

### 3. MERJENJE VOLUMNA (PROSTORNINE)

Merjenje volumna ali prostornine je poleg merjenja mase ena najbolj temeljnih laboratorijskih operacij. Pri kemijskih postopkih so reagenti pogosto tekočine ali raztopine, ki jih je treba dodati v predvidenem odmerku, kar zagotovimo z odmerjanjem njihovega volumna. Vzorec, ki je v tekočem agregatnem stanju, za analizo najpogosteje odmerimo z volumetričnim priborom, redkeje ga natehtamo. Volumetrični pribor uporabljamo pri pripravi raztopin in zmesi topil, neizogiben je pri redčenju raztopin. Volumski odmerki so v praksi lahko zelo različni, z različnimi vrstami volumetričnega pribora volumne različno zanesljivo odmerimo. Zato je treba poznati razlike med vrstami volumetričnih naprav in jih je treba znati pravilno uporabljati in tudi preverjati.

V laboratorijih morajo biti analizni postopki validirani, kar potrjuje, da dajejo zanesljive rezultate in so namenu primerni. Pri validaciji je treba ovrednotiti nezanesljivost oz. merilno negotovost vseh operacij, torej tudi nezanesljivost merjenja volumna. K tej prispeva nezanesljivost kalibracijskega volumna pribora in nezanesljivost odmerjanja volumna ter vpliv pogojev kot je temperatura. Prvi prispevek je značilnost pribora kot takega. Nezanesljivost kalibracijskega volumna oz. še sprejemljivo odstopanja od nazivnega ali nominalnega volumna opredeli proizvajalec. Drugi prispevek je zelo odvisen od izurjenosti tistega, ki pribor uporablja. Pri tej vaji se boste usposobili za preverjanje oz. kalibracijo volumetričnega pribora različnih vrst. Ker boste postopek kalibracije ponovili vsaj šestkrat boste tako ugotovili tudi, kako ponovljivo s posamezno vrsto pribora odmerjate volumen, kar boste ovrednotili s standardnim odklonom, relativnim standardnim odklonom in odstotnim standardnim odklonom. Napšite enačbe za računanje teh treh parametrov in uporabite pravilno pisavo ter simbole zanje.



#### 3.1 Volumetrične naprave

Volumetrične naprave so, kot pove že samo ime, namenjene natančnemu odmerjanju volumna. Najbolj klasični primeri tovrstnega pribora so pipete, birete, volumetrične steklenice ali bučke, ter merilni valji ali menzure. Za ves ta pribor veljajo določena pravila označevanja, ki jih bomo pojasnili ob primeru pipet. Pipete morajo biti v skladu z DIN in ISO predpisi, opremljene s podatki o proizvajalcu ali blagovni znamki, o nazivnem ali nominalnem volumnu, enoti, načinu kalibracije, razredu in o temperaturi kalibracije. Označena naj bi bila tudi identifikacijska številka, če gre npr. za volumetrično steklenico, morata imeti steklenica in pripadajoči zamašek isto številko. Pogosto so dodani še podatki o državi, kjer so bile pipete izdelane, toleranci za napako, o času praznjenja, dodan je tudi znak za soglasnost s predpisi. Primeri pravilno označenih pipet so prikazani na sliki 9.

K sliki 9 dopišite pomen posameznih oznak, pomagajte si s podrobnejšim opisom, ki je v nadaljevanju!



Slika 9. Primeri pravilno označenih pipet

Na osnovi slike 9 presodite, v čem je temeljna razlika med pipetami razreda B in AS. Napišite, kakšna konkretno je ta razlika za 10 mL pipeto.



Prvi podatek, ki ga je treba posebej pojasniti, je **način kalibracije**. Pomembno je, da znamo ta podatek pravilno razbrati z vsake vrste volumetričnega pribora, saj ga bomo le tako znali pravilno uporabljati. Razlikujemo med oznakama **Ex** (to deliver) ter **In** (to contain). Ex pomeni, da bo toliko raztopine, kot je nominalni volumen pipete, iz pipete izteklo. Sama pipeta pred tem vsebuje nekoliko večji volumen raztopine, saj je bilo pri kalibraciji ali umerjanju upoštevano, da se del raztopine zaradi kapilarnosti zadrži v konici pipete. Nepravilno bi bilo, če bi pipeto na silo popolnoma izpraznili. V tem primeru bi bil preneseni volumen večji od nazivnega. Prav nasprotno pa je pri pipetah, označenih z In, ki nominalni volumen vsebujejo. To oznako imajo kapilarne pipete za volumne do 200  $\mu\text{L}$ . Iz teh pa moramo za pravilen prenos volumna pozneje s primerno izpiralno tekočino izprati tudi preostanek odmerjane raztopine.

Opredelitev razreda je pri pipetah povezana predvsem z dopustnim odstopanjem odmerjenega volumna od nominalnega volumna, torej z največjo dopustno napako, ki jo podajamo s toleranco za napako. Najstrožje zahteve izpolnjujejo pipete razreda **A** in **AS**. To so edine pipete, ki so primerne za uradno certificiranje, saj njihova pravilnost in ponovljivost dosega DIN in ISO standarde. Med razredoma A in AS je razlika le v hitrosti izpraznitve, hitreje se izpraznijo pipete AS, ker imajo v konici večjo odprtino. Pipete, pri katerih so odstopanja od pravih vrednosti do dvakrat višja, kot jih dopuščajo DIN in ISO standardi, so iz razreda **B**. Če omenimo konkreten primer, so tolerance za napako pri pipeti razreda B, katere nazivni volumen je 5 ml, enake  $\pm 0,022$  ml, pri pipeti razreda A ali AS pa so samo  $\pm 0,015$  ml. Razreda A in AS se od B razlikujeta tudi po črtnih oznakah, ki označujejo različne volumne. Pri razredih A in AS so pomembnejši volumni, zarisani z obroči, pri razredu B pa samo z nekoliko daljšimi loki kot sicer. Poznamo še pipete razreda **“blow out”**. To so pipete na izpih, ki omogočajo hitrejše pipetiranje, pravilno pa jih uporabljamo tako, da dve sekundi po tem, ko iz njih izteče tekočina, preostanek izpihnemo. Te pipete niso primerne za uradno certificiranje, četudi so pri njih tolerance za napako enake, kot so pri pipetah iz razredov A in AS.

**Temperatura kalibracije** pove pogoje, pri katerih je bila opravljena kalibracija, in s tem razumljivo tudi temperaturo, pri kateri bomo s to pipeto res pravilno odmerili volumen. Temperatura kalibracije je pri navadnih pipetah najpogosteje 20 °C.

**Čas praznjenja pipete ali birete** pove, koliko časa iz nje pri neoviranem pretoku izteka prečiščena voda.

Uporabite dodatno gradivo [1] in napišite najkrajše predpisane čase praznjenja za birete ali merilne pipete z dolžino graduirane skale 15 cm, 20 cm, 25 cm, 30 cm in 50 cm.



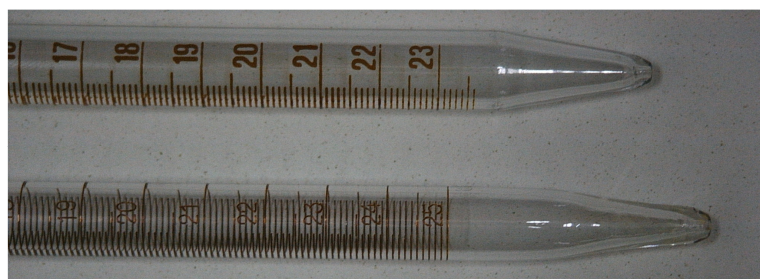
Samo na pipetah razredov A in AS je tudi **simbol za soglasnost**, to je črka **H**, ki jo navadno dopolnjuje še znak proizvajalca, npr. pri Brandu je to črka B. S simbolom za soglasnost proizvajalec zagotavlja, da je volumetrična naprava glede pravilnosti in ponovljivosti rezultatov certificirana in v skladu z veljavnimi predpisi.

Zdaj, ko smo opisali pravilno označevanje volumetričnih naprav, dodajmo še, da glede na obliko delimo pipete v **volumetrične ali polnilne**, ki so namenjene odmerjanju enega samega volumna, in v **graduirane ali merilne**, s katerimi lahko odmerjamo različne volumne. Graduirane pipete imajo navadno poleg podatka o nazivnem volumnu še podatek o najmanjšem volumnu, ki ga je s pipeto mogoče odmeriti.

Graduirane pipete imajo lahko ob merilu različno označene volumne (slika 10). Pri prvi vrsti pipet je na vrhu skale oznaka največjega volumna, ki ustreza kapaciteti pipete, volumske oznake pa proti konici padajo. Pri drugi vrsti pipet je na vrhu skale oznaka 0 mL, volumske oznake proti konici naraščajo. Pri graduiranih pipetah razlikujemo še **pipete za popolno praznjenje** in **pipete za delno praznjenje**, pri katerih tudi nominalni volumen odmerimo med dvema oznakama (slika 11).



Slika 10. Merilni pipeti kapacitete 5 mL: pipeta z oznako volumna 5 mL na vrhu skale (zgoraj) in pipeta z oznako volumna 0 mL na vrhu skale (spodaj)



Slika 11. Merilni pipeti kapacitete 25 mL: za popolno (zgoraj) in delno (spodaj) praznjenje

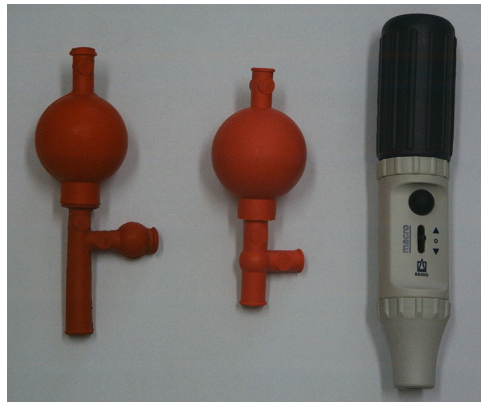
Oglejte si sliko 10 in razložite, kako bi s prvo oz. drugo merilno pipeto odmerili 2 mL raztopine.



Oglejte si sliko 11 in razložite, kako bi s prvo oz drugo pipeto odmerili 25 mL raztopine.



Ker pipetiranje z usti ni dovoljeno, saj je nevarno in nehigienično, si pomagamo z različnimi pripomočki, ki so prikazani na sliki 12. Najpogostejše so gumijaste žogice za pipetiranje, katerih delovanje temelji na krogličnih ventilih. Kroglice, ki so vstavljene v gumijaste cevi, se stenam cevi tesno prilegajo. Če pa na takem mestu cev stisnemo, se njena oblika iz okrogle spremeni v ovalno, ki se ji kroglica nič več tesno ne prilega, zato mimo nje lahko prehaja zrak. Žogice za pipetiranje imajo najpogosteje tri ventile. Pred začetkom pipetiranja hkrati z zgornjim ventilom stisnemo tudi žogico in tako iz nje iztisnemo zrak. Žogico spojimo s pipeto. Ko stisnemo ventil, ki je neposredno pod žogico, se začne v pipeto vsrkavati tekočina. Iz pipete, na kateri je žogica, tekočina ne more izteči, dokler ne poskrbimo za dotekanje zraka, kar pa je mogoče šele, ko odpremo stranski ventil. Poleg žogic za pipetiranje obstajajo tudi drugi, bolj izpopolnjeni pripomočki, katerih notranjost je varovana s hidrofobnim filtrom. Podtlak se vzpostavi že, če samo stisnemo gumijasti del. Za vsesavanje raztopine v pipeto pomaknemo ročico navzgor, za praznjenje navzdol, z gumijastim mešičkom pa lahko raztopino iz pipete tudi izpihnemo.



Slika 12. Različne vrste pripomočkov za pipetiranje

### 3.2 Pravilna uporaba pipete in volumetrične steklenice (bučke)

Pipetiranje je operacija, ki je v laboratorijih zelo pogosta. S pipetiranjem odmerjamo standardne in kalibracijske raztopine ali pa odvezamo del vzorca, ki ga bomo analizirali. Temperatura raztopin, ki jih pipetiramo, ne sme bistveno odstopati od 20 °C. Utemeljite, zakaj! Kako bi na rezultat določitve koncentracije vplivalo, če bi vzeli raztopino vzorca neposredno iz hladilnika in bi takoj nato vzorec za analizo odmerili s pipeto? Ali bi bila določena koncentracija prenizka ali previsoka?



Osnovno pravilo je, da je pipeta med pipetiranjem ves čas v povsem navpičnem položaju. Tako pipeto kot posodo, iz katere pipetiramo, držimo v rokah. Nepravilno je, če je posoda iz katere pipetiramo, odložena na pult. Pri samem pipetiranju potisnemo pipeto do tolikšne globine, kot je nujno potrebno, da ob koncu pipetiranja zaradi znižanja gladine ne bi v pipeto namesto raztopine potegnili zraka. Če je le mogoče, posodo nagnemo tako, da v dveh točkah daje oporo pipeti in utrdi njen navpični položaj. V pipeto potegnemo tekočino približno en centimeter nad volumsko oznako.

Pipeto dvignemo iz raztopine. Zunanje stene pipete, ki so bile omočene s tekočino, obrišemo s staničevino ali vpojnim papirjem, tako da potegnemo po pipeti v smeri proti konici. Paziti moramo, da se pri tem s papirjem ne dotaknemo odprtine v konici, ker bi tako lahko iz pipete potegnili del tekočine.

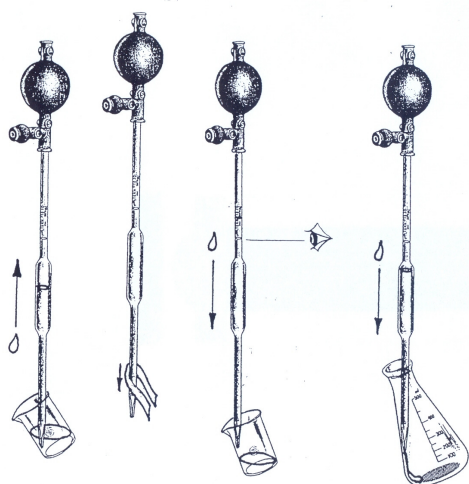
Praviloma menisk uravnamo z izpuščanjem tekočine v drugo posodo, ki služi za odpad. Konico pipete, ko je pipeta povsem navpično, opremo ob steno. Če je le mogoče, posodo nagnemo tako, da pipeti da oporo še v eni točki in tako ponovno utrdimo njen navpični položaj. Oznaka, s katero želimo uravnati menisk tekočine, mora biti v višini oči, ko začnemo iz pipete počasi izpuščati tekočino. Če bi menisk uravnali na oznako, ko bi konica pipete segala v raztopino, bi volumen odmerili nepravilno. Menisk tekočine se oblikuje glede na lastnosti tekočine. Če so privlačne sile med steklom in tekočino večje od privlačnih sil v sami tekočini, se bo menisk oblikoval tako, da bo raven tekočine v sredini nižja. Tako je pri večini vodnih raztopin. V nasprotnem primeru se menisk oblikuje tako, da je raven tekočine v sredini cevi višja, kot je to npr. pri živem srebru. Pri uravnavanju ravni tekočine na oznako upoštevamo raven tekočine v sredini meniska. Pri volumetričnih napravah, ki imajo oznake po Schelbachu, je ozadje pipete mlečno belo, po sredini pa teče modra črta. Zaradi loma svetlobe vidimo na meji tekočine in zraka črto zoženo, kar nam olajša uravnanje meniska ali pa odčitavanje volumna. Vendar volumetrični pribor po Schelbachu zaradi nevarnosti paralakse, ni primeren za uradno certificiranje.

Narišite menisk tekočine v cevi za primer vode in živega srebra. Poskusite narisati menisk tudi za primer vode v bireti po Schelbachu.



Nato naslonimo konico pipete ob notranjo steno posode, v katero želimo prenesti tekočino. Pipeto držimo navpično, posodo pa nagnemo tako, da daje, če je le mogoče, oporo pipeti v tej legi in nato začnemo iz pipete izpuščati tekočino. Ko tekočina izteče, prekinemo stik s steno posode, da se tekočina v konici uravna na tisto raven, za katero je predvideno, da pri pipetiranju v konici ostane. Najpomembnejše stopnje pipetiranja grafično prikazujemo na sliki 13.

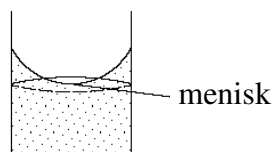
K sliki dopišite, katere stopnje prikazujejo posamezne risbe!



Slika 13. Najpomembnejše stopnje pri pipetiranju

Opišimo še pravilno uporabo volumetrične steklenice (bučke). Bučo izpolnimo s prečiščeno vodo, da je gladina tekočine malo pod oznako. Počakamo nekaj časa, da lahko vsa tekočina, ki je zastala na stenah, steče v bučo. Pripravimo si majhno čašo s prečiščeno vodo in čisto kapalko. Meniska tekočine v buči nikoli ne uravnavamo tako, da buča stoji na podlagi, saj podlaga pogosto ni povsem ravna, višina pulta pa ni taka, da bi, lahko v primerni višini gledali menisk tekočine pri uravnavanju njene ravni, ko normalno stojimo. Za pravilno uravnanje meniska primemo vrat buče samo z dvema prstoma, in to čim višje ter bučo dvignemo tako, da je oznaka v višini naših oči. Buča prosto visi in je tako povsem navpična, kar je prvi pogoj, da bomo raven tekočine v njej pravilno uravnali. S pomočjo kapalke s prečiščeno vodo uravnamo menisk tekočine na oznako.

Omenimo še, da meroslovne institucije kot npr. National Bureau of Standards (NBS, zdaj National Institute of Standards and Technology – NIST) v svojih dokumentih priporoča uravnavanje meniska tako, da gledamo nekoliko pod kotom, nižje od oznake, od spodaj navzgor in spodnjo točko meniska uravnamo v sredino elipse kot kaže slika 14.



Slika 14. Uravnavanje meniska tekočine po priporočilih NBS, kjer gledamo nekoliko pod kotom, od spodaj navzgor

Za boljšo vidnost meniska NBS priporoča uporabo manšete iz črne gume, ki jo prerežemo navpično tako, da jo lahko namestimo okrog vratu pipete, birete ali bučke, ki se ji mora tesno prilegati neposredno pod oznako.

### 3.3 Preverjanje in kalibracija volumetričnih naprav

Volumetrični pribor, ki ga kalibriramo ali preverjamo, mora biti čist, tako da se površina enakomerno omoči s prečiščeno vodo. Voda se mora oprijemati steklene stene v

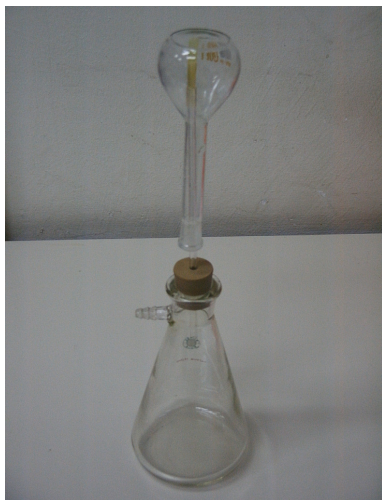
enakomernem filmu. Nečista površina vpliva na obliko meniska in povzroča, da se voda nepravilno oprijemlje steklene stene kar vodi do napak pri določitvi volumna pribora.

Načini čiščenja so različni. NBS daje prednost kadeči žveplovi kislini ali žveplovi kislini, ki vsebuje natrijev dikromat. Za odstranjevanje olj in masti najprej uporabimo organska topila in nato še eno od že omenjenih sredstev. Druga sredstva za čiščenje so: dušikova kislina, alkohol in voda. Vsako čiščenje zaključimo z večkratnim spiranjem z vodovodno in nato še s prečiščeno vodo.

Volumetrične naprave, ki so kalibrirane na vsebnost (In), moramo pred vsako stopnjo kalibracije oz. preverjanja posušiti. Pred sušenjem jih oplaknemo z malo alkohola. Pravilno jih sušimo z neogretim, komprimiranim zrakom iz jeklenke, ki se dodatno čisti in suši s prehodom skozi koncentrirano žveplovo kislino in sušilno sredstvo, npr. kalcijev klorid. V dopolnilnem gradivu [2] je slika take postaje. Skicirajte jo.



Pri vajah si bomo pomagali tako, da bomo kot sušilno postajo uporabljali presesalno bučo priklopljeno na vodno črpalko. Buča ima skozi zamašek potisnjeno daljšo cev, na koncu katere je prirezani nastavek batne mikropipete. Na to cev poveznemo posodo, ki jo želimo osušiti in skozi cev s pomočjo vodne črpalke sesamo zrak iz okolice. Pripomoček za sušenje volumetričnega pribora je prikazan na sliki 15.



Slika 15. Sušilna postaja, ki jo bomo uporabili pri vajah

Volumetrični pribor najpogosteje kalibriramo s prečiščeno vodo, njegov volumen je tako enak volumnu vode, ki jo pribor vsebuje (In) ali pa volumnu vode, ki ga s priborom odmerimo (Ex). Preverjanje ali kalibracijo opravimo s tehtanjem (gravimetrično). Ker je volumetrični pribor kalibriran pri 20 °C, moramo med postopkom spremljati temperaturo prečiščene vode, ki jo uporabljamo za kalibracijo in maso pretvoriti v volumen z ustrežno korekcijo. Pri enostavnejšem pristopu, uporabljamo kar korekcijski faktor za ustrežno temperaturo, ki ga prilagodimo glede na volumen pribora, kot opisuje publikacija NBS [1]. Korekcijski faktorji so različni za različne vrste stekla. Razlikujemo lahko-taljivo ali mehko ali natrijevo steklo (Soda Lime, AR-Glass®, Flint) in borosilikatno steklo (Duran®, Boro 3.3, Boro 5.5, Boro

6.5, Pyrex). Iz natrijevega stekla so pipete; volumetrične steklenice, birete in merilni valji pa so iz borosilikatnega stekla, ki je bolj odporno na kemikalije. Oglejte si primer računanja v enoti 6.2 publikacije NBS in natisnite tabeli 16 in 17, da boste natehte pri vaji lahko ustrezno pretvarjali v volumne pri 20 °C.



Težava pri primeru iz enote 6.2 publikacije NBS je v enotah. Masi izraženi v gramih je prišteta konstanta, ki ima enoto 1, končni rezultat pa je v mL. Če želimo način računanja volumna pribora pri temperaturi kalibracije opisati z matematično enačbo (5), je ta na prvi pogled videti precej zapletena, a jo lahko razumemo, če poznamo priporočila NIST iz vodnika za uporabo mednarodnega sistema enot [3]. Uporaba zavitih oklepajev pri veličinah je opisana v enoti 7.11 publikacije NIST. Če je veličina, v zavitem oklepaju s podpisano enoto, to pomeni, da moramo veličino izraziti v tej enoti, sicer med veličinami v enačbi ne dobimo pravih odnosov.

Korekcijskemu faktorju za ugotavljanje pravega volumna (kapacitete) volumetričnega pribora s tehtanjem v zraku smo pripisali simbol  $k$ .

$$\{V_{20\text{ °C}}\}_{\text{mL}} = (\{m_t\}_{\text{g}} / \text{g} + k_t \{V_{\text{nazivni}}\}_{\text{mL}} / (100\text{ mL}))\text{ mL} \quad (5)$$

Če primer iz enote 6.2 publikacije NBS obravnavamo po enačbi 5, je potek računanja naslednji:

$$\{V_{20\text{ °C}}\}_{\text{mL}} = (\{m_{24,5\text{ °C}}\}_{\text{g}} / \text{g} + k_{24,5\text{ °C}} \{V_{\text{nazivni}}\}_{\text{mL}} / (100\text{ mL}))\text{ mL}$$

$$\{V_{20\text{ °C}}\}_{\text{mL}} = (99,615\text{ g/g} + 0,372\text{ } 100\text{ mL}/(100\text{ mL}))\text{ mL}$$

$$\{V_{20\text{ °C}}\}_{\text{mL}} = (99,615 + 0,372)\text{ mL}$$

$$V_{20\text{ °C}} = 99,987\text{ mL}$$

Pojasnite, zakaj smo v enačbi 5 pri  $k_t$  in  $V_{\text{nazivni}}$  oznaki, ki smo ju podpisali, pisali prvič v ležeči in drugič v pokončni pisavi.



Napišite ime veličine, ki smo jo v enačbi 5, označili s simbolom  $t$ . Na primerih prikažite, kako številčno vrednost in enoto za to veličino zapišemo pravilno in kako bi bili zapisani napačno.



Bučka iz borosilikatnega stekla z nazivnim volumnom 25 mL je pri 23,2 °C vsebovala dvakrat deionizirano vodo z maso 24,8965 g. Uporabite ustrezen korekcijski faktor iz tabele 17 publikacije NBS in izračunajte pravi kalibracijski volumen te bučke pri 20 °C.





Uporabite dodatno gradivo [2] in naštejte, katere prispevke bi bilo vse treba upoštevati za korekcijo tako imenovane navidezne mase pri doslednejšem pristopu in tehtnici z vgrajenimi utežmi. Uporabite ustrezne simbole veličin in napišite, po katerem viru ste jih preverili.



Opravili boste gravimetrično preverjanje oz. kalibracijo pipete, volumetrične steklenice, birete in merilnega valja. Tako boste dobili vpogled v to, kako ponovljivo s tem priborom odmerjate volumen. Ker bo pribor, ki ga bo preverjala celotna skupina, različnih kapacitet, boste svoje rezultate združili v grafične prikaze, iz katerih bo mogoče videti, kako se zanesljivost odmerjanja volumna spreminja z vrsto in kapaciteto pribora. Pri pretvarjanju mas v volumne uporabite ustrezen korekcijski faktor. Upoštevajte, da so pipete iz mehkega, natrijevega stekla; volumetrične steklenice, birete in merilni valji pa iz borosilikatnega.

### **3.3-1/4 Preverjanje in kalibracija merilnih in polnilnih pipet**

Za kalibracijo pipete rabimo:

- pipeto,
- jodirno steklenico z zamaškom,
- tehtnico,
- večjo čašo za zalogo prečiščene vode,
- alkoholni termometer,
- manjšo čašo, iz katere pipetiramo,
- nastavek za pipetiranje,
- čašo za odpad, v katero izpuščamo vodo pri uravnavanju meniska,
- naprstnika,
- vpojni papir za brisanje konice pipete.

Prepišite vse podatke s pipete, ki jo boste kalibrirali in opredelite tudi njihov pomen (npr. nazivni volumen: 15 mL, razred: A, ipd.).



Pri kalibraciji bomo s pipeto odmerjali dvakrat deionizirano vodo v jodirno steklenico in s tehtanjem določali povečanje mase jodirne steklenice zaprte z zamaškom po vsakem dodatku. Zato moramo jodirno steklenico in zamašek prijemat izključno z naprstnikoma, da ne vplivamo na maso s prstnimi odtisi. Naprstnika ima desničar na palcu in kazalcu leve roke.

Jodirno steklenico z zamaškom z levo roko postavimo na tehtnico in odčitamo njeno maso ter jo vpišemo v Tabelo 5. Odčitamo temperaturo prečiščene vode v čaši z večjo zalogo vode. Pipeto, ki jo držimo v desni roki, napolnimo z dvakrat deionizirano vodo iz čaše tako, da sega voda približno centimeter čez oznako. Pipeto dvignemo iz tekočine, z vpojnim papirjem potegnemo vzdolž pipete proti konici, da obrišemo tisti del pipete, ki je bil potopljen v vodo.

Z izpuščanjem vode v čašo za odpad uravnamo menisk tekočine v pipeti na oznako. Konica pipete naj bo pri tem v stiku z mokro steno čaše. Konice pipete v tej stopnji ne brišemo. Vsebinsko pipete izpraznimo v stehtano jodirno steklenico. Jodirno steklenico odpremo tako, da s prstoma, na katerih imamo naprstnika, primemo zamašek blizu spoja z vratom steklenice, ko

stoji steklenica na ravni podlagi in ga odrinemo navzgor. Zamašek odložimo na čisto podlago tako, da se podlage dotika z ravnim zunanjim delom.

Jodirno steklenico primemo s prstoma leve roke, na katerih imamo naprstnika. Konico pipete opremo ob notranjo steno steklenice pod obrusom in začnemo iz pipete izpuščati vodo. Takoj, ko se tok tekočine iz pipete prekine, steklenico zamašimo z zamaškom, ki ga primemo s prstoma leve roke, na katerih imamo naprstnika. Jodirno steklenico stehtamo in maso po prvem odmerjanju volumna vpišemo v tabelo 5.

Postopek ponovimo šestkrat. Pred vsakim polnjenjem pipete v tabelo 5 vpišemo podatek o temperaturi. Vsak naslednji odmerek dodamo k prejšnji vsebini steklenice. Med izvedbo pazimo, da je obrus steklenice, ki jo tehtamo, vseskozi suh. Ko naredimo šesto ponovitev, vode iz jodirne steklenice ne izlijemo, ampak jo posesamo s pomočjo vodne črpalke.

Izračunajte vse zahtevane podatke vezane na tabelo 5.

Tabela 5. Natehte in drugi podatki za kalibracijo \_\_\_\_\_



	Pred	1.	2.	3.	4.	5.	6.
$t$ (°C)							
$m$ (g)							
$m_{\text{odmerka}}$ (g)							
$k_t$							
$V_{20^\circ\text{C}}$ (mL)							

$$\bar{V}_{20^\circ\text{C}} = \quad s = \quad s_r = \quad s_r(\%) =$$

$$V_{\text{nazivni}} =$$

$$V_{\text{toler.}} = \pm$$

Uporabite podatka o nazivnem volumnu ( $V_{\text{nazivni}}$ ) in toleranci ( $V_{\text{toler.}}$ ) za pribor, ki ste ga kalibrirali in izračunajte tolerančni meji volumna. Presodite, če je volumen, ki ste ga ugotovili s kalibracijo, znotraj tolerančnih mej pribora.

### 3.3-2/4 Preverjanje in kalibracija volumetričnih steklenic (bučk)

Za kalibracijo volumetrične steklenice rabimo:

- volumetrično steklenico,
- tehtnico,
- večjo čašo za zalogo prečiščene vode,
- alkoholni termometer,
- manjšo čašo za polnjenje volumetrične steklenice,
- lij,
- kapalko z mešičkom,
- sušilno postajo,
- naprstnika.

Narišite trebušasti del bučke, prerišite vse oznake in k oznakam pripišite njihov pomen.



Pri vaji kalibriramo bučke velikosti 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL in 100 mL. Bučko prijemljemo samo z naprstniki, ki jih imamo na palcu in kazalcu leve roke. Če bučka ni popolnoma suha jo speremo z malo dvakrat deionizirane vode, nato še z malo izopropanola in jo postavimo na sušilno postajo, prijemljemo jo z naprstniki. Bučko poveznemo na stekleno cevko, ki je vstavljena skozi zamašek v presesalno bučo, to pa priključimo na vodno črpalko. Med sušenjem bučko občasno malo premaknemo, da se hitreje osuši po celotni notranjosti, vendar jo lahko primemo le z naprstniki. Bučke na tej aparaturi sušimo toliko časa, da je njihova notranjost popolnoma suha.

Suho bučko vseskozi prijemamo z naprstniki. Hkrati pazimo, da z naprstniki prijemljemo čim manj drugih stvari. Suho bučko najprej stehtamo skupaj z zamaškom. Bučko primemo z levo roko s palcem in kazalcem, na katerih imamo naprstnika, z desno roko odpremo vratca tehtnice in jih za tehtanje kasneje z isto roko tudi zapremo. Maso prazne in suhe bučke vpišemo v tabelo 6.

V tabelo 6 vpišemo temperaturo dvakrat deionizirane vode v čaši z zalogo vode. V vrat bučke vstavimo lij in jo napolnimo z dvakrat deionizirano vodo iz čaše malo pod oznako. Lij držimo z levo roko in med polnjenjem z njim krožimo tako, da omočimo celotno steno vratu bučke pod obrusom. V desni roki držimo čašo, iz katere polnimo bučko. Lij odstranimo. Bučko pustimo stati dve minuti, da se stene osušijo. Nato s kapalko dopolnimo vodo v bučki do oznake. V levi roki s palcem in kazalcem držimo merilno bučko tako, da prosto visi v navpični legi in z desno roko dodamo deionizirano vodo s kapalko do oznake. S kapalko dodajamo tekočino tik ob steni en centimeter nad oznako. Menisk deionizirane vode odčitamo v višini oči. Bučko odložimo na pult in takoj z levo roko vstavimo zamašek ter jo ponovno stehtamo. Maso napolnjene bučke vpišemo v tabelo 6.

Bučko nato spraznimo, splaknemo z malo izopropanola, posušimo na sušilni postaji. Suho bučko stehtamo. Zapišemo temperaturo vode, bučko znova napolnimo in stehtamo. Bučko umerimo šestkrat in nato izračunamo vse zahtevane parametre.

Tabela 6. Natehte in drugi podatki za kalibracijo \_\_\_\_\_



	1.	2.	3.	4.	5.	6.
$t$ (°C)						
$m_{\text{prazne}}$ (g)						
$m_{\text{polne}}$ (g)						
$m_{\text{vode}}$ (g)						
$k_t$						
$V_{20^\circ\text{C}}$ (mL)						

$$\bar{V}_{20^\circ\text{C}} = \quad s = \quad s_r = \quad s_r(\%) =$$

$$V_{\text{nazivni}} =$$

$$V_{\text{toler.}} = \pm$$

Uporabite podatka o nazivnem volumnu ( $V_{\text{nazivni}}$ ) in toleranci ( $V_{\text{toler.}}$ ) za pribor, ki ste ga kalibrirali in izračunajte tolerančni meji volumna. Presodite, če je volumen, ki ste ga ugotovili s kalibracijo, znotraj tolerančnih mej pribora.

*R*

### **3.3-3/4 Preverjanje in kalibracija biret**

Za kalibracijo birete rabimo:

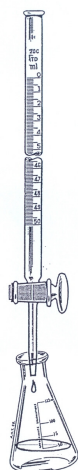
- bireto,
- jodirno steklenico z zamaškom,
- tehtnico,
- laboratorijsko stojalo,
- mufo,
- prižemo,
- večjo čašo za zalogo prečiščene vode,
- alkoholni termometer,
- manjšo čašo za polnjenje birete,
- lij,
- čašo za odpad, v katero izpuščamo vodo pri uravnavanju meniska,
- naprstnika,
- vpojni papir za brisanje konice pipete.

Prepišite vse podatke z birete, s katero boste odmerjali zahtevani volumen in opredelite njihov pomen.



Umerjali boste birete velikosti 10 mL, 25 mL in 50 mL. Odmerjali boste volumne 10,0 mL, 5,0 mL, 2,0 mL in 1,0 mL.

Bireto vpnemo v laboratorijsko stojalo. S pogledom od spredaj in od strani preverimo, če je v popolnoma navpični legi. Desničar upravlja z ventilom birete z levo roko tako, da z dlanjo objame bireto okrog ventila, zato mora biti ročaj ventila na desni strani kot kaže slika 16.



Slika 16. Pravilen položaj birete, če jo upravlja desničar

Pri kalibraciji bomo z bireto odmerjali dvakrat deionizirano vodo v jodirno steklenico in s tehtanjem določali povečanje mase jodirne steklenice zaprte z zamaškom po vsakem dodatku. Zato moramo jodirno steklenico in zamašek prijematı izključno z naprstnikoma, da ne vplivamo na maso s prstnimi odtisi. Naprstnika ima desničar na palcu in kazalcu desne roke. Jodirno steklenico z zamaškom z levo roko postavimo na tehtnico in odčitamo njeno maso ter jo vpišemo v Tabelo 7. Odčitamo temperaturo prečiščene vode v čaši z večjo zalogo vode. Bireto najprej napolnimo z dvakrat deionizirano vodo. Pri polnjenju si pomagamo z lijem. Med polnjenjem izpolnimo tudi konico tako, da odpremo ventil. Ventil odpiramo tako, da bireto objamemo z levo roko in odpremo ventil, z desno pa držimo posodo, v katero prestrezamo tekočino. Pri polnjenju pazimo, da niso kje ujeti zračni mehurčki. Bireto napolnimo približno centimeter nad oznako za ničlišče. Konico birete obrišemo z vpojnim papirjem.

Nato uravnamo volumen na ničlišče. Kapljico, ki ostane na konici birete odstranimo tako, da se narahlo dotaknemo stene čaše, v kateri zbiramo odvečno vodo. Nato odmerimo želen volumen v jodirno steklenico, ki jo prijemljemo izključno z naprstnikoma desne roke. Jodirno steklenico držimo tako, da se stena steklenice pod obrusom narahlo dotika konice birete. Vodo hitro spustimo do prve večje oznake na bireti, nad želenim volumnom, ventil zapremo, počakamo približno 30 sekund in nato vodo počasi izpustimo do želenega volumna. Takoj, ko odmerimo želeni volumen, steklenico zapremo z zamaškom in jo stehtamo.

Bireto znova napolnimo po opisanem postopku. Odčitamo temperaturo prečiščene vode v čaši z večjo zalogo vode in jo vpišemo v tabelo 7. Uravnamo volumen vode na ničlišče, ponovno odmerimo zahtevani volumen v jodirno steklenico po opisanem postopku. Naredimo šest ponovitev. Meritve vpisujemo v tabelo 7, nato izračunamo vse zahtevane rezultate.

Tabela 7. Natehte in drugi podatki za odmerjanje \_\_\_\_\_ mL volumna z \_\_\_\_\_ mL bireto \_\_\_\_\_



	Pred	1.	2.	3.	4.	5.	6.
$t$ (°C)	<del> </del>						
$m$ (g)							
$m_{\text{odmerka}}$ (g)	<del> </del>						
$k_t$	<del> </del>						
$V_{20\text{ °C}}$ (mL)	<del> </del>						

$$\bar{V}_{20\text{ }^\circ\text{C}} = \quad s = \quad s_r = \quad s_r(\%) =$$

$$V_{\text{nazivni}} =$$

$$V_{\text{toler.}} = \pm$$

### 3.3-4/4 Preverjanje in kalibracija merilnih valjev

Za kalibracijo merilnega valja rabimo:

- merilni valj,
- tehtnico,
- večjo čašo za zalogo prečiščene vode,
- alkoholni termometer,
- manjšo čašo za polnjenje merilnega valja,
- lij,
- kapalko z mešičkom,
- čašo za praznjenje merilnega valja ob tehtnici,
- sušilno postajo,
- kljunasto merilo,
- naprstnika.

Merilni valj ste gotovo že uporabljali. Opišite, kako ste ga uporabili.



Merilni valj vseskozi prijemamo z naprstnikoma, ki ju imamo na palcu in kazalcu leve roke. Narišite vrat merilnega valja ter prerišite vse oznake in pripišite njihov pomen.



Ali je merilni valj kalibriran na vsebnost (to contain) ali na izlitje (to deliver). Drugače povedano ali merilni valj odmerjeni volumen vode vsebuje ali vodo takega volumna iz njega izlijemo? Vrnite se k svojemu opisu tega, kako ste merilni valj uporabljali in presodite ali ste ga glede na način kalibracije uporabljali pravilno ali napačno.



S kljunastim merilom izmerite zunanji in notranji premer merilnega valja.



Umerjamo merilne valje različnih kapacitet z različnimi premeri. Merilni valj vseskozi prijemamo z naprstnikoma, ki ju imamo na palcu in kazalcu leve roke. Merilni valj, ki je kalibriran na vsebnost (In), mora biti za umerjanje suh, če ni, ga posušimo na sušilni postaji. Ravnamo enako kot smo ravnali z bučkami.

Suh merilni valj z levo roko, na kateri imamo naprstnika, postavimo na tehtnico in ga stehtamo. Maso ( $m_{\text{suh}}$ ) vpišemo v tablo 8. Temperaturo dvakrat deionizirane vode izmerimo v čaši, iz katere polnimo merilni valj. V merilni valj vstavimo lij in ga napolnimo z dvakrat deionizirano vodo iz čaše, ki jo držimo v desni roki. Napolnimo ga malo pod oznako. Merilni valj polnimo tako, da omočimo le eno steno. Lij vzamemo iz merilnega valja. Valj pustimo stati 2 minuti, da se stena osuši. Nato s kapalko, ki jo držimo v desni roki, dodajamo tekočino en centimeter nad oznako tik ob steni, ter napolnimo merilni valj, ki ga držimo v levi roki do oznake. Menisk odčitamo v višini oči. Merilni valj takoj stehtamo in podatek o masi ( $m_{\text{poln}}$ ) vpišemo v tabelo 8. Nato ga počasi izpraznimo v čašo ob tehtnici, tako da vodo previdno izlijemo. Ko odteče večji del tekočine, ga držimo v skoraj navpični legi še pol minute. Če se na izlivu nabere kapljica, se z valjem narahlo dotaknemo stene čaše, da odstranimo kapljico. Po pol minute merilni valj ponovno stehtamo in maso ( $m_{\text{prazen}}$ ) vpišemo v tabelo 8. Dodatno tehtanje na koncu opravimo zato, da bomo lahko ocenili, kolikšno napako naredimo pri odmerjanju volumna tekočine, če tekočino iz valja, ki je umerjen na vsebnost (In), izlijemo. Merilni valj splaknemo z izopropanolom, posušimo na sušilni postaji in postopek ponovimo. Naredimo šest ponovitev.

Maso vode v merilnem valju ( $m_{\text{vode}_v}$ ) izračunamo kot razliko med  $m_{\text{poln}}$  in  $m_{\text{suh}}$ . Z upoštevanjem korekcijskega faktorja  $k_t$  za vsako ponovitev izračunamo kalibracijski volumen pri  $V_{20^\circ\text{C}}$ . Iz ponovitev določitev kalibracijskih volumnov izračunamo statistične parametre kot je nakazano pod tabelo.

Tabela 8. Natehte in drugi podatki za kalibracijo \_\_\_\_\_



	1.	2.	3.	4.	5.	6.
$t$ ( $^\circ\text{C}$ )						
$m_{\text{suh}}$ (g)						
$m_{\text{poln}}$ (g)						
$m_{\text{prazen}}$ (g)						
$m_{\text{vode}_v}$ (g)						
$k_t$						
$V_{20^\circ\text{C}}$ (mL)						
$m_{\text{vode}_iz}$ (g)						
$V_{20^\circ\text{C}_iz}$ (mL)						

$$\bar{V}_{20^\circ\text{C}} = \quad s = \quad s_r = \quad s_r(\%) =$$

Siva polja v tabeli 8 so namenjena oceni, kakšno napako naredimo pri odmerjanju volumna, če merilni valj, ki je kalibriran na vsebnost, uporabimo tako, da tekočino nekega odmerjenega volumna iz njega izlijemo.

Maso vode, ki jo iz valja izlijemo ( $m_{\text{vode}_iz}$ ), izračunamo kot razliko med  $m_{\text{prazen}}$  in  $m_{\text{poln}}$ . Uporabimo korekcijski faktor  $k_t$  in za vsako ponovitev izračunamo volumen odmerka vode pri temperaturi kalibracije ( $V_{20^\circ\text{C}_iz}$ ). Izračunajte statistične parametre:

$$\bar{V}_{20^\circ\text{C}_iz} = \quad s = \quad s_r = \quad s_r(\%) =$$

Primerjajte odstotna standardna odklona za oba načina odmerjanja volumna z merilnim valjem. Kateri način odmerjanja volumna je bolj ponovljiv?

R

Pravilnost rezultatov izražamo z **napako rezultata** ( $e_i$ ) in **relativno napako** ( $e_r$ ) ter **odstotno relativno napako** ( $e_r(\%)$ ). Pri presoji pravilnosti primerjamo rezultat s pravo oz. pripisano/sprejeto vrednostjo ( $\tau$ ). Napake izračunamo po enačbah 6 do 8.

$$e_i = x_i - \tau \quad (6)$$

$$e_r = e_i / \tau \quad (7)$$

$$e_r(\%) = e_r \cdot 100 \quad (8)$$

Kadar je rezultat izražen v odstotkih, je napako rezultata, ki jo izračunamo po enačbi 6, dopustno imenovati odstotna absolutna napaka, da preprečimo dvoumnost in zamenjavo z odstotno relativno napako, ki jo računamo po enačbi 8.

Uporabite dodatno gradivo [3] in napišite ime grške črke, ki jo zapišemo z znakom  $\tau$ .



Uporabite enačbe 6 do 8 in izračunajte, kakšno napako naredimo pri odmerjanju volumna vode z merilnim valjem, če ga uporabimo tako, da tekočino iz njega izlijemo. Za ta izračun je pravilna oz. pripisana vrednost  $\bar{V}_{20\text{ }^\circ\text{C}}$ , rezultat pa  $\bar{V}_{20\text{ }^\circ\text{C}_{iz}}$ .

R

Uporabite dodatno gradivo [3] in povzemite **pravila o zaokroževanju** števil iz enote B.7.



Končne rezultate zaokrožimo na **signifikantna ali statistično pomembna mesta**. To so vsa zanesljiva mesta in prvo nezanesljivo. Nezanesljivo mesto pri rezultatu je tisto, ki je istega reda velikosti kot standardni odklon. Če je končna izračunana številčna vrednost rezultata npr. 2,73825, standardni odklon pa 0,024317, zaokrožimo končni rezultat na 2,74. Rezultat ima v tem primeru tri signifikantna mesta.

Pravilno zaokrožite rezultat na ustrezno število signifikantnih mest, če je končna izračunana vrednost 0,23725, standardni odklon pa 0,00038.



**Rezultat popolno in pravilno podamo** tako, da zapis začnemo s simbolom veličine in v indeksu navedemo, na kaj se veličina nanaša. Nadalje pripišemo, kaj podajamo kot merilo nezanesljivosti rezultata, v našem primeru je to standardni odklon. Nadalje podamo številčni del rezultata z ustreznim številom signifikantnih mest, opredelimo nezanesljivost rezultata, za kar v našem primeru navedemo standardni odklon ter pripišemo ustrezno enoto. Če smo npr.

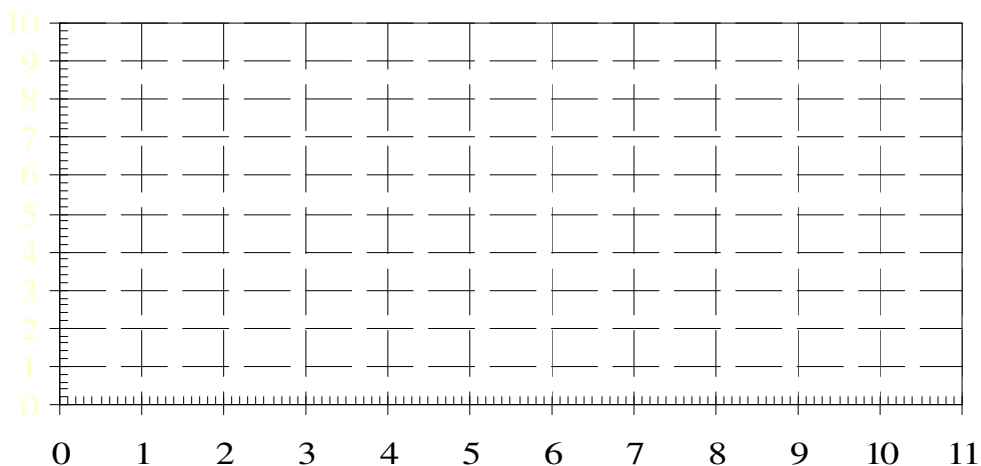


določali množinsko koncentracijo klorida v serumu v mmol/L in izračunali končni rezultat določitve 101,654 ter standardni odklon 1,09273, rezultat pravilno in popolno podamo:  $c_{\text{Cl}^-} \pm s = (102 \pm 1) \text{ mmol/L}$ . Za standardni odklon zadošča, da ga opredelimo z enim samim številčnim mestom. Če je nekaj nezanesljivo na ravni enice, ni bistveno, kako nezanesljivo je na ravni desetinke.

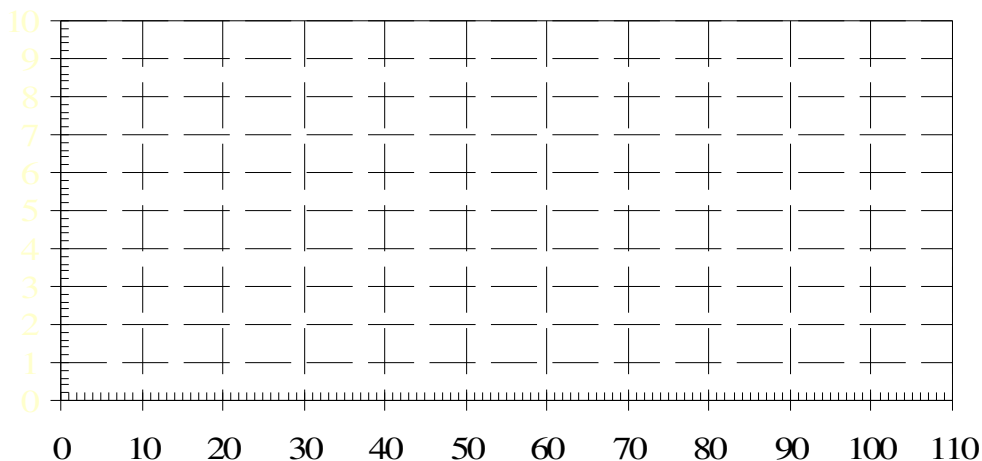
Pravilno in popolno podajte rezultate kalibracije volumetričnega pribora vseh štirih vrst. Vključite vse elemente, ki jih mora vsebovati končni rezultat in pišite vse dele zapisa v ustrezni pisavi. V indeksih simbola veličine navedite podatke o tem, kaj ste kalibrirali, npr., če ste umerjali 15 mL polnilno pipeto razreda A, katere kalibracijski volumen je podan pri 20 °C, lahko zapišete:  $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_pipeta\_p\_15\_mL\_A}}$ . Za 10 ml bireto, s katero ste odmerjali 2 mL, lahko zapišete:  $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_bireta\_2\_mL\_z\_10\_mL}}$  ipd..

*R* *G*  $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_}}$   $\pm s = ( \quad \pm \quad ) \text{ mL}$   
 $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_}}$   
 $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_}}$   
 $\bar{V}_{20^\circ\text{C\_}}$

Rezultate umerjanja pipet vaše skupina ali podskupine združite v grafične prikaze. Označite osi in uporabite različne grafične znake za merilne in polnilne pipete in pripišite legendo.



Slika 17. Odstotni standardni odklon v odvisnosti od kalibracijskega volumna merilnih in polnilnih pipet



Slika 18. Odstotni standardni odklon v odvisnosti od kalibracijskega volumna volumetričnih steklenic

Kako zanesljivo odmerjamo volumne z merilnimi pipetami v primerjavi s polnilnimi?

R

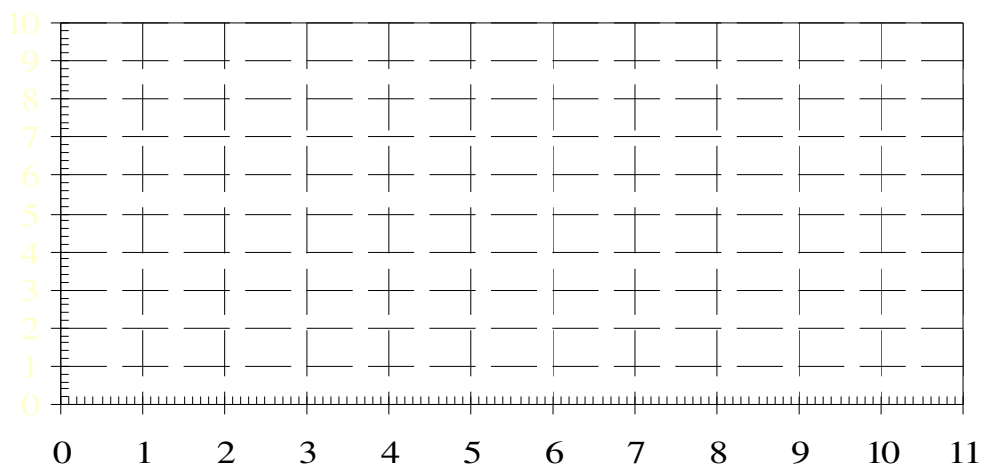
Kako zanesljivo je odmerjanje volumnov s polnilnimi pipetami, če ga primerjamo z zanesljivostjo tehtanja uteži primerljivih mas. Ugotovitve podkrepite s konkretnimi podatki.

R

Kako zanesljivo je odmerjanje volumnov v volumetričnih steklenicah, če ga primerjamo z zanesljivostjo odmerjanja volumnov s polnilnimi pipetami.

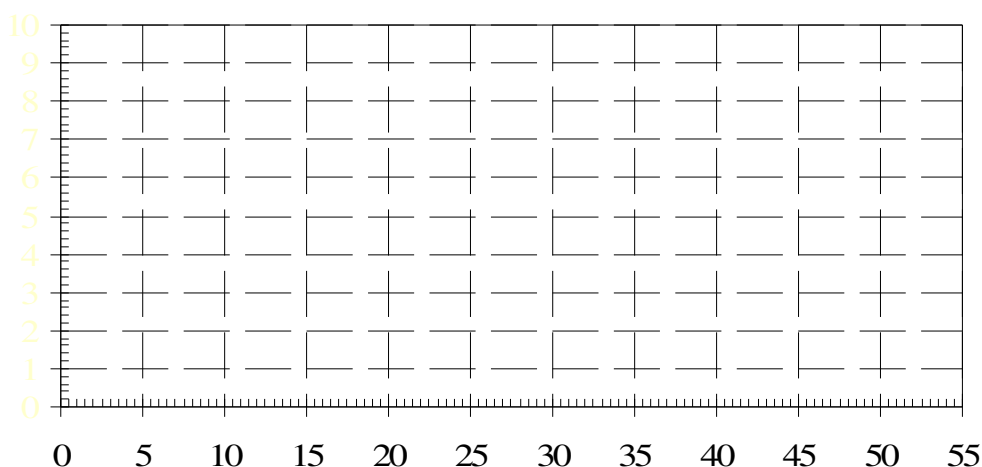
R

Rezultate umerjanja biret vaše skupine ali podskupine združite v grafične prikaze. Označite osi in uporabite različne grafične znake za 10 mL, 25 mL in 50 mL bireto ter pripišite legendo.



Slika 19. Odstotni standardni odklon za različne volumske odmerke odmerjene z biretami različnih kapacitet

Rezultate umerjanja merilnih valjev vaše skupina ali podskupine združite v grafične prikaze. Označite osi in uporabite različne grafične znake za valje različnih notranjih premerov ter pripišite legendo.



Slika 20. Odstotni standardni odklon v odvisnosti od kalibracijskega volumna merilnih valjev

Kako zanesljivo odmerjamo volumne v merilnem valju, če to primerjamo z odmerjanjem volumnov v volumetričnih steklenicah?

R

Kolikšne volumne glede na kapaciteto birete je še smiselno odmerjati, da je to še zanesljivo?

R

Kako zanesljivo je odmerjanje volumnov z 10 mL bireto, če ga primerjate z zanesljivostjo odmerjanja enakih volumnov s polnilno pipeto?

R

### 3.4 Ustrezno navajanje volumetričnega pribora

Že pri prvi vaji smo omenili, kako pravilno navedemo aparature in pribor v enoti Eksperimentalni del. Navajanje začnemo z uvodnim stavkom. Pri volumetričnem priboru opredelimo vrsto pribora, nazivni volumen, razred, toleranco volumna ter proizvajalca, kraj sedeža podjetja ter državo. Pri aparataturah kot je npr. tehtnica, obvezno navedemo model, proizvajalca, kraj sedeža podjetja in državo. Pravilno in popolno navedite tehtnico in volumetrični pribor, ki ste ga kalibrirali.

#### Aparature in pribor



### 3.5 Naročanje volumetričnega pribora

V katalogu poiščite vse vrste volumetričnega pribora, ki ima tako kapaciteto kot tisti, ki ste ga umerjali pri vaji. Izpišite vse bistvene podatke. Če je pribor iz polimernega materiala, preverite tudi podatke o njegovi odpornosti na različne vrste kemikalij. Če v katalogu ni pribora takšne kapacitete kot ste ga uporabljali, opišite pribor drugačne kapacitete po vaši izbiri.



Za vsako vrsto pribora se odločite za proizvod, ki bi ga želeli naročiti in ga označite v seznamu. Utemeljite, po kakšnem kriteriju ste se odločili.



Poskusite pridobiti podatke o zastopniku proizvajalca za Slovenijo oz. o slovenskem ponudniku. Če tega ni, ugotovite, kdo je najbližji tuji ponudnik. Preverite, če so ti podatki v katalogu, sicer jih poskusite poiskati na spletu.



Napišite pismo, v katerem prosite za predračun oz. ponudbo. Vključite vse podatke, ki so nujni, da bi vam ponudnik ali zastopnik predračun lahko tudi poslal.



[1] NBS Circular 602, Testing of Glass Volumetric Apparatus, April 1959.

[2] NBSIR 74-461, The Calibration of Small Volumetric Laboratory Glassware, December 1974.

[3] NIST Special Publication 811, Guide for the Use of the International System of Units (SI), March 2008.