

Ćwiczenie: Wyznaczenie dokładności i precyzji pomiaru pipety automatycznej

Sprawdzenie dokładności i precyzji odmierzenia objętości za pomocą pipet automatycznych polega na odpipetowaniu określonej objętości wody demineralizowanej i pomiarze masy próbki. Ćwiczenie ma na celu określenie jakim błędem obarczone są operacje pobierania różnych objętości cieczy. Do weryfikacji wybrać 2÷4 pipet o zróżnicowanych zakresach użytkowych.

Korektę dokładności używanych pipet automatycznych wykonać powoli i płynnie odmierzając określoną objętość wody demineralizowanej oraz powoli i płynnie wylewając odmierzoną próbkę wody do zlewki na wadze analitycznej wyznaczając masę próbki.

Zakładając, że gęstość wody demineralizowanej w temperaturze 20°C wynosi 0,998 g/cm³, 1 ml wody demineralizowanej odmierzony za pomocą dokładnej pipety automatycznej powinien odpowiadać masie 0,998 g wyznaczonej na elektronicznej wadze analitycznej.

Wyniki weryfikacji pipet automatycznych zestawień w Tabeli 1 i wyznaczyć odchylenie standardowe (SD), względne odchylenie standardowe (RSD) oraz błąd pomiaru.



$$\text{Błąd pomiaru} = \frac{m_{sr} [g] - 0,998 \frac{g}{cm^3} \cdot V [cm^3]}{0,998 \frac{g}{cm^3} \cdot V [cm^3]} \cdot 100\%$$

V – założona objętość próbki cieczy [cm³]

m_{sr} – średnia masa ważonych próbek [g]

Uwaga

Ćwiczenie można rozszerzyć o tradycyjne pipety szklane.

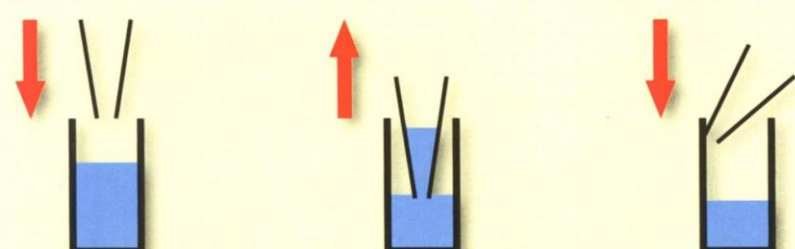
Tabela 1. Precyzja i dokładność weryfikowanych pipet automatycznych.

L.p.	Rodzaj pipety							
	Nazwa pipety 1 zakres		Nazwa pipety 2 zakres		Nazwa pipety 3 zakres			
	Nazwa pipety 4 zakres		Wyznaczona masa [g]					
	dla μl	dla μl	dla μl	dla μl	dla μl	dla μl		
1.								
2.								
3.								
4.								
5.								
6.								
7.								
8.								
9.								
10.								
Średnia								
SD								
RSD [%]								
Błąd pomiaru [%]								

SD – odchylenie standardowe

RSD – względne odchylenie standardowe

Pipetowanie wprost



Przy objętościach >10 μl końcówkę uprzednio zwilżyć.

Ten typ zastosowania zaleca się: dla wzorcowych rozpuszczalników, takich jak woda, bufony, rozcieńczone sole, rozcieńczone kwasy i ługi.

1: Przycisk docisnąć do 1 oporu, końcówkę zanurzyć kilka milimetrów

2: Przycisk powoli zwalniać, końcówka napelnia się.

3: Ciecz spuścić przez naciśnięcie aż do 1 oporu, następnie przez naciśnięcie do 2 oporu wydmuchać całą ciecz



Imię i nazwisko:	Tytuł:	Data:	Nazwisko prowadzącego:	Kierunek:
------------------	--------	-------	------------------------	-----------

I. WSTĘP TEORETYCZNY

Pipeta

Pipeta to sprzęt laboratoryjny służący do przenoszenia i odmierzania cieczy.

Wyróżnia się trzy rodzaje pipet:

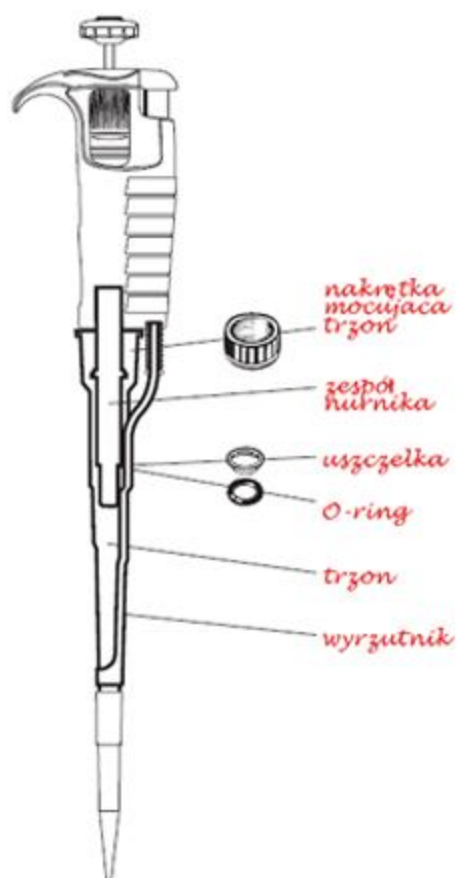
- pipeta Pasteura (rys. A)
- pipeta miarowa (rys. B, C)
- pipeta automatyczna (rys. D)

Pipeta automatyczna

Jest to specjalny rodzaj pipety miarowej. Posiada ona mechanizm składający się z tłoczka ze sprężynką, rączki, regulatora oraz wymiennej końcówki.

Służy przede wszystkim do szybkiego i precyzyjnego odmierzania niewielkich objętości cieczy.

Budowa pipety automatycznej



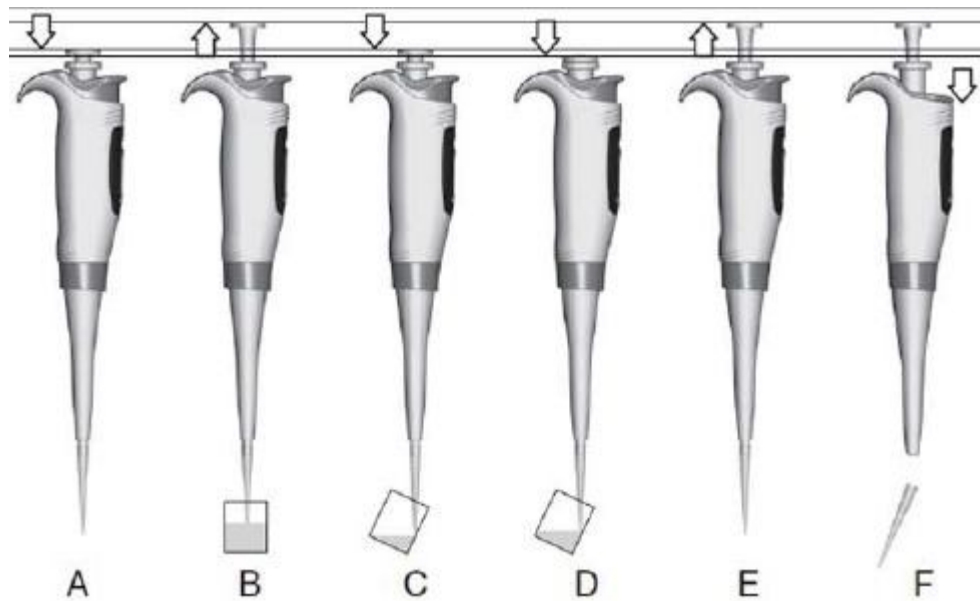
Techniki prawidłowego pipetowania

A. PIPETOWANIE STANDARDOWE (PROSTE)

Techniką pipetowania standardowego pipetujemy wodę oraz wszystkie roztwory wodne np. bufony, rozcieńczone kwasy i zasady.

Instrukcja:

1. Załóż końcówkę.
2. Pobierz ciecz. Wciśnij przycisk pipetowania do pierwszego oporu (A). Trzymając pipetę pionowo zanurz końcówkę w cieczy, którą chcesz pobrać. Powolnym, płynnym ruchem zwolnij przycisk pobierając ciecz. Odczekaj 1 sekundę zanim wyjmiesz końcówkę z cieczy (B).
3. Wydadź ciecz. Trzymając pipetę odchyloną od lekko pionu przyłóż koniec końcówki do ścianki naczynia. Powoli naciśnij przycisk do pierwszego oporu i wydadź ciecz (C). Po 1 sekundzie dociśnij przycisk do drugiego oporu (tzw. wydmuch), aby usunąć resztki cieczy z końcówki (D). Trzymając przycisk wciśnięty do końca wyjmij delikatnie końcówkę przesuwając ją po ścianie naczynia. Zwolnij przycisk (E).
4. Zrzuć końcówkę. Naciśnij do oporu przycisk wyrzutnika i usuń brudną końcówkę z trzonu pipety.



Przycisk zwolniony.
Pozycja wyjściowa.

Przycisk wciśnięty
do pierwszego oporu

Przycisk wciśnięty
do drugiego oporu
(wydmuch)

Wciśnięty przycisk
wyrzutnika

B. PIPETOWANIE REWERSYJNE

Techniką pipetowania rewersyjnego stosuje się w przypadku pipetowania cieczy gęstych, lepkich, pieniających lub bardzo małych objętości.

Takie pipetowanie polega na pobraniu próbki przy wciśniętym przycisku pipetowania od razu do drugiego oporu (pozycja wydmuchu), a następnie wydanie cieczy tylko do pierwszego oporu. W końcówce zostanie trochę cieczy, którą należy wydać z powrotem do naczynka wyjściowego lub usunąć razem z końcówką.

II. Opracowaie wyników

Tabela 1. Precyzja i kontrola dokładności badanych pipet automatycznych

L.p.	Rodzaj pipety			
	ChemLand 100 ÷ 1000 µl			ChemLand 10 µl
	Masa [g]			
	Dla 200 µl	Dla 800 µl	Dla 1000 µl	Dla 10 µl
1.	0,200	0,776	0,896	0,007
2.	0,196	0,765	0,992	0,007
3.	0,198	0,794	0,885	0,009
4.	0,198	0,797	0,903	0,008
5.	0,199	0,777	0,970	0,010
6.	0,197	0,758	0,963	0,007
7.	0,197	0,789	0,999	0,009
8.	0,200	0,742	0,976	0,007
9.	0,200	0,768	0,956	0,010
10.	0,198	0,790	0,986	0,009
Średnia [g]	0,198	0,776	0,948	0,0083
SD	0,001	0,018	0,042	0,0013
RSD [%]	0,351	0,241	2,398	15,08
Błąd pomiaru [%]	-0,900	-1,502	-1,873	-8,42

SD – odchylenie standardowe

RSD – względne odchylenie standardowe

OBLICZENIA

$$\text{Błąd pomiaru} = \frac{m_{sr} [g] - 0,998 \frac{g}{cm^3} \cdot V [cm^3]}{0,998 \frac{g}{cm^3} \cdot V [cm^3]} \cdot 100\%$$

V – założona objętość próbki cieczy [cm³]

m_{sr} – średnia masa ważonych próbek [g]

Obliczenia zostały wykonane za pomocą programu Microsoft Excel.

III. WNIOSKI

- I. Wykonane pomiary wykazały, że weryfikowane pipety automatyczne obarczone są pewnym błędem.
- II. Największy błąd pomiaru wyniósł dla najmniejszej odmierzanej objętości aż **-8,42%** dla pipety ChemLand 10 µl, natomiast najmniejszy **-0,9%** dla pipety ChemLand 200 µl.