medido en el numeral 7.2.7.

Si el volumen de ensayo es > 50 µl o si se utiliza un recipiente de pesaje con tapa, se omiten los pasos de los numerales 7.2.7 y 7.2.8, ya que es innecesaria una corrección por la evaporación. A 50 µl y menores, se calcula la masa perdida de acuerdo con las instrucciones del proveedor.

7.2.9 Mida la temperatura del líquido de ensayo remanente con una aproximación de 0,2 °C y Calcule y anota la temperatura de ensayo media (véase el numeral 7.1.4).

7.2.10 Los valores obtenidos deben evaluarse de acuerdo con el numeral 8.

7.3 PIPETAS TIPO PISTÓN MULTICANAL (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-2)

Las pipetas tipo pistón multicanal son similares a las de un solo canal en que comprenden un conjunto de unidades de medida y emisión de un solo volumen operando todas simultáneamente mediante un mecanismo de una sola operación. Para los fines de este ensayo, cada canal debe considerarse como un canal simple y ensayarse y registrarse como tal.

Se llenan todos los canales de la pipeta multicanal por aspiración del líquido de ensayo. Se expulsa sólo el líquido aspirado por el canal sometido a ensayo en el recipiente de pesaje.

7.4 PIPETAS TIPO PISTÓN DE DESPLAZAMIENTO POSITIVO (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-2)

Las pipetas tipo pistón sin interfase de aire deben ensayarse de acuerdo con el numeral 7.2. Sin embargo, la rehumidificación multiplicada por cinco veces de la punta de la pipeta antes del ensayo y la prehumidificación antes de cada medición, es necesaria realizarla solo si es requerido por el proveedor. Sólo se cambian las puntas de la pipeta cuando se ensaya con pipetas de desplazamiento positivo del Tipo D2 (véase la NTC-ISO 8655-2). Limpie la punta de la pipeta en la pared del recipiente que contiene el agua después de la aspiración del líquido de ensayo y antes de su expulsión dentro del recipiente de pesaje, para eliminar las gotas del lado externo de la punta. Sin eliminar el líquido del interior de la punta de la pipeta, se elimina cualquier gota que todavía pueda estar presente después de la limpieza de la punta. Se siguen las instrucciones del proveedor en relación con el llenado de la punta de la pipeta sin burbujas de aire.

Se vacía el contenido de la punta de la pipeta en el recipiente de pesaje como se especifica en el literal 7.2.5 e).

7.5 BURETAS TIPO PISTÓN (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-3)

7.5.1 Preparación

Se debe Llevar a cabo el ensayo mediante la emisión dentro del recipiente de pesaje (véase el numeral 7.1.3). Se limpia cuidadosamente el recipiente de pesaje y se añade una pequeña cantidad de líquido de ensayo en él. Se coloca el recipiente de pesaje y su líquido de ensayo en la cabina de la balanza. Entonces se coloca la bureta sometida a ensayo, con su depósito ya lleno con el líquido de ensayo, lo más cerca posible de la balanza. Se dejan ambos al menos 2 h para alcanzar el equilibrio.

7.5.2 Procedimiento de ensayo

Se mide la masa del recipiente de pesaje y su líquido de ensayo y se considera este valor como la masa tarada antes de la primera medición.

Se carga la bureta tipo pistón, sin burbujas, con el líquido de ensayo del depósito, de acuerdo con las instrucciones del proveedor. Se suministra el líquido de ensayo de la bureta al recipiente de pesaje, hasta que se alcanza el volumen seleccionado. Si la bureta se controla automáticamente, se suministra el líquido de ensayo hasta que se alcanza el volumen preseleccionado y no se producen más emisiones. Se pesa el recipiente de pesaje de nuevo y se calcula la masa del líquido suministrado.

Cuando se ensayan volúmenes parciales (véase el numeral 7.1.1) del volumen nominal de la bureta tipo pistón, el pistón no necesita volver a la posición inicial (cero) antes de la siguiente medición. Asegurarse de que el límite de volumen superior del pistón y por tanto el volumen nominal de la bureta tipo pistón no se excede cuando se dispensa un volumen parcial.

Cuando se ensayan buretas tipo pistón – especialmente en el caso de ensayos automáticos – la limpieza del chorro de suministro en la pared del recipiente para eliminar las gotas puede ser imposible debido al sistema de ensayo individual. En estos casos, se establece que el pesaje se llevó a cabo sólo después de que una gota completa ya ha sido suministrada dentro del recipiente de pesaje desde el chorro de suministro.

El líquido de ensayo puede, por ejemplo, expulsarse a través de una punta extendida de forma que el vapor rompa y no se formen gotas.

Los valores obtenidos deben evaluarse de acuerdo con el numeral 8.

7.6 DILUTORES (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-4)

7.6.1 Generalidades

Dependiendo del diseño del dilutor sometido a ensayo, el volumen de muestra, el volumen del diluyente y/o el volumen total deben ensayarse para realizar 10 mediciones. Si el volumen de muestra (In) o el volumen de diluyente (Ex) se ensayan independientemente, el cilindro no ensayado debe ajustarse a cero o apagarse, si el diseño lo permite. Si no es así, sólo el volumen de muestra y el volumen total pueden ensayarse mediante las operaciones normales.

7.6.2 Preparación

Se limpia cuidadosamente el recipiente de pesaje (véase el numeral 4.3) y se añade una pequeña cantidad de líquido de ensayo. Si se mide la muestra tomada, el volumen de líquido debe ser al menos 15 veces el volumen aspirado en cada operación. Se considera la masa del recipiente incluyendo el líquido de ensayo antes de la primera medición como la masa tarada [véase también el literal c) del numeral 7.2.4]. Se coloca el recipiente de pesaje y su líquido de ensayo en la cabina de la balanza. Después se coloca el dilutor, con su sistema del diluyente llenado convenientemente y libre de burbujas de aire, tan cerca de la balanza como sea posible y se deja durante al menos 2 h para equilibrarlo.

Si se ensaya la toma de muestra, se fija el volumen de muestra del dilutor al volumen deseado para el ensayo, que puede ser el máximo o un volumen intermedio dentro del intervalo, y se apaga el sistema del diluyente, se ajusta a cero o al mínimo lo que sea más conveniente. Estos ajustes no se cambian durante la duración de las series de 10 mediciones.

Si se ensaya el diluyente o la emisión total, se apaga el sistema de toma de muestra, se ajusta a cero o se ajusta a cualquier volumen conveniente lo que sea más fácil. Se ajusta el volumen del diluyente o al volumen nominal o a un volumen intermedio dentro del intervalo. Estos ajustes no se cambian durante la duración de las series de 10 mediciones.

Cuando se ensayan dilutores con volúmenes de ensayo fijados menores de 50 µl, se debe prestar especial atención a la evaporación del líquido de ensayo del recipiente de pesaje, ya que esto puede conducir a errores sustanciales en la medición de masa suministrada (o residual, en el caso de la retirada por aspiración del líquido de ensayo). Pueden utilizarse balanzas como la mostrada en la Tabla 1 equipada con accesorios especiales (por ejemplo, trampas de evaporación).

7.6.3 Procedimiento de ensayo

Antes de llevar a cabo el ensayo, se realiza un ciclo completo de aspiración y suministro (si es necesario incluyendo el suministro de líquido de ensayo del sistema del diluyente) y se descarga el líquido de ensayo para desecharlo, para normalizar las condiciones de inicio. Se toca la sonda de toma y emisión contra el lado del recipiente de pesaje para eliminar las gotas alrededor de su orificio y se pesa el recipiente de pesaje para establecer su masa de inicio.

Se mide el volumen de muestra por aspiración del líquido de ensayo del recipiente de pesaje mediante la sonda de aspiración y suministro, y se registra la masa perdida del recipiente de pesaje. Se toca el final de la sonda contra la pared interna del recipiente de pesaje después de la aspiración para asegurar que no hay gotas adheridas al azar alrededor de su orificio. Se descarga la muestra aspirada, si es necesario con una cantidad de líquido de ensayo “diluyente”. Si es posible, se mide el volumen de diluyente utilizando el sistema de emisión de diluyente como un dispensador. De lo contrario, se mide el total del volumen de muestra junto con el volumen de diluyente.

NOTA Muchos diseños de dilutores permiten el uso como dispensadores mediante la inactivación del accesorio de aspiración de la muestra.

Si el volumen total se mide por aspiración del agua de ensayo del recipiente de pesaje y después se expulsa con líquido de ensayo “diluyente” de vuelta al recipiente de pesaje, el incremento en la masa se explicará por el líquido de ensayo “diluyente”. En cualquier otro caso, el incremento en la masa del recipiente de pesaje corresponde a un suministro individual del líquido de ensayo “diluyente”.

Durante la operación, debe asegurarse que el pistón no cruza los límites de golpe demasiado rápido, lo que podría provocar una breve apertura de la válvula de escape de resorte (salpicado causado por la fuerza de retroceso del flujo interrumpido abruptamente).

Los valores obtenidos deben evaluarse de acuerdo con el numeral 8.

7.7 DISPENSADORES (de acuerdo con la NTC-ISO 8655-5)

7.7.1 Preparación

Lleve a cabo el ensayo por suministro dentro del recipiente de pesaje (véase el numeral 7.1.3). Limpie cuidadosamente el recipiente de pesaje y añada una pequeña cantidad de líquido de ensayo en él. Coloque el recipiente de pesaje y su líquido de ensayo dentro de la cabina de la balanza. Luego, coloque lo más cerca posible de la balanza, el dispensador sometido a ensayo, con su depósito ya lleno con líquido de ensayo. Deje ambos durante al menos 2 h para alcanzar el equilibrio.

7.7.2 Procedimiento de ensayo

Después de realizar un primer suministro descartable, se limpia cualquier gota que pueda haberse formado en la boquilla de dispensación (similar a el manejo de las pipetas tipo pistón) y se vuelve a llenar el dispensador de acuerdo con las instrucciones del proveedor.

NOTA Debido al gran efecto de la velocidad del pistón en el resulta do de medición, cualquier información contenida en el manual de operaciones que considere la velocidad del pistón es particularmente importante (por ejemplo, la selección de la velocidad apropiada para el agua con equipos accionados eléctricamente).

Durante la operación, debe asegurarse que el pistón no cruza los límites de golpe demasiado rápido, lo que podría provocar una breve apertura de la válvula de escape de resorte (salpicado causado por la fuerza de retroceso del flujo interrumpido abruptamente).

Para dispensadores de emisiones múltiples (véase la NTC-ISO 8655-5), el pistón no se pone en su posición inicial entre cada uno de los 10 ciclos de ensayo si hay suficiente líquido de ensayo remanente para emitir la próxima dosis de ensayo.

Se utilizan los 10 volúmenes posteriores dispensados en el recipiente de pesaje para determinar los errores sistemáticos y aleatorios de medición (véase el numeral 8).

8. EVALUACIÓN

8.1 CÁLCULO DE LA PÉRDIDA DE MASA

Cuando se ha determinado una pérdida de masa por evaporación para aplicar una corrección del líquido de ensayo desde el recipiente de pesaje durante el ciclo de ensayo, calcule la masa perdida por ciclo mediante la utilización ya sea por medio de la ecuación (m_{10} - m_{11}) / 10 (véanse los numerales 7.2.6 y 7.2.8 para pipetas tipo pistón) o bien por otro método o ecuación apropiada, por ejemplo, la especificada por el proveedor.

8.2 CÁLCULO DE LA MASA CORREGIDA DE CADA CANTIDAD SUMINISTRADA

Si la aplicación de tara de la balanza no se ha utilizado, se calcula la masa de cada cantidad de suministro m_i por sustracción m_1 - m_0, m_2 - m_1,..., m_{10} - m_9. Se añade el valor de la masa perdida por ciclo calculada en el numeral 8.1 para cada cantidad suministrada m_i.

8.3 CONVERSIÓN DE LA MASA CORREGIDA A VOLUMEN

Los valores m_i obtenidos de acuerdo con el numeral 8.2 son lecturas de la balanza. Es necesaria una corrección que tenga en cuenta la densidad del agua y el empuje del aire para la conversión de las lecturas de la balanza m_i a volúmenes V_i. Deben aplicarse los factores de corrección Z especificados en el Anexo A, Tabla A.1, para la conversión.

NOTA Los factores de corrección Z dados en la Tabla A.1 tienen en cuenta la densidad del agua y el empuje del aire durante el pesaje a la temperatura de ensayo correspondiente.

Se convierte cada masa m_i obtenida del numeral 8.2 por aplicación de los factores de corrección Z de la Tabla A.1 a la temperatura y presión barométrica medias medidas en el numeral 7.1.4 y utilizando la ecuación (1):

$$V_i = m_i \times Z \qquad (1)$$

Se añaden juntos los 10 volúmenes (n = 10) suministrados V_i y se divide la suma por 10 para proporcionar el volumen medio $\overline{V}$ suministrado a la temperatura de ensayo. Este valor puede expresarse en microlitros o mililitros:

$$\overline{V} = \frac{1}{10} x \sum_{i=1}^{n} V_i \qquad (2)$$

Si la temperatura de ensayo es diferente de la temperatura de referencia (que es de 20 °C o 27 °C, véanse las NTC-ISO 8655-2, NTC-ISO 8655-3, NTC-ISO 8655-4 y NTC-ISO 8655-5) y si se conoce el factor de corrección de expansión térmica Y de los equipos volumétricos accionados mediante pistón, la ecuación (1) puede reemplazarse por la ecuación (3):

$$V_i = m_i \cdot Z \cdot Y \qquad (3)$$

Véase el Informe ISO/TR 20461 para más detalles.

8.4 ERROR SISTEMÁTICO DE MEDICIÓN

8.4.1 Cálculo

Se calcula el error sistemático e_S de los equipos volumétricos accionados mediante pistón en microlitros utilizando la ecuación (4):

$$e_s = \overline{V} - V_s \qquad (4)$$

o en porcentaje utilizando la ecuación (5):

$$e_s = 100\left(\overline{V} - V_s\right)/V_s \qquad (5)$$

en donde V_S es el volumen de ensayo seleccionado.

En el caso de equipos volumétricos accionados mediante pistón de volumen fijo, el volumen de ensayo V_s es el volumen nominal V_0 y V_s puede reemplazarse por V_0.

8.4.2 Evaluación de conformidad

Los errores máximos permitidos especificados en las partes 2 a 5 de la NTC-ISO 8655 siempre se aplican a todos los volúmenes seleccionables del intervalo de volumen útil de un equipo volumétrico accionado mediante pistón (véase por ejemplo la NTC-ISO 8655-2 numeral 7.4). En el caso de equipos volumétricos accionados mediante pistón de volumen fijo, donde el volumen ensayado V_s es idéntico al volumen nominal V_0 ($V_s = V_0$), los valores obtenidos de la ecuación (4) o (5) pueden compararse directamente con los errores absolutos o relativos máximos permitidos especificados en las partes 2 a 5 de la NTC-ISO 8655 y no deben exceder estos valores especificados.

Sin embargo, en el caso de equipos volumétricos accionados mediante pistón de volumen variable, y si el error relativo sistemático de medición se utiliza para la evaluación de la conformidad, debe reemplazarse V_S en el denominador de la ecuación (5) por V_0 y debe utilizarse la siguiente ecuación (6) para comparar el valor relativo obtenido, expresado como un porcentaje, con el valor específico en las partes 2 a 5 de la NTC-ISO 8655:

$$e_s = 100\left(\overline{V} - V_s\right)/V_o \qquad (6)$$

8.5 ERROR ALEATORIO DE MEDICIÓN

8.5.1 Cálculo

El error aleatorio de equipos volumétricos accionados mediante pistón se calcula como la desviación estándar tomada como repetibilidad s_r utilizando la ecuación (7):

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(V_i - \overline{V}\right)^2}{n-1}} \qquad (7)$$

donde n es el número de mediciones, en este caso n = 10.

Este error aleatorio puede expresarse también como porcentaje, mediante el coeficiente de variación, CV, utilizando la ecuación (8):

$$CV = 100\frac{s_r}{\overline{V}} \qquad (8)$$

8.5.2 Evaluación de conformidad

En el caso de equipos volumétricos accionados mediante pistón de volumen fijo, donde $V_s = V_0$, los valores obtenidos de las ecuaciones (7) u (8) pueden compararse directamente con los errores aleatorios máximos permitidos absolutos o relativos especificados en las partes 2 a 5 de la NTC-ISO 8655 y no deben exceder estos valores especificados.

Sin embargo, en el caso de equipos volumétricos accionados mediante pistón de volumen variable, y si el error aleatorio relativo de medición se utiliza para la evaluación de la conformidad, la ecuación (8) debe reemplazarse por la ecuación (9):

$$CV = 100\frac{s_r}{\overline{V}}\ x\ \frac{V_s}{V_o} \qquad (9)$$

8.6 INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

La incertidumbre de medición u puede evaluarse de acuerdo con el anexo B o con el Informe ISO/TR 20461.

9. REPORTE DE RESULTADOS

Debe anotarse al menos la siguiente información:

a) identificación del equipo volumétrico accionado mediante pistón por

- nombre del proveedor,
- nombre del tipo o número de modelo,
- número de serie,
- volumen nominal o intervalo de volumen útil;

b) bases del ajuste (Ex) o (In) y temperatura de referencia (20 °C o 27 °C);

c) identificación del tipo de punta y otros accesorios consumibles utilizados en el equipo volumétrico accionado mediante pistón para el ensayo;

d) condiciones de ensayo bajo las cuales se desarrolla el mismo, incluyendo la temperatura, presión barométrica y humedad relativa del recinto de ensayo;

e) referencia al procedimiento de ensayo de acuerdo con esta parte de la NTC-ISO 8655 o método de ensayo alternativo;

f) errores sistemáticos y aleatorios obtenidos para los volúmenes de ensayo;

g) fecha del ensayo;

h) identificación del responsable que realiza el ensayo.

ANEXO A
(Normativo)

CÁLCULO DE VOLÚMENES A PARTIR DE LECTURAS DE BALANZA

Los valores para el factor de corrección *Z* se dan en la Tabla A.1. Los factores de corrección *Z* pueden calcularse también de la ecuación (3) del Informe Técnico ISO/TR 20461:2000.

Tabla A.1 Factores de corrección *Z* para agua destilada como una función de la temperatura de ensayo y la presión del aire

Los valores *Z* en micro litros por miligramo

Temperatura °C	Presión del aire kPa						
	80	85	90	95	100	101,3	105
15,0	1,001 7	1,001 8	1,001 9	1,001 9	1,002 0	1,002 0	1,002 0
15,5	1,001 8	1,001 9	1,001 9	1,002 0	1,002 0	1,002 0	1,002 1
16,0	1,001 9	1,002 0	1,002 0	1,002 1	1,002 1	1,002 1	1,002 2
16,5	1,002 0	1,002 0	1,002 1	1,002 1	1,002 2	1,002 2	1,002 2
17,0	1,002 1	1,002 1	1,002 2	1,002 2	1,002 3	1,002 3	1,002 3
17,5	1,002 2	1,002 2	1,002 3	1,002 3	1,002 4	1,002 4	1,002 4
18,0	1,002 2	1,002 3	1,002 3	1,002 4	1,002 5	1,002 5	1,002 5
18,5	1,002 3	1,002 4	1,002 4	1,002 5	1,002 5	1,002 6	1,002 6
19,0	1,002 4	1,002 5	1,002 5	1,002 6	1,002 6	1,002 7	1,002 7
19,5	1,002 5	1,002 6	1,002 6	1,002 7	1,002 7	1,002 8	1,002 8
20,0	1,002 6	1,002 7	1,002 7	1,002 8	1,002 8	1,002 9	1,002 9
20,5	1,002 7	1,002 8	1,002 8	1,002 9	1,002 9	1,003 0	1,003 0
21,0	1,002 8	1,002 9	1,002 9	1,003 0	1,003 1	1,003 1	1,003 1
21,5	1,003 0	1,003 0	1,003 1	1,003 1	1,003 2	1,003 2	1,003 2
22,0	1,003 1	1,003 1	1,003 2	1,003 2	1,003 3	1,003 3	1,003 3
22,5	1,003 2	1,003 2	1,003 3	1,003 3	1,003 4	1,003 4	1,003 4
23,0	1,003 3	1,003 3	1,003 4	1,003 4	1,003 5	1,003 5	1,003 6
23,5	1,003 4	1,003 5	1,003 5	1,003 6	1,003 6	1,003 6	1,003 7
24,0	1,003 5	1,003 6	1,003 6	1,003 7	1,003 7	1,003 8	1,003 8
24,5	1,003 7	1,003 7	1,003 8	1,003 8	1,003 9	1,003 9	1,003 9
25,0	1,003 8	1,003 8	1,003 9	1,003 9	1,004 0	1,004 0	1,004 0
25,5	1,003 9	1,004 0	1,004 0	1,004 1	1,004 1	1,004 1	1,004 2
26,0	1,004 0	1,004 1	1,004 1	1,004 2	1,004 2	1,004 3	1,004 3
26,5	1,004 2	1,004 2	1,004 3	1,004 3	1,004 4	1,004 4	1,004 4
27,0	1,004 3	1,004 4	1,004 4	1,004 5	1,004 5	1,004 5	1,004 6
27,5	1,004 5	1,004 5	1,004 6	1,004 6	1,004 7	1,004 7	1,004 7
28,0	1,004 6	1,004 6	1,004 7	1,004 7	1,004 8	1,004 8	1,004 8
28,5	1,004 7	1,004 8	1,004 8	1,004 9	1,005 9	1,005 0	1,005 0
29,0	1,004 9	1,005 9	1,005 0	1,005 0	1,005 1	1,005 1	1,005 1
29,5	1,005 0	1,005 1	1,005 1	1,005 2	1,005 2	1,005 2	1,005 3
30,0	1,005 2	1,005 2	1,005 3	1,005 3	1,005 4	1,005 4	1,005 4

ANEXO B
(Informativo)

EVALUACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DEL VOLUMEN SUMINISTRADO

La calibración de un equipo dispensador de líquido accionado mediante pistón presenta dos fuentes de incertidumbre:

- la incertidumbre del proceso de emisión en sí mismo, relacionada con el equipo;

- la incertidumbre de medición del volumen suministrado por el método gravimétrico.

De acuerdo con la GUM (véase la referencia [1] en la Bibliografía), ambas contribuciones tienen que considerarse para la evaluación de la incertidumbre combinada de calibración. Por tanto, puede ser necesaria una evaluación para satisfacer un protocolo de evaluación de la calidad.

La experiencia muestra que la contribución de la evaluación de la incertidumbre resultante de la medición del volumen mediante equipos de medida gravimétricos es pequeña comparada con la que resulta del proceso de emisión, siempre que los instrumentos de medición (balanza, barómetro, termómetro, etc.) se utilicen de acuerdo con las especificaciones dadas en esta norma. Por tanto, es una buena práctica despreciar esta contribución a la evaluación de la incertidumbre, y dar sólo los errores sistemáticos y aleatorios de medición resultantes de una medición repetida diez veces del volumen suministrado para caracterizar el dispositivo de emisión.

Debería tenerse en cuenta que el error sistemático de medición no tiene influencia en la evaluación de la incertidumbre del volumen medido gravimétricamente. Es el resultado de la medición, junto con su error aleatorio, del volumen que caracteriza al volumen dispensado por el equipo dispensador.

Bajo las condiciones mencionadas anteriormente, puede utilizarse la siguiente ecuación simplificada, por ejemplo, para pipetas tipo pistón, para evaluar la incertidumbre *u* del volumen suministrado con el 95 % de nivel de confianza:

$$u = |e_s| + 2s_r \qquad \text{(B.1)}$$

Si es necesaria una consideración más detallada, por ejemplo para volúmenes muy pequeños o para equipos de emisión con una precisión muy alta, esta simplificación no es válida, y tiene que realizarse una completa evaluación de la incertidumbre combinada. Una descripción detallada de este procedimiento se da en el Informe Técnico ISO/TR 20461.

ANEXO C
(Informativo)

BIBLIOGRAFÍA

[1] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*, BUIPM, IEC, IFCC, ISO, INPAC, INPAP and OIML.

DOCUMENTO DE REFERENCIA

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Piston-Operated Volumetric Apparatus. Part 6: Gravimetric Methods for the Determination of Measurement Error*. Geneve, Switzerland, ISO, 2002, 22p (ISO 8655-6, y Corrigendum 2009).