

Wymagania dla wag stosowanych do wzorcowania pipet tłokowych

RADWAG Wagi Elektroniczne

Do przeprowadzenia procedury wzorcowania pipety tłokowej metodą grawimetryczną niezbędna jest odpowiednia waga, dla której wymagania metrologiczne są określone w normie ISO 8655-6. Norma ISO 8655-6 określa dokładne wymagania dotyczące stosowanych wag:

Badana objętość	Działka elementarna d	Powtarzalność i liniowość	Standardowa niepewność pomiaru
V	mg	mg	mg
1 ul $V < 10$ ul	0,001	0,002	0,002
10 ul $< V < 100$ ul	0,01	0,02	0,02
100 ul $< V < 1\ 000$ ul	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

Minimalne wymagania dla wag (wg ISO 8655-6)

W przypadku, kiedy znana jest niepewność standardowa pomiaru ważenia cieczy (na przykład ze świadectwa wzorcowania wagi), wówczas można ją użyć jako kryterium akceptacji zamiast powtarzalności i liniowości, przy założeniu, że niepewność standardowa nie jest większa niż dwu lub trzykrotność działki elementarnej wagi d .

W celu zachowania spójności pomiarowej waga używana do kalibracji pipet powinna w trakcie realizacji procedury posiadać aktualne świadectwo wzorcowania.

Analizując wymagania normy w zakresie wyposażenia pomiarowego oraz czynników zewnętrznych wpływających na wynik pomiaru przeprowadzono badanie, które zdają się potwierdzać wymagania normy. Wyniki przeprowadzonych badań oraz sformułowane na ich podstawie wnioski stają się po-

mocne przy analizie procesu pomiarowego związanego ze sprawdzaniem pipet.

Wymagania metrologiczne wag przeznaczonych do sprawdzania pipet

Jak już wspomniano wcześniej, jednym z podstawowych przyrządów pomiarowych biorących udział w procedurze sprawdzania pipet tłokowych jest waga. Pierwsza seria badań dotyczyła sprawdzenia charakterystyk metrologicznych wybranych wag produkcji RADWAG używanych do kalibracji pipet metoda grawimetryczną w celu potwierdzenia ich zgodności z wymaganiami normy ISO 8655-6.

Norma przytacza wymagania metrologiczne wag stosowanych do kalibracji pipet dla dwóch parametrów, charakteryzujących wagi, powtarzalność i liniowość.

Powtarzalność wagi

Norma ISO 8655-6 przytacza wymagania metrologiczne wag stosowanych do kalibracji pipet dla dwóch parametrów, charakteryzujących wagi, powtarzalność i liniowość.

Analizując rozdział drugi normy ISO 8655-6 gdzie przywołane są dokumenty związane oraz rozdział trzeci przywołujący terminy i definicje, możemy zdefiniować jednoznacznie jedynie termin „powtarzalność” /repeatability/, gdzie według międzynarodowego słownika podstawowych i ogólnych terminów metrologii określone są dwa rodzaje powtarzalności.

W przypadku parametru liniowości /linearity/ w przytaczanych w normie ISO 8655-6 dokumentach odniesienia (normy, słownik metrologiczny, dokument OIML) oraz używanej terminologii nie znajdziemy jednoznacznej definicji, co kryje się pod nazwą „liniowość”.

Powtarzalność przyrządu pomiarowego /*repeatability of measuring instrument*/ - określona jako właściwość przyrządu pomiarowego polegająca na tym, że jego wskazania są zbliżone do siebie w przypadku wielokrotnego pomiaru tej samej wielkości mierzonej w tych samych warunkach pomiaru; warunki te obejmują:

- zredukowanie do minimum zmian powodowanych przez obserwatora,
- tę samą procedurę pomiarową
- tego samego obserwatora
- to samo urządzenie pomiarowe, stosowane w tych samych warunkach
- to samo miejsce
- powtarzanie w ciągu krótkiego okresu czasu

Powtarzalność wyniku pomiaru /*repeatability of results of meurement*/ - określona jest jako stopień zgodności wyników kolejnych pomiarów tej samej wielkości mierzonej, wykonywanych w tych samych warunkach pomiarowych. Warunki te, scharaktery-

zowane powyżej, są nazywane warunkami powtarzalności.

Powtarzalność można wyrazić ilościowo za pomocą charakterystyk rozrzutu wskazań, którą najczęściej jest odchylenie standardowe.

Powtarzalność przyrządu pomiarowego jest zwykle określana przez producentów wag w kartach katalogowych. Według wymagań normy EN 45501 oraz dokumentu OIML R76-1 powtarzalność powinna być określona przynajmniej dla dwóch charakterystycznych obciążeń: dla połowy maksymalnego obciążenia wagi (~50% Max) oraz dla maksymalnego obciążenia wagi (~100% Max). Specyfika pomiaru małych przyrostów masy, z jakimi mamy do czynienia podczas kalibracji pipet wymaga nieco innego podejścia do wyznaczania parametru powtarzalności wagi.

W tym badaniu wyznaczono odchylenie standardowe wag następującymi metodami:

- wykonanie serii 10 powtórzeń w warunkach powtarzalności dla obciążeń: 10mg, 500mg, 1g, 2g, 5g, 10g, 20g, 50g (w zakresie poszczególnych wag),
- wykonanie serii 10 powtórzeń w warunkach powtarzalności dla obciążenia 100mg przy poszczególnych obciążeniach TARA: 500mg, 1g, 2g, 5g, 10g, 20g.

Wyniki obliczeń odchylenia standardowego jako miarę powtarzalności przedstawiono dla 10 serii oraz dla 6 serii zgodnie z wymaganiami normy dotyczącej nieautomatycznych urządzeń ważących PN-EN 45501. Wyniki wszystkich pomiarów przedstawiono w Tabelach nr 3 oraz 4:

Waga			Obciążenie wagi [g]							
			0,1	0,5	1	2	5	10	20	50
Max=21g; d=0,001mg Max=21g; d=0,01mg	S dla n = 10	[mg]	0,0021	0,0022	0,0023	0,0024	0,0023	0,0024	---	---
	S dla n = 6	[mg]	0,0021	0,0021	0,0022	0,0023	0,0023	0,0024	---	---
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,002							
	S dla n = 10	[mg]	0,012	0,007	0,007	0,007	0,012	0,008	0,0014	0,012
	S dla n = 6	[mg]	0,013	0,008	0,006	0,008	0,012	0,008	0,014	0,008
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,02							
Max=60g d=0,01mg	S dla n = 10	[mg]	0,03	0,04	0,03	0,03	0,02	0,03	0,04	0,04
	S dla n = 6	[mg]	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02	0,02	0,03	0,04
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,02							

Tabela 3 Odchylenie standardowe badanych wag dla poszczególnych obciążeń

Waga			Obciążenie TARA [g]							
			0	0,5	1	2	5	10	20	50
Max=21g; d=0,001mg Max=21g; d=0,01mg	S dla n = 10	[mg]	0,0023	0,0022	0,0023	0,0022	0,0023	0,0023	---	---
	S dla n = 6	[mg]	0,0016	0,0020	0,0018	0,0018	0,0015	0,0018	---	---
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,002							
	S dla n = 10	[mg]	0,002	0,002	0,000	0,000	0,002	0,001	0,002	---
	S dla n = 6	[mg]	0,002	0,002	0,000	0,000	0,000	0,000	0,002	---
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,02							
Max=60g d=0,01mg	S dla n = 10	[mg]	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	---
	S dla n = 6	[mg]	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	---
	S wg ISO 8655-6	[mg]	0,02							

Tabela 4 Odchylenie standardowe badanych wag dla odciążenia 100mg przy poszczególnych obciążeniach TARA

Z analizy wyników przedstawionych w Tabeli 3 i 4 możemy zauważyć, że badane wagi elektroniczne charakteryzują się różną wartością odchylenia standardowego jako miernika powtarzalności. Procedura sprawdzania pipet zazwyczaj polega na dozowaniu badanych objętości do naczynia wagowego znajdującego się na szalce wagi i wytarowaniu wagi po zapisaniu wyniku pomiaru. Badanie parametru powtarzalności przeprowadzono również małym obciążeniem przy określonych obciążeniach TARA. Analizując wyniki pomiarów dla wagi z działką elementarną $d = 0,001\text{mg}$ badanie parametru powtarzalności, wyznaczone dla dwóch metod, możemy wykazać spełnienie wymagań normy ISO 8655-6 w obu przypadkach. Warto jednak zauważyć, że wartość odchylenia standardowego wyznaczonego dla małych obciążeń jest średnio o 1/3 mniejsza niż odchylenie standardowe wyznaczone dla poszczególnych obciążeń (szczególnie dla *Max*). Gdyby przyjąć, że jest to zjawisko powszechne (tzn. że wyznaczenie odchylenia standardowego dla małych obciążeń przy różnych obciążeniach TARA), to spełnienie wymagania dla kryteriów określonych w Normie EN 45501 byłoby wystarczające. Jednak nie można przyjąć takiego założenia bez potwierdzonych badań, dlatego procedury wyznaczania parametru powtarzalności dla wag stosowanych do sprawdzania pięt metodą grawimetryczną powinny uwzględniać rzeczywisty charakter pracy wagi.

Z otrzymanych wyników pomiarów wykonanych dla poszczególnych wag produkcji RADWAG wynika, że wszystkie wagi spełniają wymagania określone dla wag stosowanych do kalibracji pipet; odchylenie standardowe obliczone dla 6 serii pomiarów (wg wymagań PN-EN 45501) daje korzystniejszą

wartość liczbowa, jednak zarówno dla 6 i 10 serii wyniki są pozytywne.

Liniowość

W przypadku parametru linowości /linearity/, jak już wspomniano wcześniej, w przytaczanych w normie ISO 8655-6 dokumentach odniesienia (normy, słownik metrologiczny, dokument OIML) oraz używanej terminologii nie znajdziemy jednoznacznej definicji, co kryje się pod nazwą „liniowość”. Można jedynie przyjąć definicję potoczną, która w metrologii masy jest najczęściej określona jako zdolność wagi do zachowania określonej tolerancji w pełnym zakresie wagi. Pozostaje tutaj również problem wyznaczenia tego parametru. Biorąc pod uwagę wspomniany już wcześniej fakt określania małych przyrostów masy w bardzo krótkich odstępach czasu, wyznaczenie tego parametru też powinno różnić się od klasycznej procedury przy sprawdzaniu wag ogólnego przeznaczenia.

Badaniu poddano te same wagi, które użyto przy wyznaczaniu parametrów powtarzalności. Podczas badania wyznaczono błędy wskazania wag według dwóch procedur postępowania:

- wyznaczenie błędów wskazań wag dla określonych 6-ciu punktów pomiarowych wg metody określonej w punkcie 8.2.2 normy EN 45501 przy zastosowaniu wzorców masy klasy E_1 posiadających ważne świadectwo wzorcowania
- wyznaczenie błędów wskazań wag obciążeniem 100mg narastająco (od 100mg do 1g) dla pięciu wartości TARY przy zastosowaniu wzorca masy klasy E_1 100mg oraz 10-ciu odważników okładkowych klasy F_2 o masie 100mg posiadających ważne świadectwo wzorcowania

Wyniki otrzymanych obliczeń przedstawiono w Tabeli 5:

Waga								
Max = 21g; d = 0,001mg Max = 21g; d = 0,01mg	Obciążenie	[g]	0,1	0,5	1	2	5	10
	Błąd wg EN 45501	[mg]	0,006	-0,004	0,004	-0,030	-0,042	-0,060
	Błąd z obciążeniem TARA	[mg]	±0,002	---	---	---	±0,002	±0,000
	<i>Liniowość wg ISO 8655-6</i>	[mg]	0,002					
	Obciążenie	[g]	0,1	1	5	10	20	50
	Błąd wg EN 45501	[mg]	±0,00	+0,01	-0,02	-0,06	-0,06	-0,07
	Błąd z obciążeniem TARA	[mg]	±0,00	---	±0,00	±0,00	±0,00	---
	<i>Liniowość wg ISO 8655-6</i>	[mg]	0,02					
Max = 60g d = 0,01mg	Obciążenie	[g]	0,1	1	5	10	20	50
	Błąd wg EN 45501	[mg]	+0,02	-0,02	-0,04	-0,05	-0,07	-0,15
	Błąd z obciążeniem TARA	[mg]	±0,02	±0,02	±0,02	±0,02	±0,02	±0,02
	<i>Liniowość wg ISO 8655-6</i>	[mg]	0,02					

Tabela 5 Wyniki pomiarów porównań wag – błąd wskazania (liniowość) z obciążeniem TARA

Analizując otrzymane wyniki pomiarów można stwierdzić, że, podobnie jak w przypadku parametru powtarzalności, przy stosowaniu wag do realizacji procedury sprawdzania pipet metodą grawimetryczną istotny jest sposób wyznaczania parametru liniowości używanej wagi. Błędy wskazań wyznaczone zgodnie z normą EN 45501 całym zakresie wagi różnią się co do wartości liczbowej od błędów wskazań wyznaczonych małym obciążeniem dla określonego obciążenia TARA.

Czas stabilizacji

Istotnym czynnikiem w procedurze ważenia jest czas stabilizacji, czyli czas jaki jest potrzebny od momentu obciążenia wagi (postawieniem obciążenia

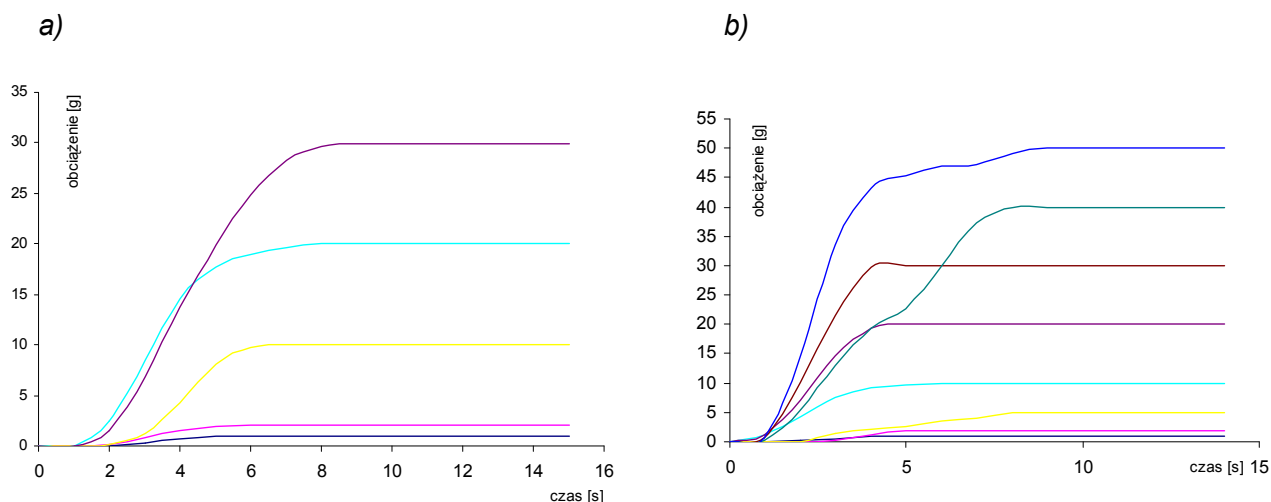
na szalce wagi) do momentu otrzymania na wyświetlaczu wagi wyniku stabilnego, zazwyczaj dodatkowo oznaczonego graficznie. Czas stabilizacji jest zależny od wielu czynników zewnętrznych takich jak podmuchy, wibracje, dryfty wywołane temperaturą oraz, istotne przy sprawdzaniu pipet, parowanie cieczy podczas ważenia.

Badanie polegało na wyznaczeniu czasu stabilizacji dla poszczególnych wag wyznaczonego dla obciążeń: dla wagi MXA 21/P (wykres a) oraz XA 60/220/X (wykres b) dla obciążeń 1g, 2g, 5g, 10g, 20g, 30g, oraz 40g, 50g.

Wyniki przedstawiono w Tabeli 6 oraz graficznie w postaci wykresu na rysunku 6.

Waga	Obciążenie	Czas stabilizacji
d = 0,001mg	10g	1-5g – 8s; 10g – 9s; 20-30g – 10s
d = 0,01mg	50g	1g – 9s; 2-5g – 10s; 10-30g – 11s; 40-50g – 13s

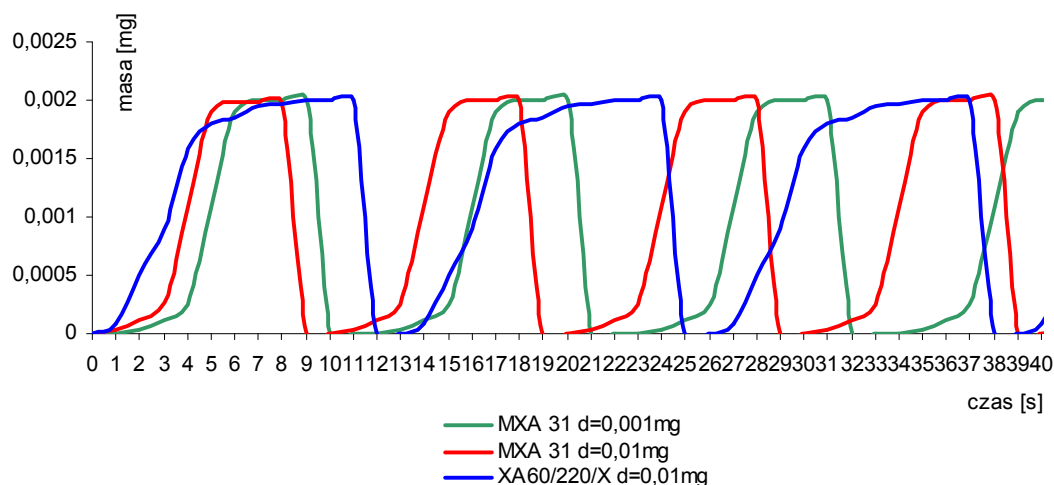
Tabela 6 Czas stabilizacji badanych wag



Rys. 6 Graficzna interpretacja czasu stabilizacji wag

Przedstawiona powyżej tabela oraz wykres dotyczący czasu stabilizacji dla poszczególnych obciążeń. Jak można zauważyć im mniejsze obciążenie, tym krótszy czas stabilizacji. Jest to oczywiste - przy poprawnie działającej wadze elektronicznej tj. odpowiednio ustawionych parametrach filtrów.

W przypadku sprawdzania pipet, jak już wspomniano wielokrotnie, waga jest obciążana bardzo małymi obciążeniami dla określonych obciążeń TARA. Przykładowy czas stabilizacji wag przy sprawdzaniu pipety o pojemności 100ul przedstawia poniższy rysunek:



Rys. 7 Czas stabilizacji wag podczas pipetowania

Czasy stabilizacji dla poszczególnych wag oznaczono odpowiednio kolorami:

- zielony - waga $d = 0,001\text{mg}$ – czas stabilizacji wynosi ok. 9 sekund

- czerwony - waga $d = 0,01\text{mg}$ – czas stabilizacji wynosi ok. 8 sekund

- niebieski - waga $d = 0,01\text{mg}$ – czas stabilizacji wynosi ok. 15 sekund

W przypadku wagi $d = 0,01\text{mg}$ na wydłużenie czasu stabilizacji mają przede wszystkim czynniki zewnętrzne wpływające na realizację procedury.

Czasy stabilizacji dla wybranych objętości jednej serii 10 powtórzeń badanej objętości pipety przy zastosowaniu różnych wag przedstawia poniższa tabela:

Objętość pipety [μl]	Waga		
	MXA 21/P		XA 60/220/X
	$d = 0,001\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$	$d = 0,01\text{mg}$
2	85 sekund	---	---
10	85 sekund	75 sekund	100 sekund
100	---	85 sekund	110 sekund
1000	---	---	120 sekund

Tabela 7 Czasy stabilizacji przy pipetowaniu dla wybranych wag – dla jednej serii 10 powtórzeń badanej objętości

Czas stabilizacji wilgotności w komorze wagowej

Badanie polegało na określeniu czasu stabilizacji w komorze wagowej. W przypadku wagi istotnym elementem, który ma zasadniczy wpływ na rozpoczęcie procedury pomiarowej jest stabilizacja wilgotności w komorze wagowej przy wypełnionym naczyniu „kurtyny parowej”. Wilgotność ma zasadniczy wpływ na szybkość parowania cieczy podczas kalibracji pipet, co ma znaczenie na dokładność i powtarzalność wyników pomiarów. Jednym z rozwiązań, jak już wspomniano wcześniej, jest stosowanie do pomiarów masy małych objętości cieczy (poniżej 50 μl) naczyń wagowych o małej objętości wyposażonych w przykrywkę. Pomiar przeprowadzono przy zastosowaniu wagi analitycznej

MXA 21/P z naczyniem „kurtyny parowej”, termohigrometru oraz zegara.

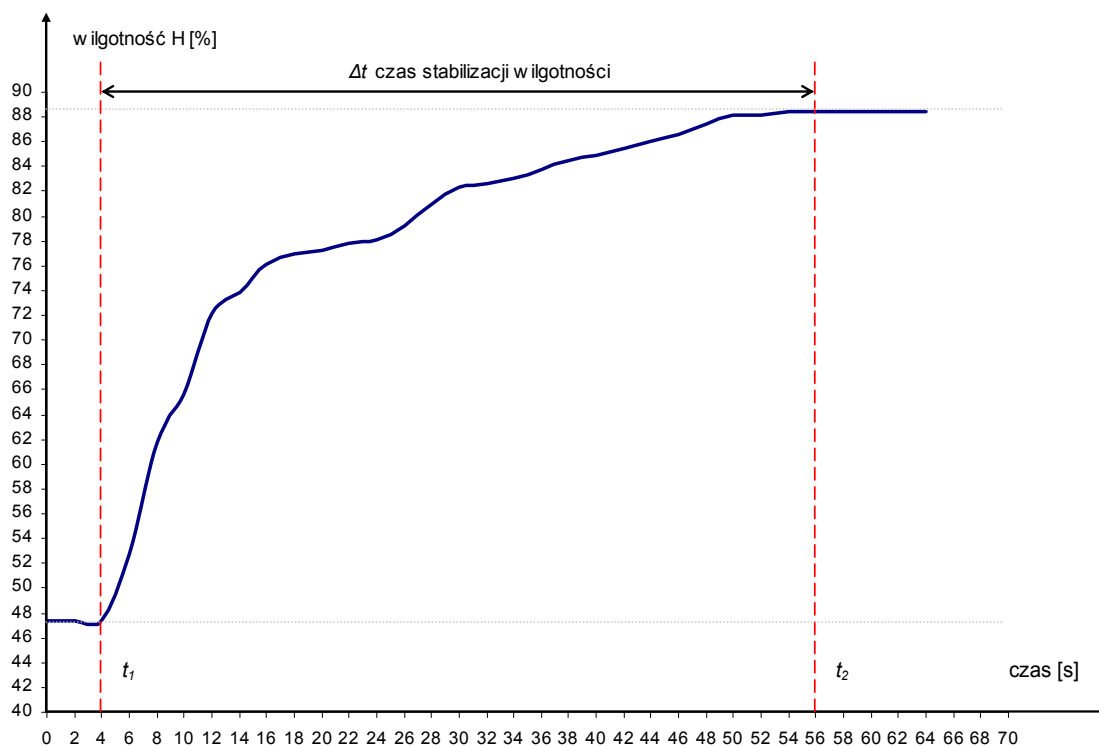


Sondę higrometru umieszczono w komorze wagowej, tak jak przedstawiono na zdjęciu. Rozpoczęto pomiary wilgotności, które były rejestrowane w odstępach czasu 2 minut. Po ustabilizowaniu się wilgotności w komorze wagowej wprowadzono do na-

czynia „kurtyny parowej” wodę destylowaną i kontynuowano obserwację aż do ustabilizowania się wskaźnika pomiaru wilgotności.

W wyniku przeprowadzonych pomiarów wilgotności w komorze wagowej został wyznaczony czas

stabilizacji wilgotności tj. czas, po którym można rozpocząć procedurę pomiarową po napełnieniu naczynia „kurtyny parowej”.



Rys. 8 Wykres zmian wilgotności w komorze wagowej w ciągu upływu czasu dla wagi MXA 21/P

Na rysunku 7 przedstawiono wykres zmian wilgotności w komorze wagowej podczas upływającego czasu. Dla potrzeb analizy wykresu wprowadzono oznaczenia:

t_1 – czas [min], w którym napełniono naczynie „kurtyny parowej”

t_2 – czas [min], w którym zaobserwowano stabilizację wilgotności

Δt_1 – okres czasu stabilizacji wilgotności w komorze wagowej

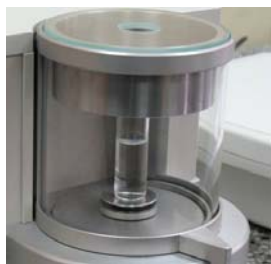
$$\Delta t_1 = t_2 - t_1 \text{ [min]} \quad (15)$$

Pomiary wykonano umieszczając sondę pomiaru wilgotności w komorze wagowej. Komora była szczelnie zamknięta. W czasie t_1 (po około 4 minu-

tach) wprowadzono wodę do naczynia „kurtyny parowej”. Następnie obserwowano wskazania higrometru aż do momentu ustabilizowania się wskazań. Stabilizację odnotowano w czasie t_2 .

Wykonane badanie pozwoliło wyznaczyć z równania (15) czas stabilizacji Δt_1 , który wynosi około 50 minut.

Wpływ działania „kurtyny parowej” na szybkość parowania cieczy w czasie w zależności od powierzchni parowania



Na tym etapie przeprowadzono pomiary masy w odcinkach czasu 10 sekundowych.

Przed rozpoczęciem pomiarów w tym etapie badania

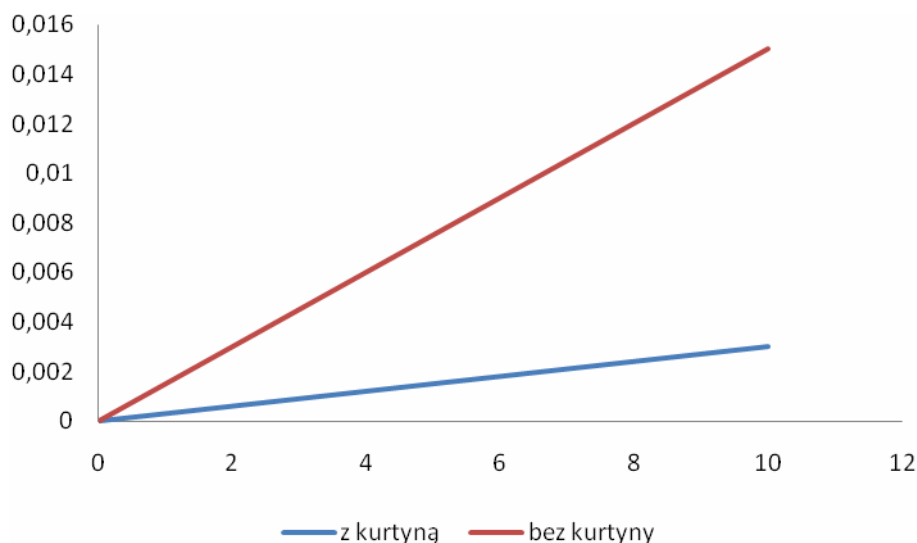
wprowadzono naczynie tzw „kurtyny parowej” - B zwiększając wilgotność bezpośrednio w komorze wagowej. Badanie polegało na umieszczeniu w komorze wagowej poszczególnych naczyń z wodą destylowaną - A. Dokonywano odczytu wartości masy wody w odcinkach czasu równych 10 sekund. Pomiar wykonywano przez około 600 sekund (10 minut) dla każdej średnicy. Wyniki pomiarów przedstawiono w Tabeli 8 oraz na wykresach:

	Średnica naczynia		Średnica naczynia	
	Ø 14,5mm		Ø 22,5mm	
	Z kurtyna parową	Bez kurtyny parowej	Z kurtyna parową	Bez kurtyny parowej
$\Delta m/t$	0,003mg / 10 min.	0,015mg / 10 min.	0,54mg / 10 min..	2,87mg / 10 min.

Tabela 8 Wyniki zmiany masy w czasie w wyniku parowania cieczy z zastosowanym naczyniem „kurtyny parowej”

W wyniku przeprowadzonych badań można stwierdzić, że naczynie kurtyny parowej eliminuje lub znacząco opóźnia proces parowania cieczy podczas ważenia, co jest istotne przy realizacji procedury kalibracji pipet tłokowych metodą grawimetryczną.

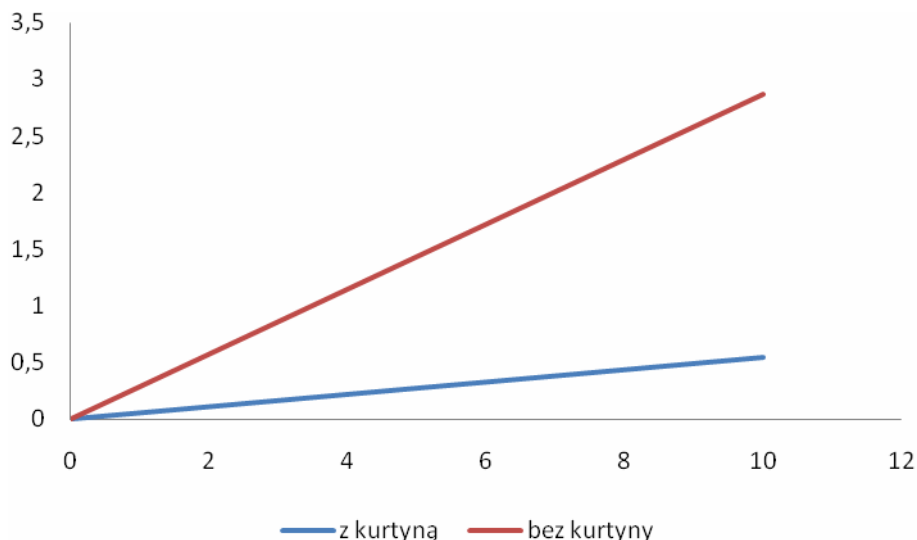
Na poniższych rysunkach przedstawiono wykresy działania „kurtyny parowej” na efekt parowania cieczy w zależności od średnicy poszczególnych naczyń wagowych.



Rys. 9a Wpływ „kurtyny parowej” na parowanie – waga MXA 21/P

Z wykresu otrzymanego na podstawie przeprowadzonych pomiarów widać, że zastosowane naczynie średnicy 14,5mm w wadze o Max 21g wyeliminowało efekt parowania praktycznie całkowicie. Długo-

trwałe pomiary, w dłuższym czasie wykazały by występowanie efektu, jednak dla potrzeb realizacji procedury kalibracji pipet odcinki czasu są krótkie.



Rys. 9b Wpływ „kurtyny parowej” na parowanie – waga XA60/220/X

Z wykresu otrzymanego na podstawie przeprowadzonych pomiarów widać, że zastosowane naczynie średnicy 22,5mm w o Max 220g wyhamowało efekt parowania.

Analizując prędkości parowania dla poszczególnych wag w jednostce $\mu\text{g}/\text{mm}^2\text{s}$, wyniki przedstawiają się następująco:

Waga		Prędkość parowania w jednostce [mg/Pp 600s]	Prędkość parowania w jednostce [$\mu\text{g}/\text{mm}^2\text{s}$]
Max 21g	z kurtyną	0,003	0,00003
	bez kurtyny	0,015	0,00015
Max 220g	z kurtyną	0,54	0,00226
	bez kurtyny	2,87	0,01204

Tabela 9 Szybkość parowania dla poszczególnych wag.

Wyniki badań pozwoliły określić wpływ „kurtyny parowej” na zahamowanie zjawiska parowania. Przeprowadzone wcześniej badanie wykazało, że „kurtyna parowa” powoduje zwiększenie wilgotności

w komorze wagowej. Z powszechnych praw fizyki wiadomo, że szybkość procesu parowania zależy między innymi od wilgotności środowiska, w którym proces zachodzi.

Wykonane obliczenia pozwoliły określić, o ile proces został zahamowany. Te wyniki pozwalają na określenie optymalnego czasu wykonania cyklu pomiarów dla jednej badanej objętości pipety.

Wpływ zastosowania „kurtyny parowej” na wyniki pomiarów przy sprawdzaniu pipet

Badanie polegało na określeniu wpływu zastosowania kurtyny parowej bezpośrednio podczas realizacji procedury kalibracji pipety. Określono wartości błędów pipety z zastosowanym naczyniem „kurtyny parowej” jak również bez niego. Pomiar przeprowadzono przy zastosowaniu wagi analitycznej Max 21g, naczynia „kurtyny parowej”. Stanowisko pomiarowe przedstawiono na zdjęciu.

Objektem badanym była pipeta o zmiennej objętości 20-200ul, przy ustawieniu pipety 20ul. Pomiar wykonano z pustym i napełnionym naczyniem „kurtyny parowej”. Pomiar i obliczenia wykonywano zgodnie z procedurą obowiązującą w Laboratorium Pomiarowym RADWAG, zgodną z ISO 8655-6

(przedstawiono w rozdziale 1). Wyniki otrzymanych pomiarów przedstawia Tabela 6.

Badania wykazało potrzebę zastosowania naczynia „kurtyny parowej”. Jak wcześniej wspomniano, szybkość parowania zależy również od wilgotności. Opisane również zastosowanie „kurtyny parowej” wykazało wzrost wilgotności w komorze wagowej do około 90%. Wiemy więc już, że zastosowanie kurtyny parowej zwiększa wilgotność w komorze wagowej. Wcześniejsze badania wykazały również wielkość ubytku masy cieczy w czasie.

Kolejne przeprowadzone badanie miało na celu określenie wpływu parowania na błąd graniczny dopuszczalny pipety tłokowej określony dla poszczególnych objętości w międzynarodowej normie ISO 8655-2.

Badaniu poddano objętości: 2ul, 20ul, 100ul oraz 1000ul. Wyznaczono dla każdej objętości po 10 średnich objętości z 10-ciu serii pomiarów

Lp.	Badana objętość – 2ul				Badana objętość – 20ul			
	Objętość		Błąd dopuszczalny		Objętość		Błąd dopuszczalny	
	Bez kurtyny parowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	producenta	Bez kurtyny parowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	producenta
	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]
1	1,95	1,96	0,04	0,04	19,73	19,86	0,2	0,06
2	1,97	1,98			19,76	19,85		
3	1,97	1,97			19,76	19,84		
4	1,95	1,99			19,73	19,85		
5	1,97	1,98			19,76	19,86		
6	1,96	1,97			19,76	19,85		
7	1,98	1,99			19,79	19,85		
8	1,96	1,98			19,73	19,86		
9	1,97	1,97			19,79	19,85		
10	1,95	1,98			19,74	19,87		
średnia	1,96	1,98			19,78	19,85		

Lp.	Badana objętość – 100ul				Badana objętość – 1000ul			
	Objętość		Błąd dopuszczalny		Objętość		Błąd dopuszczalny	
	Bez kur- tyny pa- rowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	produ- centa	Bez kur- tyny pa- rowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	produ- centa
	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]
1	98,9	99,2	0,3	0,15	999,3	999,9	3,0	1,5
2	99,4	98,7			999,3	999,8		
3	99,5	99,3			999,1	999,8		
4	99,3	98,7			999,3	1000,1		
5	99,3	99,5			999,2	1000,0		
6	99,5	99,8			999,2	1000,1		
7	99,4	99,6			999,1	999,8		
8	99,5	99,6			999,4	999,8		
9	99,3	99,2			999,2	999,9		
10	99,3	99,3			999,3	999,9		
średnia	99,29	99,34			999,24	999,91		

Tabela 10 Wyniki pomiarów objętości z zastosowaniem „kurtyny parowej” i bez „kurtyny parowej”.

Wyniki pomiarów, wartości błędów granicznych dopuszczalnych wg ISO 8655-2 oraz błędów granicznych określonych przez producenta przedstawia Tabela 10.

Z analizy wyników pomiarów oraz wartości błędów granicznych dopuszczalnych wynika, że:

- w przypadku objętości 2ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,02ul przy dopuszczalnym 0,04ul co stanowi 50% błędu wg normy oraz wg specyfikacji producenta
- w przypadku objętości 20ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,13ul przy dopuszczalnym 0,1ul co stanowi 35% błędu wg normy oraz 117% wg specyfikacji producenta;

– w przypadku objętości 100ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,05ul przy dopuszczalnym 0,3ul co stanowi 17% błędu wg normy oraz 33% wg specyfikacji producenta;

– w przypadku objętości 1000ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,67ul przy dopuszczalnym 3,0ul co stanowi 22% błędu wg normy oraz 45% wg specyfikacji producenta.

Według normy ISO 8655 błędy pomiaru spowodowane parowaniem wody destylowanej powinny być uwzględniane. Dlatego dla niewielkich pojemności, poniżej 50ul zaleca się stosowanie naczyń wagowych z przykrywką lub dodatkowa aplikacja wagi jaką jest „kurtyna parowa” /*evaporation trap*/.

Słuszność wymagań normy potwierdzają powyższe badania.

Oprócz odpowiedniego naczynia lub dodatkowego urządzenia jak „kurtyna parowa” dużą rolę odgrywa również czas wykonania pomiaru. Ważne jest, aby cykl pomiaru był jak najkrótszy. Zalecane jest, aby pełny cykl zbadania jednej objętości pobrania i wydalenia cieczy był regularny.

Niezależnie od wspomnianych powyżej czynników, o błędzie parowania podczas serii pomiarowej może również decydować doświadczenie osoby wykonującej pomiary.

Wpływ zastosowania zestawu do sprawdzania pipet do wag analitycznych

Zestaw składa się z dodatkowej komory ochronnej wyposażonej w naczynie „kurtyny parowej”, która umieszczana jest wewnątrz szafki przeciw podmuchowej (komory ważącej) wagi analitycznej. Została

zasadniczo zaprojektowany w celu minimalizowania zjawiska parowania podczas ważenia cieczy,



Rys. 10 Zestaw do sprawdzania pipet dla wag RADWAG serii AS i XA/X

Wyniki sprawdzenia pipety przed i po zastosowaniu zestawu do sprawdzania pipet

Lp.	Badana objętość – 20ul				Badana objętość – 100ul			
	Objętość		Błąd dopuszczalny		Objętość		Błąd dopuszczalny	
	Bez kurtyny parowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	producenta	Bez kurtyny parowej	Z kurtyną parową	ISO 8655-2	producenta
	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]	[ul]
1	19,63	19,83	0,2	0,06	98,5	99,6	0,3	0,15
2	19,66	19,75			99,4	98,7		
3	19,66	19,82			99,3	99,6		
4	19,63	19,78			99,2	98,7		
5	19,66	19,76			99,1	99,5		
6	19,66	19,74			99,2	99,7		
7	19,69	19,81			99,2	99,5		
8	19,63	19,78			99,2	99,6		
9	19,69	19,73			99,3	99,5		
10	19,64	19,79			99,3	99,6		
średnia	19,67	19,78			99,17	99,40		

Tabela 11 Wyniki pomiarów objętości z zastosowaniem przystawki do sprawdzania pipet

Z analizy wyników pomiarów oraz wartości błędów granicznych dopuszczalnych wynika, że:

– w przypadku objętości 20ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,13ul przy dopuszczalnym 0,1ul co stanowi 55% błędu wg normy oraz 183% wg specyfikacji producenta;

– w przypadku objętości 100ul udział błędu wskazania pipety spowodowanego odparowaniem wody destylowanej podczas wykonywania pomiaru wynosi 0,05ul przy dopuszczalnym 0,3ul co stanowi 77% błędu wg normy oraz 153% wg specyfikacji producenta;