

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10505-6:2015

ISO 8655-6:2002

Xuất bản lần 1

**DỤNG CỤ ĐO THỂ TÍCH CÓ CƠ CẤU PITTÔNG -
PHẦN 6: XÁC ĐỊNH SAI SỐ PHÉP ĐO
BẰNG PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Piston-operated volumetric apparatus -
Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10505-6:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 8655-6:2002 và đính chính kỹ thuật 1:2008.

ISO 8655-6:2002 đã được phê duyệt lại năm 2013 với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10505-6:2015 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN/TC 48 *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10505:2015 (ISO 8655) Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông gồm các tiêu chuẩn sau:

TCVN 10505-1:2015 (ISO 10505-1:2002), Phần 1: Thuật ngữ, yêu cầu chung và hướng dẫn người sử dụng;

TCVN 10505-2:2015 (ISO 10505-2:2002), Phần 2: Pipet pittông;

TCVN 10505-3:2015 (ISO 10505-3:2002), Phần 3: Buret pittông.

TCVN 10505-4:2015 (ISO 10505-4:2002), Phần 4: Dụng cụ pha loãng

TCVN 10505-5:2015 (ISO 10505-5:2002), Phần 5: Dụng cụ phân phối định lượng

TCVN 10505-6:2015 (ISO 10505-6:2002), Phần 6: Xác định sai số phép đo bằng phương pháp khối lượng

TCVN 10505-7:2015 (ISO 10505-7:2005), Phần 7: Đánh giá tính năng của thiết bị không sử dụng phương pháp khối lượng.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này được sử dụng cho:

- Nhà cung cấp, làm cơ sở để kiểm soát chất lượng, bao gồm việc đánh giá sự phù hợp trong công bố của nhà cung cấp;
- Các phòng thử nghiệm và các tổ chức khác, làm cơ sở để chứng nhận độc lập;
- Người sử dụng thiết bị, để có thể kiểm tra độ chính xác theo định kỳ.

Các phép thử được qui định phải được thực hiện bởi kỹ thuật viên đã được đào tạo.

Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông -

Phần 6: Xác định sai số phép đo bằng phương pháp khối lượng

Piston-operated volumetric apparatus -

Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp tham chiếu đối với thử nghiệm sự phù hợp của các dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông, theo đó sai số của phép đo được xác định bằng phương pháp khối lượng. Việc thử nghiệm được áp dụng cho hệ thống hoàn chỉnh bao gồm dụng cụ, thiết bị chính và tất cả các bộ phận được chọn để sử dụng cùng với dụng cụ, dùng một lần hoặc tái sử dụng theo qui trình hút (In) hoặc xả (Ex).

CHÚ THÍCH Các yêu cầu chung và các thuật ngữ, định nghĩa được qui định trong TCVN 10505-1 (ISO 8655-1). Đối với các yêu cầu về đo lường, sai số cho phép lớn nhất, yêu cầu về ghi nhãn và thông tin cung cấp cho người sử dụng cho dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông, xem TCVN 10505-2 (ISO 8655-2) đối với pipet pittông, xem TCVN 10505-3 (ISO 8655-3) đối với buret pittông, xem TCVN 10505-4 (ISO 8655-4) đối với dụng cụ pha loãng và xem TCVN 10505-5 (ISO 8655-5) đối với Dụng cụ phân phối định lượng. Các phương pháp thử thay thế như các phương pháp trắc quang và phương pháp chuẩn độ được qui định trong TCVN 10505-7 (ISO 8655-7).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 6450 (ISO/IEC Guide 2), *Tiêu chuẩn hóa và các hoạt động có liên quan – Thuật ngữ chung và định nghĩa*

TCVN 10505-1:2015 (ISO 8655-1:2002), *Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông– Phần 1: Thuật ngữ, các yêu cầu chung và khuyến nghị người sử dụng*

TCVN 10505-6:2015

TCVN 10505-2:2015 (ISO 8655-2:2015), *Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông – Phần 2: Pipet pittông*

TCVN 10505-3:2015 (ISO 8655-3:2002), *Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông – Phần 3: Buret pittông*

TCVN 10505-4: 2015 (ISO 8655-4:2002), *Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông – Phần 4: Dụng cụ pha loãng*

TCVN 10505-5 (ISO 8655-5:2002), *Dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông – Phần 5: Dụng cụ phân phối định lượng*

ISO/TR 20461:2000, *Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method* (Xác định độ không đảm bảo đo của các phép đo thể tích bằng phương pháp khối lượng)

OIML R 76-1:1992 *Non-automatic weighing instruments – Part 1: Metrological and technical requirements – Tests* (Dụng cụ đo khối lượng phi tự động – Phần 1: Yêu cầu đo lường và kỹ thuật – Các phép thử).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa được qui định trong TCVN 10505-1 (ISO 8655-1), TCVN 6450 (ISO/IEC Guide 2) và OIML R 76-1.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 **Cân phân tích hoặc các dụng cụ đo khối lượng phù hợp, có độ phân giải phù hợp với dung tích được chọn của các dụng cụ cần thử (xem Bảng 1).**

Bảng 1 – Yêu cầu tối thiểu đối với cân

Dung tích được chọn ^a của dụng cụ cần thử	Độ phân giải	Độ lặp lại và độ tuyến tính	Độ không đảm bảo đo chuẩn
V	mg	mg	mg
$1 \mu\text{l} \leq V \leq 10 \mu\text{l}$	0,001	0,002	0,002
$10 \mu\text{l} \leq V \leq 100 \mu\text{l}$	0,01	0,02	0,02
$100 \mu\text{l} \leq V \leq 1\,000 \mu\text{l}$	0,1	0,2	0,2
$1 \text{ ml} \leq V \leq 10 \text{ ml}$	0,1	0,2	0,2
$10 \text{ ml} \leq V \leq 200 \text{ ml}$	1	2	2

^a Đối với yêu cầu thực hành, dung tích danh định có thể được sử dụng để chọn cân

Nếu biết độ không đảm bảo đo chuẩn của cân (ví dụ từ giấy chứng nhận hiệu chuẩn của cân) thì có thể sử dụng thay cho độ lặp lại và độ tuyến tính. Độ không đảm bảo đo chuẩn phải không được lớn hơn hai đến ba lần độ phân giải.

4.2 Bình chứa chất lỏng, với dung tích đủ để chứa chất lỏng cho toàn bộ các phép thử theo yêu cầu.

4.3 Bình cân, phù hợp với qui trình thử được chọn trong Điều 7. Phải thận trọng để tránh làm mất nước do bay hơi trong quá trình xả và cân.

Khuyến nghị rằng, đặc biệt đối với dụng cụ thử thể tích tối thiểu, tỉ lệ chiều cao/đường kính của bình cân phải ít nhất là 3:1 hoặc sử dụng bình cân có nắp đậy.

4.4 Dụng cụ đo thời gian, có độ không đảm bảo đo chuẩn ≤ 1 s (xem chú thích trong 4.7).

4.5 Nhiệt kế, có độ không đảm bảo đo chuẩn $\leq 0,2$ °C (xem chú thích trong 4.7).

4.6 Ẩm kế, có độ không đảm bảo đo chuẩn ≤ 10 % (xem chú thích trong 4.7).

4.7 Khí áp kế có độ không đảm bảo đo chuẩn $\leq 0,5$ kPa (xem chú thích trong 4.7).

CHÚ THÍCH Tất cả độ không đảm bảo đo được qui định sử dụng hệ số phủ $k = 1$.

5 Chất lỏng thử

Sử dụng nước cất hoặc nước khử ion Loại 3 theo qui định của TCVN 4851 (ISO 3696), đã được khử khí hoặc cân bằng không khí. Nước phải ở nhiệt độ phòng (xem 6.2).

6 Điều kiện thử

6.1 Qui định chung

Dụng cụ mà được tháo và lắp lại định kỳ trong phạm vi sử dụng (ví dụ, mục đích làm sạch) phải được tháo và lắp lại ít nhất một lần trước khi thử theo hướng dẫn vận hành của nhà cung cấp.

Dụng cụ phải được vận hành đúng theo hướng dẫn của nhà cung cấp.

6.2 Phòng thử

Phép thử phải được tiến hành trong phòng thoáng khí với môi trường ổn định. Phòng thử phải có độ ẩm tương đối trên 50 % và nhiệt độ ổn định ($\pm 0,5$ °C) trong khoảng từ 15 °C đến 30 °C. Trước khi thử, các dụng cụ để thử và nước thử phải được để trong phòng với thời gian cần thiết, tối thiểu là 2 h, để đạt cân bằng với các điều kiện phòng.

CHÚ THÍCH Xem 8.3 để hiệu chỉnh khi số đọc cân được qui đổi thành thể tích.

6.3 Sự bay hơi

Đặc biệt đối với các thể tích nhỏ hơn 50 μ , phải tính đến sai số do bay hơi của chất lỏng thử trong quá trình cân. Ngoài thiết kế của bình cân (4.3), thời gian chu kỳ thử là quan trọng.

TCVN 10505-6:2015

Để sai số do bay hơi là nhỏ nhất có thể, phải tính đến các yếu tố bổ sung sau đây nếu thể tích thử nhỏ hơn 50 µl:

- cân có các phụ kiện phù hợp như cửa chắn; hoặc
- chất lỏng thử để cân có thể được xả vào ống mao quản, mặc dù phương pháp này không thay cho phương pháp sử dụng thông thường và người sử dụng nên tự kiểm tra các vấn đề còn tồn tại.

Ngoài các yếu tố trên, sai số do bay hơi trong suốt quá trình đo có thể được xác định bằng thực nghiệm (xem 7.2.8) và được bù về mặt toán học (xem 8.1). Phải tính thêm độ không đảm bảo đo của phần bù này vào độ không đảm bảo của phép đo.

6.4 Thời gian chu kỳ thử

Thời gian chu kỳ thử (thời gian yêu cầu để hoàn thành việc cân một thể tích được xả) phải là tối thiểu. Thời gian lý tưởng không được vượt quá 60 s. Quan trọng là phải đều đặn, cả trong phạm vi mỗi chu kỳ và ngay khi có thể từ chu kỳ này đến chu kỳ khác, sao cho có thể áp dụng được phần bù toán học tin cậy của sai số do bay hơi trong suốt quá trình đo.

7 Cách tiến hành

7.1 Nguyên tắc chung

7.1.1 Dung tích thử

Trong trường hợp dụng cụ có một mức dung tích, thể tích thử là dung tích danh định. Trong trường hợp dụng cụ có nhiều mức dung tích (dung tích được chọn bởi người sử dụng), ít nhất ba thể tích phải được thử:

- dung tích danh định.
- khoảng 50 % dung tích danh định,
- giới hạn dưới của khoảng dung tích hiệu dụng hoặc 10 % dung tích danh định (tùy theo giá trị nào lớn hơn).

Việc đo các thể tích tiếp theo là không bắt buộc. Các thiết bị cài đặt của dụng cụ (ví dụ đồng hồ, thang đo) phải đủ để chọn thể tích thử.

7.1.2 Số lượng phép đo cho mỗi thể tích

Nếu phương pháp khối lượng của tiêu chuẩn này được sử dụng để thử nghiệm sự phù hợp hoặc thử loại, ví dụ, trước khi công bố hoặc chứng nhận sự phù hợp, hoặc nếu phương pháp khối lượng được sử dụng để đối chứng, phải tiến hành 10 phép đo đối với mỗi thể tích thử. Các phép đo này được sử dụng để tính toán sai số hệ thống và sai số ngẫu nhiên của phép đo theo Điều 8.

Để thiết lập lại sự phù hợp, ví dụ, sau việc sửa chữa không do nhà cung cấp thực hiện, cũng phải tiến hành 10 phép đo đối với mỗi dung tích.

Nếu phương pháp khối lượng được sử dụng cho các mục đích khác, như kiểm soát chất lượng của nhà cung cấp hoặc bảo hành sau bán hàng của nhà cung cấp,

- số lượng các dung tích thử (xem 7.1.1),
- số phép đo trên mỗi dung tích và,
- nếu sử dụng, số kênh được thử

có thể thay đổi với số lượng phù hợp. Cũng có thể sử dụng các phương pháp thử khác cho mục đích này, miễn là có thể chứng minh được là tương quan với phương pháp tham chiếu được quy định trong tiêu chuẩn này, trong trường hợp đó, người sử dụng nên chọn số lượng phép đo để xác định đặc tính đo lường được dựa trên yêu cầu về độ chính xác.

7.1.3 Qui trình cân

Việc cân đối với các dụng cụ dùng để xả (Ex) phải luôn bao gồm việc xả chất lỏng thử vào bình cân. Việc cân đối với dụng cụ dùng để chứa (n) phải luôn bao gồm việc hút chất lỏng thử từ bình cân. Trường hợp sau tương tự như bước lấy mẫu khi sử dụng dụng cụ pha loãng.

7.1.4 Điều kiện thử trong qui trình cân

Tại thời điểm bắt đầu và kết thúc qui trình cân, nhiệt độ của chất lỏng thử trong bình chứa phải được ghi với độ chính xác đến 0,2 °C. Áp suất khí quyển trong phòng thử phải được ghi với độ chính xác đến 1 kPa và độ ẩm tương đối chính xác đến 10 %.

7.2 Pipet pittông đơn kênh có mặt phân cách không khí (phù hợp với TCVN 10505-2 (ISO 8655-2))

7.2.1 Trường hợp pipet pittông tự động, việc hút và xả chất lỏng thử là tự động. Các thao tác còn lại của qui trình được tiến hành như sau.

7.2.2 Đổ chất lỏng thử từ bình chứa vào bình cân đến độ sâu ít nhất: 3 mm. Ghi lại nhiệt độ của chất lỏng thử, áp suất khí quyển và độ ẩm tương đối trong phòng thử (xem 7.1.4). Nếu bình cân có nắp thì đậy nắp lại.

CHÚ THÍCH Nhiệt độ và áp suất khí quyển là cần thiết để lựa chọn hệ số điều chỉnh Z (xem 8.3 và Phụ lục A); độ ẩm tương đối không cần thiết để đánh giá hệ số điều chỉnh Z trong Phụ lục A áp dụng cho khoảng độ ẩm tương đối từ 20 % đến 90 % nhưng cần thiết cho việc lập báo cáo thử nghiệm (xem Điều 9, mục d).

7.2.3 Nếu sử dụng pipet pittông có nhiều mức dung tích, chọn dung tích thử; việc đặt này không được thay đổi trong suốt chu kỳ thử 10 phép đo.

7.2.4 Chuẩn bị pipet pittông và chu kỳ thử như sau:

- a) lắp đầu hút được chọn vào pipet pittông

TCVN 10505-6:2015

- b) nạp chất lỏng thử vào đầu hút và xả năm lần để đạt cân bằng độ ẩm trong thể tích không khí chết [xem TCVN 10505-1 (ISO 8655-1:2002), 3.1.8] của pipet pittông loại dịch chuyển không khí.
- c) đặt bình cân với nước vào đĩa cân.

7.2.5 Thực hiện chu kỳ thử sau (xem Hình 1 và Hình 2):

- a) thay đầu hút dùng một lần của pipet pittông
- b) nạp chất lỏng thử vào pipet pittông, nhúng lỗ xả của pipet xuống dưới bề mặt nước từ 2 mm đến 3 mm. Nếu thao tác bằng tay, từ từ mở nút và cẩn thận rút pipet thẳng đứng ra khỏi nước. Khẽ chạm lỗ xả vào thành bên của bình chứa có chất lỏng thử.
- c) xả nước vào bình chứa để làm ướt lại đầu hút và nạp đầy lại pipet pittông như mô tả trong b).
- d) ghi khối lượng m_0 của bình cân đến vạch chia tối thiểu như trong Bảng 1, hoặc trừ bì cân đến "0" ($m_0=0$). Bắt đầu đo thời gian (bỏ qua nếu sử dụng bình cân có nắp).
- e) nếu bình cân có nắp thì bỏ nắp ra. Xả chất lỏng từ pipet vào bình cân, khẽ chạm đầu nút của pipet vào thành trong của bình ngay trên bề mặt chất lỏng một góc khoảng từ 30° đến 45° và di chuyển dọc theo thành trong của bình cân một khoảng từ 8 mm đến 10 mm để loại bỏ bất kỳ các giọt nước nào còn đọng lại quanh lỗ của đầu hút. Đậy nắp lại, nếu có.

Nếu có thể, sử dụng tính năng thổi của pipet pittông để xả bỏ giọt chất lỏng cuối cùng trước khi di chuyển đầu xả dọc theo thành trong của bình cân.

Nếu cần lấy bình cân ra khỏi đĩa cân để xả chất lỏng vào, phải tránh động tác thừa và khả năng nhiễm bẩn bằng cách sử dụng găng tay không có xơ. Đặt lại bình cân vào đĩa cân sau khi xả.

- f) Ghi khối lượng m_1 của bình cân, hoặc trừ bì theo bước 7.2.4 c) khối lượng m_t của lượng xả.

1 Nhấn pittông	2 Nhúng đầu hút vào nước	3 Thả pittông	4 Đợi 1 s đến 2 s	5 Nhấc đầu hút ra khỏi nước
6 Khẽ chạm đầu hút lên bình cân	7 Nhấn pittông	8 Lau đầu hút trên bình cân	9 Nhấc đầu hút ra khỏi bình cân	10 Nhả pittông

Hình 1 – Xả thể tích thử vào bình cân



Hình 2 – Sơ đồ quy trình thử pipet pittông có mặt phân cách không khí

7.2.6 Lặp lại chu kỳ thử được mô tả trong 7.2.5 đến khi thực hiện được 10 phép đo và ghi lại dãy các khối lượng từ m_1 đến m_{10} .

7.2.7 Ghi lại thời gian cần thiết để hoàn thành 10 chu kỳ thử, chính xác đến hai chữ số.

7.2.8 Sau lần cân cuối trong 7.2.6, đặt bình cân lên đĩa cân trong thời gian đo theo 7.2.7 và ghi lại là khối lượng m_{11} .

Nếu bình cân được lấy ra khỏi đĩa cân để xả, đặt nó lên đĩa trong một nửa thời gian trong 7.2.7 và sau đó lấy ra khỏi cân và để trên bề mặt làm việc trong một nửa thời gian được đo trong 7.2.7.

Nếu thể tích thử > 50 μl hoặc bình cân có nắp đậy, bỏ các bước 7.2.7 và 7.2.8 vì không cần thiết phải điều chỉnh sự bay hơi. Tại thể tích $\leq 50 \mu\text{l}$, tính khối lượng hao tổn theo hướng dẫn của nhà cung cấp.

7.2.9 Đo nhiệt độ chất lỏng thử còn lại với độ chính xác đến 0,2 $^{\circ}\text{C}$. Tính và ghi lại nhiệt độ thử trung bình. (xem 7.1.4).

7.2.10 Các giá trị ghi được phải được đánh giá theo Điều 8.

7.3 Pipet pittông đa kênh [theo TCVN 10505-2 (ISO 8655-2)]

Pipet pittông đa kênh tương tự như pipet đơn kênh ở chỗ chúng bao gồm các cơ cấu đo và xả một thể tích và hoạt động đồng thời bởi cơ cấu vận hành đơn. Để thử nghiệm, mỗi kênh phải được thử và báo cáo như là một kênh đơn.

Làm đầy tất cả các kênh của pipet đa kênh bằng cách hút chất lỏng thử. Chỉ xả chất lỏng thử được hút bởi kênh được thử vào trong bình cân.

7.4 Pipet dịch chuyển dương [theo TCVN 10505-2 (ISO 8655-2)]

Các pipet pittông không có mặt phân cách không khí phải được thử theo 7.2. Tuy nhiên việc làm ướt lại năm lần đầu hút pipet trước khi thử và làm ướt lại một lần trước mỗi phép đo chỉ cần được thực hiện nếu có yêu cầu của nhà cung cấp. Chỉ thay đầu hút của pipet khi thử pipet loại chuyển dịch dương Loại D2 [TCVN 10505-2 (ISO 8655-2)]. Lau đầu hút của pipet trên thành bình chứa nước sau khi hút chất lỏng thử trước khi xả vào bình cân để loại bỏ các giọt bên ngoài đầu hút. Tiếp tục loại bỏ bất kỳ

TCVN 10505-6:2015

giọt nào vẫn còn bám dính sau khi lau đầu hút mà không lấy chất lỏng từ bên trong. Sau đó loại bỏ bọt khí ở đầu hút của pipet theo hướng dẫn của nhà cung cấp.

Thổi đầu hút của pipet vào bình cân theo 7.2.5 e).

7.5 Buret pittông [theo TCVN 10505-3 (ISO 8655-3)]

7.5.1 Chuẩn bị

Tiến hành thử bằng cách xả vào trong bình cân (xem 7.1.3). Cần thận làm sạch bình cân và cho thêm một lượng nhỏ chất lỏng thử vào bình cân. Đặt bình cân và chất lỏng thử lên bàn cân. Sau đó đặt buret cần thử, với ống nạp chứa đầy chất lỏng thử, càng gần với cân càng tốt. Để ít nhất 2 h để đạt được sự cân bằng.

7.5.2 Qui trình thử

Đo khối lượng bình cân và chất lỏng thử và coi giá trị này là khối lượng bì trước khi thực hiện phép đo đầu tiên.

Nạp chất lỏng thử vào buret pittông từ ống nạp mà không có bọt khí theo hướng dẫn của nhà cung cấp. Xả chất lỏng thử từ buret vào bình cân, cho đến khi đạt được thể tích chọn. Nếu buret tự động, xả chất lỏng thử đến khi đạt được thể tích đã đặt và không xả thêm. Cân lại bình cân và tính khối lượng chất lỏng được xả.

Khi thử các thể tích thành phần (xem 7.1.1) của dung tích danh định của buret pittông, không cần đặt pittông về vị trí ban đầu ("0") trước phép đo tiếp theo. Phải bảo đảm giới hạn dung tích trên của pittông và dung tích danh định của buret pittông không bị vượt quá khi xả thể tích thành phần.

Khi thử buret pittông – đặc biệt trong trường hợp phép thử tự động – việc lau vòi xả trên thành bình để loại bỏ giọt chất lỏng có thể không thực hiện được do phép thử đã được cài đặt. Trong trường hợp như vậy, cần đảm bảo là việc cân chỉ được tiến hành sau khi kết thúc việc xả từ vòi xả vào bình cân.

Chất lỏng thử có thể, ví dụ, được xả qua đầu hút nối dài để tạo thành tia gián đoạn và không nhỏ giọt.

Các giá trị nhận được phải được đánh giá theo Điều 8.

7.6 Dụng cụ pha loãng [theo TCVN 10505-4 (ISO 8655-4)]

7.6.1 Qui định chung

Tùy theo thiết kế của dụng cụ pha loãng cần thử, thể tích mẫu, thể tích pha loãng và/hoặc thể tích tổng phải được thử bằng cách thực hiện 10 phép đo. Nếu thể tích mẫu (In) hoặc thể tích pha loãng (Ex) được thử độc lập, nếu thiết kế cho phép, xylanh không được thử phải được đặt về "0" hoặc khóa. Nếu không, chỉ có thể thử được thể tích mẫu và tổng thể tích bằng thao tác thông thường.

7.6.2 Chuẩn bị

Cẩn thận làm sạch bình cân (xem 4.3) và thêm một lượng nhỏ chất lỏng thử. Nếu cần đo ống hút mẫu, thể tích chất lỏng phải gấp ít nhất 15 lần thể tích cần hút ở mỗi thao tác. Coi khối lượng bình bao gồm chất lỏng thử trước khi thực hiện phép đo đầu tiên là khối lượng bì [xem 7.2.4 c)]. Đặt bình cân và chất lỏng thử lên bàn cân. Sau đó đặt dụng cụ pha loãng, với hệ thống xả, nạp chất pha không có bọt khí, càng gần với cân càng tốt và để tối thiểu 2 h để đạt cân bằng.

Nếu thử ống hút mẫu, đặt thể tích mẫu trong dụng cụ pha loãng tại giá trị cần thiết, có thể là thể tích lớn nhất hoặc thể tích trung bình trong phạm vi đo, tắt hệ thống pha loãng, đặt về "0" hoặc giá trị tối thiểu có thể. Không thay đổi các cài đặt này trong suốt quá trình thực hiện 10 phép đo.

Nếu thử việc xả chất pha loãng hoặc xả tổng thể, tắt hệ thống lấy mẫu, đặt về "0" hoặc bất kỳ thể tích thích hợp nào nhất có thể. Đặt thể tích chất pha loãng đến thể tích danh định hoặc thể tích trung gian trong khoảng giới hạn. Không thay đổi các cài đặt này trong suốt quá trình thực hiện 10 phép đo.

Khi thử dụng cụ pha loãng với thể tích cài đặt ít hơn 50 μ l, cần chú ý đặc biệt đến sự bay hơi của chất lỏng thử từ bình cân do điều này có thể dẫn đến sai số phụ trong phép đo khối lượng xả (hoặc phần dư, trong trường hợp thu hồi bằng cách hút chất lỏng thử). Có thể sử dụng cân phù hợp với Bảng 1 được lắp các phụ kiện đặc biệt (ví dụ cửa chặn).

7.6.3 Qui trình thử

Trước khi tiến hành thử, thực hiện một chu kỳ đầy đủ bao gồm việc hút và xả (nếu cần thiết bao gồm việc xả chất lỏng thử từ hệ thống pha loãng) và xả bỏ chất lỏng thử, để chuẩn hóa các điều kiện ban đầu. Chạm ống hút và ống xả vào thành bình cân để loại bỏ các giọt quanh lỗ xả và cân bình cân để xác định khối lượng ban đầu.

Đo thể tích mẫu đo bằng cách hút chất lỏng thử từ bình cân qua ống hút và xả, và ghi khối lượng tổn hao từ bình cân. Chạm đầu của ống vào thành trong của bình cân sau khi hút để bảo đảm không còn các giọt ngẫu nhiên bám dính quanh lỗ của nó. Xả bỏ mẫu đã hút, nếu cần thiết với một lượng chất lỏng thử "pha loãng". Nếu có thể, đo thể tích chất pha loãng bằng hệ thống xả chất pha loãng như dụng cụ phân phối định lượng. Mặt khác, đo tổng thể tích mẫu và thể tích chất pha loãng.

CHÚ THÍCH Nhiều thiết kế cho phép dụng cụ pha loãng được sử dụng như là dụng cụ phân phối định lượng bằng cách ngắt chức năng hút mẫu.

Nếu thể tích tổng được đo bằng cách hút nước thử từ bình cân và sau đó xả chất lỏng thử "pha loãng" trở lại vào bình cân, sự gia tăng về khối lượng sẽ được tính cho chỉ chất lỏng thử "pha loãng". Trong trường hợp khác, sự gia tăng về khối lượng của bình cân tương ứng với việc chỉ xả chất lỏng thử "pha loãng".

Trong suốt quá trình thực hiện, phải bảo đảm rằng pittông không được chạm đến giới hạn của hành trình một cách đột ngột do có thể gây ra việc mở nhanh van xả tải trọng lò xo (việc phun tóe do phản lực của dòng bị dừng đột ngột).

TCVN 10505-6:2015

Các giá trị nhận được phải được đánh giá theo Điều 8.

7.7 Dụng cụ phân phối định lượng [theo TCVN 10505-5 (ISO 8655-5)]

7.7.1 Chuẩn bị

Tiến hành thử bằng cách xả vào bình cân (xem 7.1.3). Cần thận làm sạch bình cân và thêm vào một lượng nhỏ chất lỏng thử. Đặt bình cân và chất lỏng thử lên bàn cân. Sau đó đặt dụng cụ phân phối định lượng cân thử, với bình chứa được nạp đầy chất lỏng thử để càng gần với cân càng tốt. Để ít nhất 2 h để đạt được sự cân bằng.

7.7.2 Qui trình thử

Sau khi thực hiện xả bỏ lần đầu tiên, lau sạch bất kỳ giọt chất lỏng thử nào còn đọng lại trên miệng xả (tương tự thao tác với pipet pittông) và nạp lại dụng cụ phân phối định lượng theo hướng dẫn của nhà cung cấp.

CHÚ THÍCH Do tốc độ của pittông có ảnh hưởng lớn lên kết quả đo, bất kỳ thông tin nào có trong tài liệu hướng dẫn thực hành về tốc độ của pittông là đặc biệt quan trọng (ví dụ lựa chọn tốc độ phù hợp đối với nước với dụng cụ tự động).

Trong suốt quá trình thực hiện, phải bảo đảm rằng pittông không được chạm đến giới hạn của hành trình một cách đột ngột do có thể gây ra việc mở nhanh van xả tải trọng lò xo (việc phun tóe do phản lực của dòng bị dừng đột ngột).

Đối với Dụng cụ phân phối định lượng nhiều đường xả [xem TCVN 10505-5 (ISO 8655-5)], không đặt lại pittông ở vị trí ban đầu giữa mỗi 10 chu kỳ nếu vẫn còn đủ chất lỏng thử để xả trong phép thử kế tiếp.

Sử dụng 10 thể tích xả liên tiếp vào bình cân để xác định sai số hệ thống và ngẫu nhiên của phép đo (xem Điều 8).

8 Đánh giá

8.1 Tính khối lượng tổn hao

Khi khối lượng tổn hao được xác định để thực hiện điều chỉnh sự bay hơi của chất lỏng thử từ bình cân trong suốt chu kỳ thử, tính khối lượng tổn hao cho mỗi chu kỳ theo công thức $(m_{10} - m_{11})/10$ (xem 7.2.6 và 7.2.8 đối với pipet pittông) hoặc phương pháp hoặc công thức phù hợp khác, ví dụ được qui định bởi nhà cung cấp.

8.2 Tính toán khối lượng điều chỉnh của mỗi lượng xả

Nếu không sử dụng chức năng trừ bì của cân, tính khối lượng của mỗi lượng xả m_l bằng cách trừ $m_1 - m_0, m_2 - m_1, \dots, m_{10} - m_9$. Thêm giá trị khối lượng tổn hao của mỗi chu kỳ được tính theo 8.1 đối với mỗi lượng xả m_l .

8.3 Chuyển đổi khối lượng điều chỉnh về thể tích

Các giá trị m_i nhận được theo 8.2 là số đọc của cân. Việc điều chỉnh cân phải tính đến tỉ trọng của nước và sức đẩy của không khí để chuyển đổi các số đọc của cân m_i thành các thể tích V_i . Sử dụng các hệ số điều chỉnh Z được qui định trong Phụ lục A, Bảng A.1 để chuyển đổi.

CHÚ THÍCH Các hệ số điều chỉnh Z được qui định trong Bảng A.1 có tính đến tỉ trọng của nước và sức đẩy của không khí trong suốt quá trình cân tại nhiệt độ thử tương ứng.

Chuyển đổi mỗi khối lượng m_i nhận được từ 8.2 bằng cách áp dụng hệ số chuyển đổi Z trong Bảng A.1 tại nhiệt độ và áp suất khí quyển trung bình được đo trong 7.1.4 và sử dụng công thức (1):

$$V_i = m_i \cdot Z \quad (1)$$

Cộng 10 thể tích ($n = 10$) được xà V_i và chia tổng cho 10 để có thể tích trung bình \bar{V} tại nhiệt độ thử. Giá trị này có thể được biểu thị bằng microit hoặc mililit:

$$\bar{V} = \frac{1}{10} \times \sum_{i=1}^n V_i \quad (2)$$

Nếu nhiệt độ thử khác nhiệt độ điều chỉnh [20 °C, xem TCVN 10505-2 (ISO 8655-2), TCVN 10505-3 (ISO 8655-3), TCVN 10505-4 (ISO 8655-4) và TCVN 10505-5 (ISO 8655-5)] và nếu biết hệ số giãn nở nhiệt Y của dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông, có thể thay công thức (1) bằng công thức (3):

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

Chi tiết xem thêm ISO/TR 20461.

8.4 Sai số hệ thống của phép đo

8.4.1 Tính toán

Tính sai số hệ thống e_s của dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông tính bằng microlit theo công thức (4):

$$e_s = \bar{V} - V_s \quad (4)$$

Hoặc tỉ lệ phần trăm theo công thức (5)

$$e_s = 100 (\bar{V} - V_s) / V_s \quad (5)$$

trong đó V_s là thể tích thử được chọn.

Trong trường hợp dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông có một mức dung tích, thể tích thử V_s là dung tích danh định V_0 và có thể thay thế V_s bằng V_0 .

8.4.2 Đánh giá sự phù hợp

Các sai số cho phép tối đa được qui định trong các tiêu chuẩn từ TCVN 10505-2 (ISO 8655-2) đến TCVN 10505-5 (ISO 8655-5) luôn được áp dụng cho mọi dung tích được chọn trong khoảng dung tích hiệu dụng của dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông [xem ví dụ TCVN 10505-2:2015 (ISO 8655-2:2002), 7.4]. Trong trường hợp dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông có một mức dung

TCVN 10505-6:2015

tích, khi thể tích thử V_s là dung tích danh định V_0 ($V_s = V_0$), có thể so sánh trực tiếp các giá trị nhận được từ công thức (4) và (5) với các sai số hệ thống cho phép tuyệt đối hoặc tương đối lớn nhất được qui định trong các tiêu chuẩn từ TCVN 10505-2 (ISO 8655-2) đến TCVN 10505-5 (ISO 8655-5) và phải không được vượt quá các giá trị qui định này.

Tuy nhiên trong trường hợp dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông có nhiều mức dung tích, và nếu sai số hệ thống tương đối của phép đo được sử dụng để đánh giá sự phù hợp, V_s trong công thức (5) phải được thay bằng V_0 và công thức (6) phải được sử dụng để so sánh với giá trị tương đối nhận được, tính bằng phần trăm, với giá trị được qui định trong TCVN 10505-2 (ISO 8655-2) đến TCVN 10505-5 (ISO 8655-5):

$$e_s = 100 (\bar{V} - V_s)/V_0 \quad (6)$$

8.5 Sai số ngẫu nhiên của phép đo

8.5.1 Tính toán

Sai số ngẫu nhiên của dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông dưới dạng độ lệch chuẩn lặp lại s_r được tính theo công thức (7):

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \quad (7)$$

trong đó n là số phép đo, trong trường hợp này $n = 10$.

Sai số ngẫu nhiên này cũng có thể được tính bằng phần trăm, theo hệ số biến thiên, CV, theo công thức (8):

$$CV = 100 \frac{s_r}{\bar{V}} \quad (8)$$

8.5.2 Đánh giá sự phù hợp

Trong trường hợp dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông có một mức dung tích, khi $V_s = V_0$, có thể so sánh trực tiếp các giá trị nhận được từ công thức (7) hoặc (8) với các sai số ngẫu nhiên cho phép tuyệt đối hoặc tương đối lớn nhất được qui định trong các tiêu chuẩn từ TCVN 10505-2 (ISO 8655-2) đến TCVN 10505-5 (ISO 8655-5) và phải không được vượt quá các giá trị qui định này.

Tuy nhiên trong trường hợp các dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông có nhiều mức dung tích, và nếu sai số ngẫu nhiên tương đối của phép đo được sử dụng để đánh giá sự phù hợp, phải thay công thức (8) bằng công thức (9):

$$CV = 100 \frac{s_r}{\bar{V}} \times \frac{V_s}{V_0} \quad (9)$$

8.6 Độ không đảm bảo đo

Có thể đánh giá độ không đảm bảo đo u theo Phụ lục B hoặc ISO/TR 20461.

9 Báo cáo thử nghiệm

Ít nhất các thông tin sau phải được báo cáo:

- a) nhận dạng dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông bởi
 - tên nhà cung cấp;
 - tên loại hoặc số model;
 - dung tích danh định hoặc khoảng dung tích hiệu dụng;
- b) cơ sở điều chỉnh (Ex) hoặc (In) và nhiệt độ chuẩn "20 °C hoặc 27 °C";
- c) nhận dạng loại đầu hút và phụ kiện khác được sử dụng với dụng cụ đo thể tích có cơ cấu pittông cho phép thử;
- d) điều kiện thử để thực hiện phép thử, bao gồm nhiệt độ, áp suất khí quyển và độ ẩm tương đối của phòng thử;
- e) viện dẫn cách tiến hành thử theo tiêu chuẩn này hoặc phương pháp thử thay thế khác;
- f) sai số hệ thống và sai số ngẫu nhiên nhận được đối với các thể tích thử;
- g) ngày thử;
- h) người thực hiện phép thử.

Phụ lục A

(qui định)

Tính toán các thể tích từ số đọc của cân

Giá trị các hệ số điều chỉnh Z được cho trong Bảng A.1. Cũng có thể tính hệ số điều chỉnh Z từ công thức (3) được qui định trong ISO/TR 20461:2000.

Bảng A.1 – Hệ số điều chỉnh Z đối với nước cất là hàm số của nhiệt độ thử và áp suất không khí

Giá trị Z tính bằng microlit trên miligam

Nhiệt độ °C	Áp suất không khí, 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	1,004 9	1,005 0	1,005 0
29,0	1,004 9	1,004 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

Phụ lục B

(tham khảo)

Đánh giá độ không đảm bảo đo thể tích xả

Việc hiệu chuẩn dụng cụ phân phối định lượng chất lỏng có cơ cấu pittông có hai nguồn không đảm bảo:

- độ không đảm bảo đo của chính quá trình xả, liên quan đến dụng cụ;
- độ không đảm bảo đo của thể tích xả bằng phương pháp khối lượng.

Theo GUM (xem tài liệu tham khảo [1] trong Thư mục tài liệu tham khảo), phải xem xét sự cấu thành của cả hai nguồn trên để đánh giá độ không đảm bảo tổng hợp của việc hiệu chuẩn. Việc đánh giá này có thể được qui định để đáp ứng yêu cầu về đảm bảo chất lượng.

Thực nghiệm chỉ ra rằng thành phần cấu thành từ phép đo thể tích bằng phương tiện đo khối lượng là nhỏ so với thành phần cấu thành đó từ quá trình xả, miễn là dụng cụ đo (cân, khí áp kế, nhiệt kế, vv...) được sử dụng theo các qui định trong tiêu chuẩn này. Vì vậy, việc thao tác tốt sẽ cho phép bỏ qua thành phần này trong độ không đảm bảo đo, và chỉ cần sai số ngẫu nhiên và sai số hệ thống của kết quả đo từ mười phép đo thể tích được xả để đặc trưng cho thiết bị xả.

Cần lưu ý là sai số hệ thống của phép đo không ảnh hưởng đến việc đánh giá độ không đảm bảo của phép đo thể tích bằng phương pháp khối lượng. Kết quả của phép đo, cùng với sai số ngẫu nhiên đặc trưng cho thể tích xả bởi dụng cụ phân phối định lượng.

Tại các điều kiện được đề cập ở trên, có thể sử dụng công thức được đơn giản hóa sau, ví dụ đối với pipet pittông, để đánh giá độ không đảm bảo u của thể tích xả tại mức tin cậy 95 %:

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

Nếu cần xem xét kỹ hơn, ví dụ đối với các thể tích rất nhỏ hoặc dụng cụ xả có độ chính xác cao, sự đơn giản hóa này không có giá trị, và cần phải đánh giá đầy đủ độ không đảm bảo tổng hợp. Qui trình này được mô tả chi tiết trong ISO/TR 20461.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), BUIPM, IEC, IFCC, ISO, INPAC, INPAP và OIML
-