

Physikalisch- Technische Bundesanstalt



**Directriz
DKD-R 8-2**

**Calibración de dispensadores
múltiples**

Edición 01/2018

<https://doi.org/10.7795/550.20190513B>



	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	2 / 22

Deutscher Kalibrierdienst (DKD) - Servicio Alemán de Calibración

Constituido en 1977, el DKD reúne a laboratorios de calibración de empresas industriales, de institutos de investigación, de autoridades técnicas, así como de instituciones de inspección y ensayo. El 3 mayo de 2011, se realizó la constitución del nuevo DKD como *Organismo Técnico* del PTB y de los laboratorios acreditados.

Este organismo técnico, o sea gremio, se denomina *Deutscher Kalibrierdienst* (DKD – Servicio Alemán de Calibración) y está bajo la dirección del PTB. Las directrices y guías elaboradas por el DKD representan el estado de la técnica en los respectivos campos técnicos y están a la disposición del organismo de acreditación alemán (Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (DAkKS)) para la acreditación de laboratorios de calibración.

Los laboratorios de calibración acreditados son acreditados y supervisados por la DAkKS como sucesora legal del organismo de acreditación del DKD. Realizan calibraciones de dispositivos de medición y de medidas materializadas para las magnitudes y rangos de medida establecidos durante la acreditación. Los certificados de calibración emitidos por estos laboratorios sirven como prueba de la trazabilidad a los patrones nacionales, tal como lo exige la familia de normas DIN EN ISO 9000 y la norma DIN EN ISO/IEC 17025.

Contacto:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)
Oficina del DKD
Bundesallee 100 D-38116 Braunschweig
Apartado de correos 33 45 D-38023 Braunschweig
Teléfono Oficina: +49 531 592 8021
Internet: www.dkd.eu

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	3 / 22

Sugerencia para citar la fuente:

Directriz DKD-R 8-2 Calibración de dispensadores múltiples, Edición 01/2018, Revisión 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig y Berlin.

DOI: 10.7795/550.20190513B

Esta obra, incluyendo cada una de sus partes, está protegida por derechos del autor y está sujeta a la licencia de usuario Creative Commons CC by-nc-nd 3.0

(<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). En este contexto, la expresión “no comercial” (NC) significa que la obra no debe ser distribuida o puesta a disposición del público con el fin de generar ingresos. La explotación de los contenidos para el uso comercial en laboratorios de calibración está expresamente permitida.



Autores: Los miembros del Subcomité Técnico *Volumen / Densidad*.

Publicado por el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) para el Servicio Alemán de Calibración (DKD) como resultado de la colaboración del PTB con el Comité Técnico *Mensurandos Químicos y Propiedades de los Materiales / Subcomité Volumen y Densidad* del DKD.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	4 / 22

Prefacio

Las Directrices del DKD son documentos de uso o aplicación en conformidad con los requisitos de la norma DIN EN ISO/IEC 17025. Las Directrices describen procesos técnicos, de procedimiento y de organización que sirven a los laboratorios de calibración acreditados como modelo para el establecimiento de procedimientos y reglamentos internos. Las Directrices del DKD pueden formar parte de los manuales de gestión de la calidad de los laboratorios de calibración. La implementación de las directrices garantiza que los dispositivos que han de ser calibrados se traten de forma igual en los distintos laboratorios de calibración y ayuda a mejorar la continuidad y la verificabilidad del trabajo de los laboratorios de calibración.

Las Directrices del DKD no deben impedir la continuidad del desarrollo de los métodos y de los procesos de calibración. Cuando existen motivos técnicos que lo justifiquen y de acuerdo con el organismo de acreditación, se permiten desviaciones respecto de las Directrices, así como la aplicación de métodos nuevos.

La presente Directriz fue elaborada por el Comité Técnico *Mensurandos Químicos y Propiedades de los Materiales / Subcomité Volumen / Densidad* en cooperación con el PTB y laboratorios de calibración acreditados.

En preparación de la Directriz, se llevaron a cabo dos estudios piloto en forma de ensayos interlaboratorios (ensayos de intercomparación). El primer estudio piloto (*Intercomparación para la calibración de los dispensadores manuales (desplazamiento directo), número de referencia V/0006/12*) sirvió para crear una base de datos extensa e incluyó mediciones de laboratorios de calibración acreditados con dos dispensadores múltiples mecánicos y dos dispensadores múltiples electrónicos, respectivamente. En una intercomparación siguiente (*Intercomparación para la calibración de los dispensadores manuales (desplazamiento directo), Parte 2 / Enfoque en el cambio de puntas, número de referencia V/0012/14*), se utilizaron los mismos objetos de calibración para realizar mediciones examinando la influencia del cambio de las puntas.

La presente Directriz fue elaborada por el Comité Técnico *Mensurandos Químicos y Propiedades de los Materiales* y aprobada por la junta directiva del DKD.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	5 / 22

Índice

Prefacio	4
1. Objetivo y ámbito de la aplicación	6
2. Símbolos	7
2.1 Abreviaturas y símbolos	7
2.2 Unidades	8
3. Definiciones.....	8
4. Objetivo de la calibración	9
5. Requisitos generales para la aptitud de calibración de dispensadores múltiples	9
5.1 Requisitos de la norma DIN EN ISO 8655	10
5.2 Requisitos provenientes de las informaciones del fabricante sobre el producto	10
5.3 Requisitos provenientes de la observación de la actividad de calibración	10
6. Condiciones ambientales	11
7. Procedimiento de calibración	12
7.1 Objetos a calibrar	12
7.2 Accesorios para la dosificación	12
7.3 Información adicional acerca de la calibración (como complemento a la DIN EN ISO 8655-6).....	12
8. Incertidumbre de medida.....	13
8.1 Informaciones generales	14
8.2 Contribuciones a la incertidumbre debidas a la balanza	15
8.3 Contribuciones a la incertidumbre “Temperatura del agua / Densidad del agua”	16
8.4 Contribuciones a la incertidumbre “Temperatura del aire y humedad relativa”	16
8.5 Contribución a la incertidumbre “Presión atmosférica”	16
8.6 Influencias relativas al sistema	17
8.7 Repetibilidad.....	18
8.8 Manejo / Dispositivo	18
8.9 Balances de incertidumbre	19
9. Bibliografía	19
Anexo A Dispensador mecánico con punta dispensadora 5 ml.....	20
Anexo B Dispensador motorizado con punta dispensadora 5 ml	21

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	6 / 22

1. Objetivo y ámbito de la aplicación

Esta directriz define los requisitos mínimos para el procedimiento de calibración, incluyendo la consideración de influencias especiales y las contribuciones a la incertidumbre de medida en la calibración de dispensadores múltiples.

Se aplica a la calibración de:

- dispensadores múltiples de desplazamiento directo (con y sin motor)

Esta directriz no se aplica a pipetas de pistón con función dispensadora.

Otras normas y reglamentos aplicables

DIN EN ISO 8655 Teil 1, 5, 6	Volumenmessgeräte mit Hubkolben (Traducción del título al español : Aparatos volumétricos accionados mediante pistón (Parte 1, 5, 6))
ISO/TR 20461	Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method, November 2000 / Technical Corrigendum 1, December 2008 (Traducción del título al español : Determinación de la incertidumbre para las mediciones de volumen realizadas utilizando el método gravimétrico, noviembre 2000 / Corrigendum Técnico 1, diciembre 2008)
JCGM 100: 2008	Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, September 2008 (Traducción del título al español : Evaluación de datos de medición — Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, septiembre 2008)
EURAMET cg-18	Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, Version 4.0 (11/2015) (Traducción del título al español : Guía para la Calibración de Instrumentos de Pesaje de Funcionamiento No Automático, versión 4.0 (11/2015))
EURAMET cg-19	Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration, Version 2.1 (03/2012) (Traducción del título al español : Guía para la determinación de la incertidumbre en la calibración gravimétrica de volumen, versión 2.1 (03/2012))
DIN ISO 3696	Wasser für analytische Zwecke, Anforderungen und Prüfungen, Juni 1991 (Traducción del título al español : Agua para fines analíticos, requisitos y ensayos, junio 1991)
DAkKS-DKD-3	Angabe der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, 1. Neuauflage 2010, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (Traducción del título al español : Indicación de la incertidumbre de medida para calibraciones, 1ª nueva edición 2010)

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	7 / 22

2. Símbolos

2.1 Abreviaturas y símbolos

Abreviaturas / Símbolos	Explicación
a_0 hasta a_4	Constantes (escala de temperatura ITS-90) para el cálculo de la densidad del agua
c	Coefficiente de sensibilidad
CV	Error aleatorio especificado como coeficiente de variación en porcentaje
e_s	Error sistemático
g	Aceleración de la gravedad
i	Índice numérico
k_1 hasta k_3	Constantes (escala de temperatura ITS-90) para el cálculo de la densidad del aire
m	La masa del líquido de prueba correspondiente a la diferencia de las indicaciones de la balanza
m_E	Pérdida por evaporación
n	Número de mediciones individuales
p_L	Presión atmosférica
s	Error aleatorio
t_w	Temperatura del líquido de prueba en °C
t_L	Temperatura del aire durante el pesaje en °C
t_{L0}	273,15 K = 0 °C
t_M	Temperatura del dispensador múltiple durante la medición en °C
t_{M20}	Temperatura de referencia del dispensador múltiple de 20 °C
u	Incertidumbre estándar
U	Incertidumbre expandida ($k = 2$)
V_0	Volumen nominal
V_S	Volumen seleccionado
V_{20}	Volumen a la temperatura de referencia de 20 °C
Z	Factor de corrección que describe la relación entre la masa determinada durante el pesaje y el volumen
ρ_L	Densidad atmosférica
ρ_W	Densidad del agua utilizada como líquido de prueba
ρ_G	Densidad de las pesas estándar utilizadas para calibrar la balanza (corresponde a 8000 kg/m ³)
ϕ	Humedad relativa
γ	Coefficiente de expansión cúbico del sistema completo compuesto por el dispositivo de dosificación y la punta dispensadora
TOL	Tolerancias para el error aleatorio

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	8 / 22

2.2 Unidades

Unidades	Explicación
µl	microlitro
ml	milímetro
g	gramo
mg	miligramo
K	kelvin
°C	grado Celsius
hPa	hectopascales
g/cm ³	gramo por centímetro cúbico
µl/mg	microlitro por miligramo

3. Definiciones

Certificado de calibración:

Los certificados de calibración documentan los resultados de las calibraciones, incluida su incertidumbre de medida. En la presente directriz, el término "certificado de calibración" se limita a los siguientes documentos:

- certificados de calibración de laboratorios de calibración cuyos organismos de acreditación son signatarios del ILAC-MRA (véase www.ilac.org)
- certificados de calibración de Institutos Nacionales de Metrología con entradas CMC (Apéndice C del CIPM MRA, véase www.bipm.org).

A título informativo, se enumeran los siguientes términos, definiciones y descripciones de la **DIN EN ISO 8655-1**:

Dispensadores:

Los dispensadores se utilizan para la administración repetida (dosificación) de volúmenes líquidos medidos. Los dispensadores de una sola carrera dispensan una dosis única de cada carrera de llenado. Los dispensadores múltiples o dispositivos con resolución gradual entregan varias dosis de cada carrera de llenado.

Volumen útil:

El volumen útil de un instrumento de medición de volúmenes con volumen variable es una parte del volumen nominal dentro del cual se pueden realizar dosificaciones, respetando los límites de error especificados en la norma ISO 8655. El límite superior del volumen útil es siempre el volumen nominal. A menos que el proveedor especifique lo contrario, el límite inferior es el 10 % del volumen nominal.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	9 / 22

Volumen seleccionado:

El volumen seleccionado V_S de un instrumento de medición de volúmenes con volumen variable es el volumen ajustado por el usuario para dosificar un volumen seleccionado del volumen útil de un instrumento con carrera de pistón. En caso de aparatos volumétricos de volumen fijo, el volumen seleccionado corresponde al volumen nominal.

De manera complementaria a la ISO 8655, el Subcomité Técnico *Volumen/Densidad* del Comité Técnico *Parámetros Químicos y Propiedades de los Materiales* del DKD adoptó la siguiente definición:

Volumen nominal

Según los fabricantes, el volumen de la punta es el volumen nominal.

En el caso de los dispensadores de operación manual, la calibración del volumen nominal no es metrológicamente posible.

Por esta razón, se elige como volumen nominal el volumen ajustable más alto en la combinación de dispensador y punta dispensadora.

4. Objetivo de la calibración

La calibración de dispensadores múltiples tiene por objeto determinar la desviación del volumen dosificado del volumen de prueba seleccionado. La exactitud metrológica, incluyendo la consideración de la incertidumbre de medida de los resultados de medición determinados, es fundamental para la aplicación de especificaciones metrológicas relativos a la calidad en las áreas de la medicina, farmacia, etc. Al mismo tiempo, debe garantizarse la trazabilidad metrológica de acuerdo con las normas nacionales o internacionales.

Nota: Para poder garantizar la comparabilidad de los resultados de calibración, se requieren ensayos interlaboratorios / mediciones comparativas a nivel nacional e internacional según DIN EN ISO/IEC 17025:2005. La base para la ejecución es la norma DIN EN ISO/IEC 17043:2010.

5. Requisitos generales para la aptitud de calibración de dispensadores múltiples

En lo que concierne la aptitud a ser calibrado de los dispensadores múltiples, los requisitos generales se pueden dividir en tres áreas principales:

- requisitos de la norma DIN EN ISO 8655
- requisitos de las informaciones del fabricante sobre el producto
- requisitos adicionales de la práctica habitual

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	10 / 22

5.1 Requisitos de la norma DIN EN ISO 8655

Para las calibraciones, los requisitos de las partes 1, 5 y 6 de la norma DIN EN ISO 8655 han de ser aplicados, a menos que se introduzca alguna restricción o clarificación adicional en la presente directriz.

5.2 Requisitos provenientes de las informaciones del fabricante sobre el producto

Estos requisitos varían según las especificaciones e informaciones sobre el producto proporcionados por el respectivo fabricante. Los requisitos más importantes incluyen:

- instrucciones de uso, exclusión de aplicaciones, cuidado y limpieza
- indicación del tipo y fabricante del dosificador
- instrucciones para insertar las puntas dispensadoras
- indicación de las puntas dispensadoras a utilizar o utilizables, indicando también los volúmenes correspondientes
- indicación de las especificaciones del fabricante con las tolerancias admisibles del error aleatorio y sistemático en relación con el ajuste (In/Ex) y la temperatura de referencia

5.3 Requisitos provenientes de la observación de la actividad de calibración

Los requisitos derivados de la práctica se refieren principalmente a la capacidad operativa inmediata del dispensador múltiple. Estos incluyen, entre otros:

- Etiquetado del dispensador múltiple con
 - o número de serie u otro número de identificación único
 - o fabricante y tipo
- Identificación de las puntas utilizadas
- Evitación de daños internos y externos, p. ej.
 - o grietas, fisuras
 - o desajuste inadvertido del selector o del contador (con dispensadores múltiples sin accionamiento por motor)
- Control del estado de carga del acumulador o de la batería y fiabilidad del sensor para detectar la punta del dispensador

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	11 / 22

- evitación de partículas de suciedad en el dispositivo de inserción para la punta del dispensador
- prueba de estanqueidad del sistema conforme a las especificaciones del fabricante

Requisitos para las puntas del dispensador o el sistema dispensador / punta dispensadora:

- utilización de puntas originales del fabricante o de puntas dispensadoras adecuadas con certificado de conformidad técnica
- limitación en la detección de las puntas dispensadoras de proveedores externos
- control de las puntas de dispensador para detectar posibles daños y partículas de suciedad
- estabilidad suficiente de las puntas dispensadoras en el dispositivo de inserción del dispensador múltiple de acuerdo con las instrucciones del fabricante

6. Condiciones ambientales

Para obtener resultados de medición precisos, la calibración debe realizarse bajo condiciones ambientales estables.

Las condiciones ambientales

- temperatura del aire
- humedad relativa
- presión atmosférica

tienen influencia sobre

- la tecnología de pesaje
- el objeto a calibrar
- el líquido de prueba

y, por lo tanto, una influencia significativa en el resultado de calibración del objeto a calibrar y la incertidumbre de medida asociada.

Un prerrequisito importante para la calibración consiste en respetar las condiciones ambientales especificadas mediante el uso de climatización. La calibración se realiza después de haber logrado un equilibrio de temperatura entre el objeto a calibrar y las condiciones ambientales. Se debe tener en cuenta un tiempo suficiente de al menos 2 horas para el ajuste del objeto a calibrar. Las condiciones ambientales en el momento de la calibración deben registrarse.

También se debe tener cuidado de que las fluctuaciones en las condiciones ambientales se observen y registren durante la calibración.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	12 / 22

7. Procedimiento de calibración

La calibración de los objetos de calibración se realiza según el método gravimétrico, de acuerdo con la norma DIN EN ISO 8655-6. Con este método, la masa del volumen de líquido se determina a partir del valor de pesaje, teniendo en cuenta el empuje aerostático, y se convierte en volumen por medio de su densidad. La trazabilidad metrológica del volumen se basa en la magnitud de medida “masa” como patrón de referencia. Una calibración completa comprende el registro metrológico de 10 valores de medición por volumen de prueba.

Como equipos de medición, se utilizan preferentemente balanzas analíticas. Los requisitos mínimos para las balanzas que deben utilizarse están especificados en la norma ISO 8655-6.

7.1 Objetos a calibrar

Los dispensadores múltiples están disponibles como instrumentos de medida mecánicos y motorizados. Una punta de dispensador que funciona según el principio de desplazamiento directo se inserta en el dispensador. Con muchos dispensadores, la punta es detectada por un sensor. El tamaño del volumen máximo dispensable siempre depende del sistema compuesto por dispensador y punta dispensadora. Con la mayoría de los dispensadores motorizados es posible dispensar el volumen total de la punta de una vez.

7.2 Accesorios para la dosificación

Para la dosificación de volumen mediante dispensadores múltiples se utilizan puntas dispensadoras. Por lo general, se utilizan puntas de dispensador no utilizadas.

Los tamaños típicos de las puntas dispensadoras varían de 0,1 ml a 50 ml.

La calibración debe realizarse solamente con una punta dispensadora de un tamaño. La selección debe efectuarse de acuerdo con los requerimientos del cliente. Si no se dispone de información correspondiente, deben seguirse las recomendaciones del fabricante.

7.3 Información adicional acerca de la calibración (como complemento a la DIN EN ISO 8655-6)

El primer paso de una serie de mediciones siempre se realiza después de la aspiración del volumen completo de la punta. Dependiendo de las instrucciones de uso, se puede desechar el primer paso. Los pasos siguientes se realizan inmediatamente después, sin rellenar. Sólo cuando el volumen restante de la punta ya no es suficiente para llevar a cabo el siguiente paso, se vuelve a aspirar el volumen completo. Si se detecta una mayor burbuja de aire después del primer llenado, hay que vaciar y rellenar la punta. Una pequeña burbuja de aire solo se debe a motivos técnicos y el bloqueo de la carrera restante impide que se escape. No influye el volumen de forma medible.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	13 / 22

El líquido siempre debe ser dispensado en la pared del recipiente (incluso al omitir el primer paso). Al dispensar el líquido, la punta debería formar un ángulo pequeño ($< 30^\circ$) con la pared del recipiente.

8. Incertidumbre de medida

La incertidumbre de medida es un parámetro que se indica junto con el resultado de la medición. La incertidumbre de medida es determinada por el procedimiento de medición y se asigna al resultado de la medición. La incertidumbre de medida caracteriza un rango de valores que se puede atribuir razonablemente a la magnitud de medida a través de la medición.

Por lo general, el cálculo de la incertidumbre de medida se realiza según la directriz internacional JCGM “Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement” o, respectivamente, según la directriz DAkKS/DKD “DAkKS-DKD-3”.

La incertidumbre de medida debería indicarse en porcentaje.

La ISO/TR 20461, para la determinación de la incertidumbre de medida según el método gravimétrico, se incluye al establecer el balance de incertidumbre. De acuerdo con la norma ISO/TR 20461, el volumen para la temperatura de referencia de 20°C se calcula de la siguiente manera:

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

Además, hay que considerar las fórmulas de cálculo para la densidad del agua y del aire. Para la incertidumbre de medida estándar se utiliza la siguiente ecuación:

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

El cálculo de los coeficientes de sensibilidad en la ecuación (2) está descrito en la norma ISO/TR 20461.

El siguiente diagrama de causa y efecto proporciona una amplia descripción de todos los factores considerados en la presente directriz que influyen en la incertidumbre de medida.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B		DKD-R 8-2	
			Versión:	01/2018
			Revisión:	0
			Página:	14 / 22

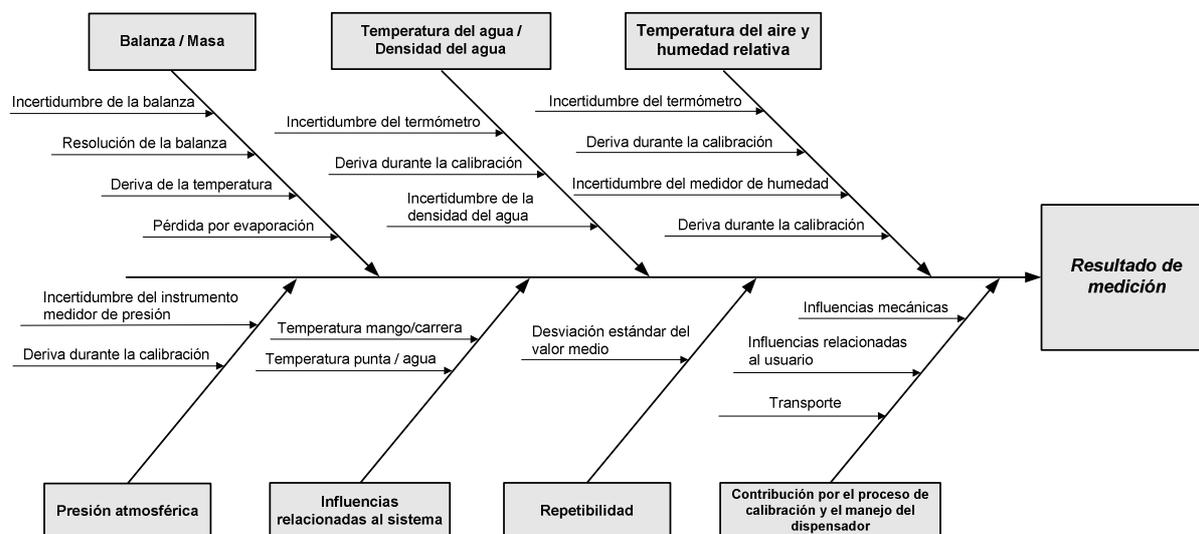


Fig. 1: Ilustración de las influencias a considerar en la estimación del valor esperado y de la incertidumbre de medida en la calibración de dispensadores múltiples

8.1 Informaciones generales

Los balances de incertidumbre acreditados para las magnitudes de medida y los procedimientos de calibración forman el prerrequisito para garantizar la comparabilidad nacional e internacional de los resultados de medición.

El establecimiento de los balances de incertidumbre para el método gravimétrico de calibración incluye:

- la optimización y definición del procedimiento de calibración
- la definición de condiciones ambientales concretas
- la evaluación metrológica de los distintos objetos de calibración de diferentes fabricantes de instrumentos
- la consideración de la contribución por el proceso de calibración y manejo del dispensador.

La contribución por el proceso de calibración y el manejo del dispensador depende del diseño y del operador. Esta contribución a la incertidumbre de medida está compuesta por componentes aleatorios y sistemáticos.

Si no es posible determinar con exactitud las influencias individuales sobre el resultado de la calibración y su incertidumbre de medida, las contribuciones de estas influencias a la incertidumbre deben estimarse y tenerse en cuenta. La base/fuente de esta estimación ha de ser especificada.

Las condiciones de medición de la calibración deberán describirse en la medida de lo posible, ya que las incertidumbres de medida también dependen de las condiciones de uso.

En las mediciones comparativas, se deben definir las condiciones de calibración para asegurar la comparabilidad de los resultados de medición.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	15 / 22

Las incertidumbres de medida descritas a continuación sirven como base para la determinación de las menores incertidumbres de medida asignables que se reflejan en la acreditación.

El término “menor incertidumbre de medida asignable” se define en la directriz DAkKs-DKD-3.

8.2 Contribuciones a la incertidumbre debidas a la balanza

Básicamente, se asume que las condiciones ambientales durante la calibración de la balanza y durante la calibración gravimétrica de los dispensadores son casi idénticas.

La tarea de calibración, el rango de medición y la resolución de la balanza, así como la incertidumbre de medida asociada han de ser armonizados para asegurar el uso específico del usuario de acuerdo con EURAMET cg-18. Se han de observar las recomendaciones de la ISO 8655, Parte 6.

La balanza debería ser calibrada según los requisitos del usuario, es decir, el rango de medida de la tarea de calibración debería corresponder al rango de pesaje calibrado.

Antes de la calibración gravimétrica de los dispensadores, se ha de asegurar la calibración de la balanza según EURAMET cg-18. De este modo, las contribuciones asignadas al pesaje, como la resolución de la balanza, la repetibilidad, la carga descentrada (si no se utiliza una balanza con trampa de evaporación) y la desviación de la pantalla, están incluidas en el certificado de calibración actual de la balanza.

El certificado de calibración de la balanza utilizada es la base para las siguientes consideraciones de la incertidumbre de medida del método gravimétrico. La contribución a la incertidumbre de medida “lectura” o, respectivamente, la “resolución de la balanza” se debe considerar dos veces en el balance de incertidumbre (pesaje tara y bruto). El resultado del pesaje es la diferencia de los valores de pesaje.

Dado que la calibración se efectúa según el método gravimétrico, la observación regular de la balanza es de gran importancia. Por lo tanto, habrá que realizar pruebas intermedias con pesas calibradas adecuadas dentro del período de calibración.

Una contribución adicional resulta de la deriva de la balanza que está debida al envejecimiento y al desgaste. Esta influencia puede determinarse a través de pruebas intermedias o mediante una recalibración. Por lo tanto, esta contribución se puede tener en cuenta después de observaciones a largo plazo y se pueden sacar las conclusiones correspondientes. En los balances de incertidumbre adjuntos esta contribución no está incluida.

Otra contribución que se debe tener en cuenta es la influencia de la temperatura ambiental de acuerdo con las indicaciones del fabricante. Esta contribución se puede encontrar en las especificaciones del fabricante.

Durante el proceso de dosificación con los objetos de calibración se producen superficies de líquido abiertas, lo que significa que la pérdida por evaporación debería tenerse en cuenta como contribución.

La pérdida por evaporación puede determinarse: También es posible estimarla en relación con el volumen del objeto a calibrar, sobre la base de la experiencia propia.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	16 / 22

8.3 Contribuciones a la incertidumbre “Temperatura del agua / Densidad del agua”

Antes y durante la calibración se debe asegurar que el agua utilizada no tenga burbujas y esté ajustada a la temperatura del aire (desviación de $\leq 0,5$ K). Al no ser así, la incertidumbre de medida debe ser adaptada.

El uso de sistemas de climatización correspondientes asegura cumplir con las condiciones ambientales especificados “temperatura del aire/humedad relativa” durante la calibración. Así, la estabilidad de la temperatura del agua se ve influenciada positivamente.

La temperatura del líquido de prueba utilizado (agua) se determina mediante un termómetro calibrado. El balance de incertidumbre toma en cuenta la incertidumbre del termómetro y la variación de la temperatura del agua ($< 0,2$ K) durante la calibración.

La influencia de la temperatura en el recipiente de pesaje puede despreciarse.

La incertidumbre para el cálculo de la densidad del agua según [1] se estima en $10 \cdot 10^{-6}$, ya que se desconoce la relación isotópica exacta y el contenido de gas. La densidad del agua se requiere para calcular el volumen del líquido de prueba.

8.4 Contribuciones a la incertidumbre “Temperatura del aire y humedad relativa”

Durante la calibración, las condiciones ambientales “temperatura del aire” y “humedad relativa” se realizan mediante climatización en parámetros preestablecidos. Los datos de medición de las condiciones ambientales se registran y se documentan utilizando termómetros y sensores de humedad adecuados y calibrados.

La densidad del aire puede calcularse según la ecuación (4) de la EURAMET cg-19.

Durante la calibración, las variaciones de la temperatura del aire deberían ser $\leq 0,5$ K.

La humedad relativa debería ser ≥ 45 %. Los bajos niveles de humedad favorecen la carga electroestática de las balanzas.

Nota: La calibración de dispensadores múltiples con incertidumbres de medida mínimas asignables obliga a mantener las condiciones ambientales dentro de límites de tolerancia pequeños.

8.5 Contribución a la incertidumbre “Presión atmosférica”

La presión atmosférica debería registrarse y documentarse con un barómetro de precisión calibrado. La presión atmosférica es una magnitud de medida necesaria para el cálculo de la densidad del aire y, por lo tanto, para el volumen. El barómetro de precisión utilizado debería tener una resolución de 1 hPa o mejor.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	17 / 22

8.6 Influencias relativas al sistema

En la mayoría de los casos, la unidad dosificadora de un dispensador múltiple está hecha de plástico de paredes finas. De ahí que la temperatura de las unidades dosificadoras durante la calibración se adapte casi por completo a la temperatura del líquido de prueba.

Con los plásticos que normalmente se utilizan, el líquido de prueba “agua” y la unidad de dosificación misma tienen un coeficiente de dilatación térmica similar (para las unidades de dosificación se tiene en cuenta la dilatación de la sección transversal). Por lo tanto, ambas dilataciones se compensan mutuamente (correlación negativa). Se trata de las dos influencias descritas en la ecuación (17) y la ecuación (20) de la ISO/TR 20461.

Si la dilatación de la sección transversal de la unidad de dosificación no se incluye en el balance de incertidumbre, entonces esto representa una estimación máxima de la influencia de la temperatura del líquido de prueba. Por consiguiente, la inclusión de la dilatación térmica de la sección transversal en el balance de incertidumbre puede omitirse.

A modo de ejemplo, los balances de incertidumbre en los anexos contienen una determinación correspondiente de estas influencias. En el balance de incertidumbre, están marcados con un asterisco y, en gran parte, se compensan entre sí.

El coeficiente de sensibilidad es el producto del volumen dosificado y del coeficiente cuadrático de dilatación del material de la punta dispensadora.

La dilatación térmica de la sección transversal de la punta puede estimarse en $260 \cdot 10^{-6} \cdot 1/K$ para materiales comunes.

La dilatación térmica del mango y de la parte superior que determinan la carrera no está correlacionada con la temperatura del agua. Por regla general, se utilizan componentes metálicos o de plásticos especiales para determinar la carrera. Para los dispositivos operados manualmente, se debe esperar un aumento máximo de la temperatura de unos pocos grados ($1\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $3\text{ }^{\circ}\text{C}$) en las partes del mango. El efecto de la desviación del volumen debido al calentamiento por la mano solamente constituye una pequeña fracción del aporte a la incertidumbre de medida por manejo e instrumento, y puede integrarse en este (véase punto 8.8).

A modo de ejemplo, los balances de incertidumbre que figuran en los anexos incluyen una determinación correspondiente de estas influencias. Allí, están marcadas con un asterisco doble. El coeficiente de sensibilidad es el producto del volumen dosificado y del coeficiente de dilatación lineal del material de los componentes que determinan la carrera.

Para los materiales comunes (plástico especial), la dilatación térmica de los componentes puede estimarse en $50 \cdot 10^{-6} \cdot 1/K$.

Si el volumen debe referirse a una temperatura de referencia que es diferente de la temperatura de medición (temperatura del líquido de prueba), tal como lo es el caso según la ecuación (6) de la ISO/TR 20461, es necesario conocer el coeficiente de dilatación térmica del sistema completo compuesto por dispensador y punta dispensadora, incluyendo la incertidumbre de este coeficiente.

En este caso, la incertidumbre resultante según ecuación (15) en la ISO/TR 20461 debe considerarse en el balance de incertidumbre. Dado que generalmente no se dispone de datos para la dilatación térmica del sistema completo, a diferencia de los instrumentos volumétricos de vidrio, se recomienda especificar la temperatura del agua como temperatura de referencia, de modo que se omita esta contribución.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	18 / 22

8.7 Repetibilidad

Bajo el término de repetibilidad se entiende la desviación típica empírica del valor medio de una serie de 10 mediciones individuales. La desviación típica empírica caracteriza la dispersión de los valores de medición bajo las mismas condiciones de medición durante la calibración de los instrumentos medidores de volúmenes mencionados. Se calcula utilizando la siguiente fórmula:

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

La incertidumbre típica de medida (intervalo de confianza del valor medio) de la repetibilidad se determina según el método de determinación A (GUM) y se calcula según la fórmula siguiente:

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

La experiencia nos enseña que la desviación típica experimental es aproximadamente un tercio de la tolerancia indicada por el fabricante para la repetibilidad (error aleatorio máximo).

Como mejor aproximación y consideración máxima, puede establecerse 1/3 de las tolerancias del fabricante para el error aleatorio del volumen de medición. Se aplica lo siguiente:

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

donde "TOL" corresponde a las tolerancias para el error de medición aleatorio en μl .

Se puede suponer una distribución normal.

8.8 Manejo / Dispositivo

Al calcular la incertidumbre de medida para un determinado tipo de instrumento, se debe tomar en cuenta el diseño del dispositivo ya que los componentes de la incertidumbre de medida (contribución por el instrumento y manejo) dependen de este tipo de diseño. Se recomienda tomar las tolerancias del fabricante de la exactitud y del coeficiente de variación CV como base para calcular la contribución por el manejo.

Como mejor aproximación y considerando todas las influencias para el manejo, se utiliza una contribución de incertidumbre que es igual a 1/10 de la tolerancia del fabricante. Esta contribución representa un valor mínimo que ha de ser respetado.

Se puede suponer una distribución rectangular.

	Calibración de dispensadores múltiples https://doi.org/10.7795/550.20190513B	DKD-R 8-2	
		Versión:	01/2018
		Revisión:	0
		Página:	19 / 22

Sobre la base de una evaluación estadística de tolerancias de fabricante seleccionadas, se recomiendan los siguientes valores para crear el balance de incertidumbre. Se trata de valores porcentuales que se refieren al volumen que se puede dispensar de la respectiva punta dispensadora.

Tamaño de la punta dispensadora	Contribución por el proceso de calibración y el manejo del dispensador
0,1 ml	0,15 %
0,2 ml	0,12 %
0,5 ml	0,09 %
1 ml / 1,25 ml	0,07 %
2,5 ml / 5 ml	0,06 %
> 5 ml	0,05 %

Se trata de valores mínimos. En la medida en que las experiencias adquiridas y las tolerancias del fabricante lo exijan, también se deberán elegir valores más grandes.

8.9 Balances de incertidumbre

Nota: Se han añadido dos balances de incertidumbre de medida como anexos.

Anexo A Dispensador mecánico con punta dispensadora 5 ml
(volumen máximo ajustable 1 ml)

Anexo B Dispensador motorizado con punta dispensadora 5 ml

La presente directriz DKD-R 8-2 forma la base para la práctica de calibración en los laboratorios de calibración acreditados en lo que concierne la calibración de dispensadores múltiples; además, expone cuáles son las influencias fundamentales en la incertidumbre de medida. Esto garantiza la comparabilidad entre los laboratorios de calibración y permite la realización de mediciones comparativas a nivel nacional e internacional. El objetivo consiste en incorporar los resultados del Subcomité Técnico del DKD, obtenidos en la preparación de las directrices, en el desarrollo de la norma DIN EN ISO 8655.

9. Bibliografía

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

Anexo A Dispensador mecánico con punta dispensadora 5 ml (volumen máximo ajustable 1 ml)

Magnitud X_i	Mejor estimación x_i	Mitad del ancho de la distribución a	Distribución de probabilidad $P(x_i)$	Divisor k	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad $ c_i $	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Balanza / Masa							
Incertidumbre de la balanza	996,81 mg	27 µg	estudiante	2,06	13,107 µg	0,001 µl/µg	0,013 µl
Resolución de la balanza (con carga)	0 mg	5 µg	rectángulo	$\sqrt{3}$	2,887 µg	0,001 µl/µg	0,003 µl
Resolución de la balanza (sin carga)	0 mg	5 µg	rectángulo	$\sqrt{3}$	2,887 µg	0,001 µl/µg	0,003 µl
Deriva de la temperatura	0 mg	0,5 K	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,289 K	0,001 µl/K	0,0003 µl
Pérdida por evaporación	0 mg	15 µg	rectángulo	$\sqrt{3}$	8,660 µg	0,001 µl/µg	0,009 µl
Temperatura del agua/Densidad del agua							
Incertidumbre del termómetro *	20,8 °C	0,012 K	normal	2	0,006 K	0,21 µl/K	0,001 µl
Deriva durante la calibración *	0 °C	0,2 K	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,115 K	0,21 µl/K	0,024 µl
Incertidumbre de la densidad del agua	998,03 kg/m ³	10 ppm	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,00001 mg/µl	1000 µl ² /mg	0,006 µl
Temperatura del aire *							
Incertidumbre del termómetro	21,0 °C	0,13 K	normal	2	0,065 K	0,0045 µl/K	0,0003 µl
Deriva durante la calibración	0 °C	0,5 K	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,289 K	0,0045 µl/K	0,001 µl
Presión atmosférica							
Incertidumbre del barómetro	996,0 hPa	0,05 hPa	normal	2	0,025 hPa	0,0012 µl/hPa	3,0E-05 µl
Deriva durante la calibración	0 hPa	1 hPa	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,577 hPa	0,0012 µl/hPa	0,001 µl
Humedad relativa *							
Incertidumbre del sensor de humedad	49 %	0,6 %	normal	2	0,300 %	0,0001 µl/%	3,0E-05 µl
Deriva durante la calibración	0 %	5 %	rectángulo	$\sqrt{3}$	2,887 %	0,0001 µl/%	0,0003 µl
Temperatura mango / carrera **							
Temperatura mango / carrera **	21,0 °C	2,5 K	rectángulo	$\sqrt{3}$	1,443 K	0,05 µl/K	0,072 µl
Temperatura punta / agua *	21,5 °C	0,2 K	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,115 K	0,26 µl/K	0,030 µl
Repetibilidad	0 µl	0,83 µl	normal	$\sqrt{10}$	0,264 µl	1	0,264 µl
Process-related handling contribution	0 µl	0,60 µl	rectángulo	$\sqrt{3}$	0,346 µl	1	0,346 µl
Y (Volumen)	1000,10 µl						
						$u(y) =$	0,44 µl
						$U(y) =$	0,89 µl
						$w(y) =$	0,044 %
						$W(y) =$	0,09 %

* / **En el capítulo 8.6 se da una explicación

+ El factor decisivo es el empuje ascensional del aire en la balanza / trampa de evaporación

Anexo B Dispensador motorizado con punta dispensadora 5 ml

Magnitud X_i	Mejor estimación x_i	Mitad del ancho de la distribución a	Distribución de probabilidad $P(x_i)$	Divisor k	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidad $ c_i $	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Balanza / Masa							
Incertidumbre de la balanza	4984,81 mg	75 µg	normal	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	37.500 µg	0,001 µl/µg	0,038 µl
Resolución de la balanza (con carga)	0 mg	5 µg	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	2,887 µg	0,001 µl/µg	0,003 µl
Resolución de la balanza (sin carga)	0 mg	5 µg	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	2,887 µg	0,001 µl/µg	0,003 µl
Deriva de la temperatura	0 mg	0,5 K	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,289 K	0,005 µl/K	0,001 µl
Pérdida por evaporación	0 mg	35 µg	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	20,207 µg	0,001 µl/µg	0,020 µl
Temperatura del agua/Densidad del agua							
Incertidumbre del termómetro *	20,8 °C	0,012 K	normal	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,006 K	1,05 µl/K	0,006 µl
Deriva durante la calibración *	0 °C	0,2 K	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,115 K	1,05 µl/K	0,121 µl
Incertidumbre de la densidad del agua	998,03 kg/m ³	10 ppm	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,00001 mg/µl	5000 µl ² /mg	0,029 µl
Temperatura del aire *							
Incertidumbre del termómetro	21,0 °C	0,13 K	normal	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,065 K	0,023 µl/K	0,001 µl
Deriva durante la calibración	0 °C	0,5 K	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,289 K	0,023 µl/K	0,006 µl
Presión atmosférica							
Incertidumbre del barómetro	996,0 hPa	0,05 hPa	normal	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,025 hPa	0,006 µl/hPa	1,5E-04 µl
Deriva durante la calibración	0 hPa	1 hPa	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,577 hPa	0,006 µl/hPa	0,003 µl
Humedad relativa *							
Incertidumbre del sensor de humedad	49 %	0,6 HR	normal	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,300 %	0,0005 µl/%	1,5E-04 µl
Deriva durante la calibración	0 %	5 %	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	2,887 %	0,0005 µl/%	0,001 µl
Temperatura mango / carretera **							
Temperatura mango / carretera **	21,0 °C	2,5 K	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	1,443 K	0,25 µl/K	0,361 µl
Temperatura punta / agua *	21,5 °C	0,2 K	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	0,115 K	1,30 µl/K	0,150 µl
Repetibilidad	0 µl	2,50 µl	normal	$\frac{\sqrt{10}}{\sqrt{3}}$	0,791 µl	1	0,791 µl
Contribución adicional por el manejo	0 µl	3,00 µl	rectángulo	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	1,732 µl	1	1,732 µl
Y (Volumen)	5000,3 µl						
						$u(y) =$	1,95 µl
						$U(y) =$	3,9 µl
						$w(y) =$	0,039 %
						$W(y) =$	0,08 %

*/ ** En el capítulo 8.6 se da una explicación
 * El factor decisivo es el empuje ascensional del aire en la balanza / trampa de evaporación



Editor:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Deutscher Kalibrierdienst
Bundesallee 100
38116 Braunschweig

www.dkd.eu
www.ptb.de