

2. MERJENJE MASE

Tehtanje je ena od najbolj temeljnih laboratorijskih operacij. Tehtnice so različnih vrst. Analizne tehtnice so v laboratorijih zelo razširjene. Najpogosteje so namenjene zanesljivemu tehtanju manjših mas npr. do približno 200 g z možnostjo odčitavanja nateht na 0,1 mg natančno. Tehtnice višjega kakovostnega razreda omogočajo tehtanje na 0,01 mg natančno.

Analizna tehtnica mora stati na čimbolj stabilni in ravni podlagi. Tehtnica ne sme biti izpostavljena neposredni sončni svetlobi in ne sme stati v bližini toplotnih virov. Elektrostatične talne obloge lahko ovirajo tehtanje in vplivajo na njegovo zanesljivost.

Vsaka tehtnica ima na ohišju med drugimi podatki tudi maksimalno kapaciteto, to je največjo maso, s katero smemo tehtnico obremeniti. Te mase pri tehtanju ne smemo nikoli prekoračiti.

Vratca tehtnice morajo biti med tehtanjem in tudi sicer zaprta. Odprta so le, ko v tehtnico dajemo predmet, ki ga nameravamo stehtati, in ko predmet vzamemo iz tehtnice. Notranjost tehtnice mora biti povsem čista. Nikoli ne tehtamo vročih ali mokrih predmetov.

Kemikalij nikoli ne damo neposredno na tehtalno površino. Natehtamo jih na tehtalne ladjice ali v druge primerne posode. Zelo majhne mase snovi lahko natehtamo na gladek, neporozen papir. Če v notranjosti tehtnice potresemo kako snov, jo odstranimo z mehkim čopičem.

Če nameravamo tehtati snovi, ki smo jih pred tem sušili, ali snovi, ki so higroskopne, mora biti pred tehtanjem in med njim v tehtnici primerno sušilno sredstvo, npr. silikagel.

Predmete dajemo v tehtnico s pinceto, nikoli z roko, ker bi pri tem na površino nanесли vlago. Uteži prijemljemo samo s posebnimi pincetami, ki imajo oblečene konice. Ne prijemljemo jih z roko ali navadno pinceto, ki bi jih lahko razila.

Med tehtanjem se ne naslanjamo na pult, da ne povzročamo tresljajev.

Postopek tehtanja

Tukaj opisujemo splošen postopek tehtanja. Na delovnem mestu upoštevamo navodila za konkretno tehtnico.

Na ohišju tehtnice preberemo maksimalno kapaciteto, da ne bi tehtnice nevede preobremenili. Na libeli preverimo, če stoji tehtnica povsem vodoravno, sicer izravnamo njen položaj. Preverimo, če je notranjost tehtnice čista.

Vklopimo tehtnico in počakamo, da se na prikazu ustali zapis za ničelno stanje. Ta je stabilen, ko se ob 0,0000 pojavi enota g in/ali drug ustrezen znak. Vratca tehtnice morajo biti zaprta.

Vratca tehtnice odpremo. S pinceto prenesemo v tehtnico predmet, ki ga nameravamo stehtati, ali posodo, v kateri bomo natehtali neko snov. Predmet ali posodo postavimo čimbolj na sredino tehtalne površine.

Če uporabljamo plastične posode, moramo preveriti, če statična elektrika ne vpliva na zanesljivost tehtanja, kar se navadno odraža tako, da se začne vrednost na prikazu, ko približamo pinceto ali kovinsko žlico za dodajanje snovi, bliskovito spreminjati. Če smo to res opazili, moramo izbrano posodo zamenjati z ustrežnejšo.

Vratca zapremo. Počakamo, da se na prikazu ustali podatek o masi (pojavi se enota g in ali drug ustrezen znak). Podatek takoj zapišemo. Zapisano še enkrat preverimo tako, da primerjamo zapisano vrednost in vrednost na prikazu. Če nas masa posode, v katero nameravamo natehtati neko snov, ne zanima, jo izničimo s tipko za taro. Počakamo, da se zapis na prikazu ustali. Nato začnemo v posodo dodajati snov. Ko smo dodali dovolj snovi, vratca tehtnice zapremo. Počakamo, da se na prikazu ustali podatek o masi. Podatek takoj zapišemo in še enkrat preverimo po opisanem postopku.

Predmet ali posodo s snovjo vzamemo iz tehtnice. Vratca zapremo. Če bomo s tehtanjem nadaljevali, počakamo, da se na prikazu ustali vrednost 0,0000 g. Če ne dobimo ponovno te vrednosti, temveč neko drugo, npr. 0,0001 g ali -0,0001 g, uporabimo tipko za taro.

Če smo s tehtanjem končali, tehtnico izklopimo. Preverimo, če je njena notranjost čista in vratca zaprta. Nato jo pokrijemo z zaščitno prevleko.

2.1 Vplivi različnih dejavnikov na zanesljivost tehtanja

V tem delu boste preverili, kako vplivajo različni dejavniki na zanesljivost tehtanja.

Najprej napišite podatke o tehtnici. Tehtnico navajamo v seznamu aparaturne in priborne opreme tako, da navedemo ime modela, proizvajalca, kraj in državo.



S tehtnice odčitajte čim več podatkov in presodite, kdaj je bila tehtnica nazadnje uradno preverjena. Katera oznaka to pove? Zakaj je to pomembno?



Za prenašanje čaše uporabljajte pinceto ali gumijaste naprstnike, ne prijemljite je z golo roko, ker to pušča odtise na površini in vpliva na maso.

2.1-1/3 Tehtanje čaše z ostanki vode na notranjih stenah

Notranjost čaše oblijte z dvakrat deionizirano vodo. Vodo izlijte. Preverite, da so zunanje stene čaše suhe, sicer jih obrišite s krpo. Čašo postavite v tehtnico. Zaprite vratca tehtnice in nekaj časa zapisujte maso v odvisnosti od časa.

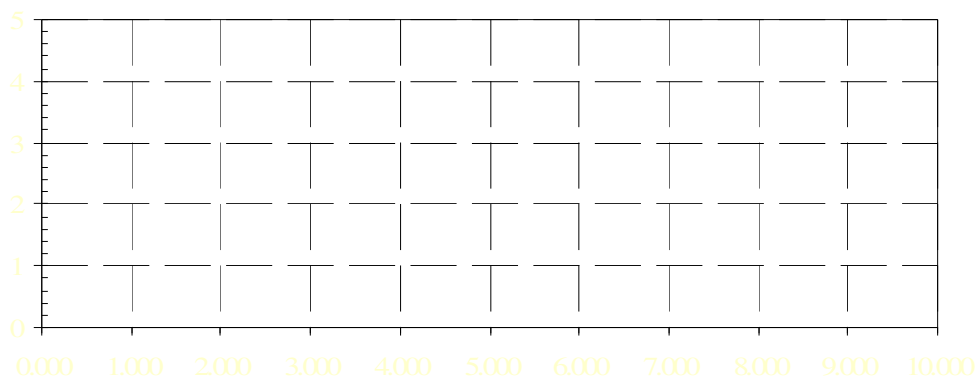


2.1-2/3 Tehtanje ogrete čaše

Čašo posušite s toplim zrakom iz fena in jo ponovno postavite na tehtnico ter nekaj časa zapisujte maso v odvisnosti od časa.



Rezultate obeh eksperimentov 1/3 in 2/3 predstavite grafično. Napišite uvodni stavek k sliki, kjer uvedete sliko. Pod sliko dodajte ustrezno pojasnilo.



Slika 7.

2.1-3/3 Vpliv izdihanega zraka na maso čaše

Čisto in suho čašo, katere temperatura je enaka temperaturi okolice, postavite na tehtnico. Zapišite začetno maso. Nato čašo približajte ustom in dahnite vanjo ter jo ponovno stehtajte. Kakšen je učinek?



2.2 Zanesljivost tehtanja različnih mas

V tem delu boste pridobili vpogled v zanesljivost tehtanja različnih mas na analizni tehtnici tako, da boste združili rezultate tehtanja uteži, ki jih boste pridobili skupaj s kolegi. Vsakdo bo svojo utež stehtal desetkrat.

Rezultate boste vrednotili statistično. Tu povzemamo temeljne statistične parametre. Simboli in poimenovanje je v skladu z IUPAC terminologijo (Orange book).

Aritmetična sredina (povprečje)

Aritmetična sredina \bar{x} je vsota posamičnih meritev (x_i), deljena s številom meritev (n), kot kaže enačba 1.

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad (1)$$

Standardni odklon

Standardni odklon s (enačba 2) je kvadratni koren iz vsote kvadratov razlik (d_i), deljene s številom prostostnih stopenj ($n-1$).

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}} \quad (2)$$

Relativni standardni odklon

Relativni standardni odklon s_r (enačba 3) je standardni odklon deljen z aritmetično sredino.

$$s_r = \frac{s}{\bar{x}} \quad (3)$$

Odstotni standardni odklon

Odstotni standardni odklon $s_r(\%)$ je relativni standardni odklon izražen v odstotkih (enačba 4). Namesto tega je priporočljivejše uporabljati relativni standardni odklon, ker ni dvoumen, če so rezultati določitve izraženi v %. Izraza koeficienta variacije IUPAC ne priporoča.

$$s_r(\%) = s_r \cdot 100 \quad (4)$$

PRIMER 1

V vzorcu pitne vode smo dvajsetkrat zapored določili hidrogenkarbonat in dobili te rezultate v mmol/L: 4,20 4,23 4,17 4,22 4,14 4,22 4,19 4,21 4,30 4,21 4,11 4,16 4,19 4,26 4,30 4,09 4,28 4,31 4,22 4,25

Izračunajte statistične parametre \bar{x} , s , s_r in $s_r(\%)$. Če ima vaš kalkulator statistični program, ga uporabite.



Kaj upoštevamo, ko izbiramo prostor za analizno tehtnico?



Česa pri tehtanju ne smemo narediti?



Kaj preverimo pred začetkom tehtanja?



Kako prijemljemo uteži?



2.2-1/1 Zanesljivost tehtanja

Na analizni tehtnici večkrat zapored (vsaj desetkrat) stehtajte predpisano utež. V preglednico vpišite rezultate posameznih meritev in ne pozabite, da v analizni kemiji sama številčna vrednost še ni rezultat. Naslovite tabelo.



Tabela 3.

Za svoje rezultate meritev izračunajte vse štiri statistične parametre!

R

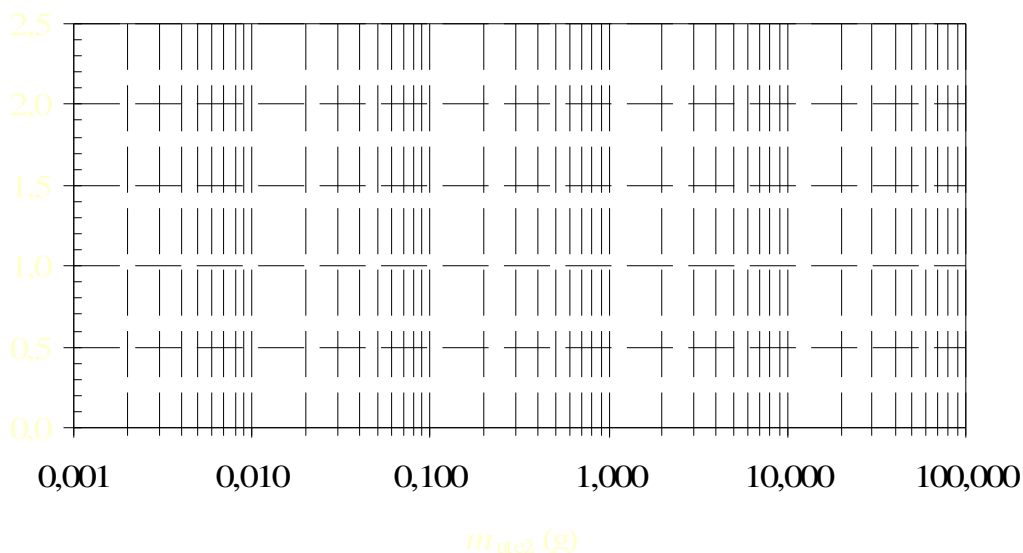
Sodelujte še z drugimi člani svoje skupine, ki so tehtali uteži z drugačno maso. Oblikujte preglednico, v katero boste za vsako utež vpisali njeno nazivno maso, aritmetično sredino meritev, standardni odklon in odstotni standardni odklon!

R

Tabela 4.

Rezultate iz tabele 4 prikažite grafično! Ker se mase uteži med seboj precej razlikujejo, z logaritmskimi skalami pa verjetno nimate veliko izkušenj, smo vam delo olajšali tako, da smo pripravili osnovo, na kateri je za abscisno os vrisana logaritmska skala, vi pa smiselno priredite vrednosti linearni skali na ordinatni osi, tako da boste pri vrisovanju točk izkoristili ves prostor, ki vam je na voljo! Označite obe osi. Pod sliko zapišite ustrezno pojasnilo.

R



Slika 8.

Pri tehtanju na navadni analizni tehtnici, ko gre za pripravo standardnih in kalibracijskih raztopin ali za tehtanje sušenih ali žarenih oborin, velja pravilo, da naj natehte ne bodo nižje

od 200 mg. Če to upoštevamo, je napaka tehtanja nasproti nezanesljivosti, ki jo h končnemu rezultatu analize prispevajo druge stopnje postopka, zanemarljiva.

Kako lahko to trditev podkrepite s svojimi rezultati, ki ste jih prikazali grafično? Opišite, kako se odstotni standardni odklon za tehtanje uteži spreminja z maso uteži! Pri katerih masah je tehtanje manj zanesljivo in zato ne moremo več trditi, da je nezanesljivost samega tehtanja zanemarljiva?

