

Експериментални вежби

Калибрација на ваги и волуметриски прибор

- Резултати од секоја вежба одделно се предаваат на предметниот наставник како Excel документ со име:
- Име Презиме Наслов на вежба.*

1. Одредување на отстапувања во мерниот опсег на вагата

- *Постапка:*
-
- Се вагаат сите тегови кои го опфаќаат целио мерен опсег на вагата
- Се конструира график со калибрациона права, така што на x-оска се нанесуваат вредности за маса на теговите, а на y-оската соодветните изваганите вредности.
- Се конструира график на кој на x-оска се нанесуваат вредности за маса на теговите, а на y-оската пресметаните резидуални вредности за маса.
- Се изведува заклучок за евентуални отстапувања во мерниот опсег, односно во кој дел (или која вредност) од мерниот опсег се најголеми

2. Калибрација на вагата која е во употреба

- Вагата мора да биде поставена на рамна и стабилна подлога, на место каде нема струење на воздухот, вибрации и температурни варијации.
- Пред да се започне со калибрирање на вагата, треба да се провери да ли на неа има остатоци од некои супстанции, и ако има, тие треба да бидат отстранети.
- Со теговите се ракува со помош на соодветна пинцета.

- Се вклучува вагата
- Се притиска копчето за тарирање на вагата и се чека на дисплејот да се појави нула.
- Ако е потребно, повторно се тарира.
- Се поставува тегот на средина на вагата.
- Се чека вредноста на дисплејот да се стабилизира и се запишува испишаната вредност.
- Постапката се повторува 6 пати со 3 тегови со различни тежини кои се со
 - (1) маса блиску до минималната,
 - (2) максималната тежина и
 - (3) најчесто користената / средна тежина во рамките на мерниот опсег.

- Калибрираните тегови треба да бидат во рамките на $\pm 0,5\%$ од калибрираната тежина.

3. Верификација на вага која е во употреба

- Вагата мора да биде поставена на рамна и стабилна подлога, на место каде нема струење на воздухот, вибрации и температурни варијации.
- Пред да се започне со калибрирање на вагата, треба да се провери да ли на неа има остатоци од некои супстанции, и ако има, тие треба да бидат отстранети.
- Со теговите се ракува со помош на соодветна пинцета.
- Се вклучува вагата
- Се притиска копчето за тарирање на вагата и се чека на дисплејот да се појави нула.
- Ако е потребно, повторно се тарира.
- Се поставува тегот на средина на вагата.
- Се чека вредноста на дисплејот да се стабилизира и се запишува испишаната вредност.
- Постапката се повторува 3 пати со 2 тега кои се со маса блиску до најчесто користената
 - (1) минимална и
 - (2) максимална тежина во рамките на мерниот опсег.
- Калибрираните тегови треба да бидат во рамките на $\pm 0,5\%$ од калибрираната тежина.

Калибрирање на пипетори

Клипните пипетори можат да бидат со:

- - фиксен волумен, одреден од производителот, со кој може да се дистрибуира само еден одреден номинален волумен на точност, на пр. 100 μl ;
- - варијабилен волумен, одреден од производителот, со кои во зависност од потребите на корисникот, можат да се дистрибуираат различни количини во рамките на волуменскиот опсег, на пр. од 10 μl до 100 μl .
- **Номинален волумен** е волумен одреден од страна на производителот кој се користи за идентификација и дефинирање на мерниот опсег или за одредување на максималниот волумен кој корисникот може да го одбере (само кај пипеторите).
- **Калибрација** е збир на постапки со кои се воспоставува врска помеѓу дистрибуираниот волумен и соодветниот номинален или одбран волумен на апаратот.
- **Точност** претставува блискост на усогласеност помеѓу резултатот од тестот и прифатената референтна вредност.
- **Прецизност** претставува блискост на усогласеност помеѓу независни тест резултати добиени во одредени / наведени услови.

Потребни материјали

- Калибриран термометар според соодветна процедура
- Стандардни референтни тегови со сертификат за калибрација според ИСО 17025 стандардот
- Калибрирана аналитичка вага со 4 децимали, со сертификат за калибрација според ИСО 17025 стандардот и според соодветна процедура
- Дестилирана (ДС) или дејонизирана (ДЈ) вода (ИСО 3696)
- Сад за чување на водата
- Сад за мерење (што не апсорбира течност)
- Продолжетоци (врвови) за пипетор

Работни услови

Пред започнување на калибрацијата треба да се обезбедат следниве услови во работната просторија:

- константна температура од 15- 30⁰ C,
- под претпоставка дека релативната влажност и промените на атмосферскиот притисок се такви да имаат само многу ограничено влијание кон мерната неодреденост (релативна влажност над 50% и атмосферски притисок од 1013 ± 25 hPa).
- Не смее да се калибрира вон овие граници.
- Треба да бидат забележани вредностите за густината на водата или температурата на водата.
- Целата опрема која се користи при калибрирањето треба да биде поставена во стабилна контролирана просторија каде се врши калибрација најмалку два часа пред почетокот на калибрацијата.

Одредување на мерниот волумен

- Кај пипеторите со **фиксен волумен** тестираниот волумен е истовремено и номинален волумен.
- Мерењето треба да се повтори 10 (десет) пати.
- Кај пипеторите со **варијабилен волумен** треба да се тестираат три различни волумени:
 - најмалиот, најголемиот и средниот волумен (средината од горните два волумена). За секој тестиран волумен мерењето треба да се повтори 10 (десет) пати.
- Кај **мултиканалните пипетори** со варијабилен волумен се тестира средниот канал (канал број 4 кај 8 каналните пипетори и канал број 6 кај 12 каналните пипетори).

4.1. Калибрирање на пипетори

- подготовка

Подготовката за калибрација се состои во:

- вклучување на вагата и нејзино тарирање,
- навлекување на соодветни продолжетоци на пипеторите,
- подесување на тестираниот волумен на пипеторот и
- аспирација и исфрлување на дестилираната или дејонизираната вода со тестираниот волумен.
- Последната постапка (исфрлување ...) се повторува 3 пати.

4. 2. Калибрирање на пипетори - постапка

Калибрацијата на сите пипетори треба да ги следи следниве чекори:

1. Се ставаат околу 100 mL ДС или ДЈ вода во садот од кој ќе се аспирира водата.
2. Се тарира садот за мерење без разлика дали е полн или празен со ДС или ДЈ вода (види точка 9)
3. Се поставува продолжетокот на пипеторот и се притиска пружината за вовлекување.
4. Се потопува продолжетокот во садот полн со ДС или ДЈ вода така што неговиот отвор да биде 2 до 3 mm под површината на водата.
5. Униформно се аспирира тестираниот волумен од садот за чување со отпуштање на пружината за вовлекување.
6. Униформно се диспензира (исфрла) тестираниот волумен во садот за мерење внимавајќи да не се истури надвор од садот (3 пати се притиска пружината за исфрлање).
7. Се мери садот за мерење.
8. Се запишува вредноста од дисплејот по негово смирување.
9. Се повторува постапката од точка 2 до точка 8, уште 9 пати
10. Се запишуваат сите измерени вредности и се пресметуваат калибрационите параметри
11. Се донесува заклучок за точноста и прецизноста на пипеторот во зависноста од неговите декларирани вредности

Пресметување на калибрационите параметри

- Тежината на диспензираната течност за тестирање ја претставува нејзината маса која се чита од дисплејот на вагата.
- За конверзија на масата во волумен потребно е да се изврши корекција која ги зема во предвид густината на водата при одредена температурата и атмосферскиот притисок.

За конверзија се употребува корекцискиот фактор F_k (mL/mg) - види Табела.

$$V_i = m_i F_k$$

Пресметување на калибрационите параметри

Средниот волумен се добива како средна вредност од 10 мерења

$$V_{sr} = \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{n}$$

Пресметување на точноста

$$T / \% = \frac{V_{sr} - V_{\text{nominalna vrednost}}}{V_{\text{nominalna vrednost}}} \cdot 100$$

Пресметување на стандардна девијација

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{sr})^2}{n-1}}$$

Пресметување на прецизноста

$$RSD / \% = \frac{SD \cdot 100}{V_{sr}}$$

Фактор за конверзија - F_k (mL/mg)

Температура / °C	Воздушен притисок / hPa	
	1013	1067
15.0	1.0020	1.0020
15.5	1.0020	1.0021
16.0	1.0021	1.0021
16.5	1.0022	1.0023
17.0	1.0023	1.0023
17.5	1.0024	1.0024
18.0	1.0025	1.0025
18.5	1.0026	1.0026
19.0	1.0027	1.0027
19.5	1.0028	1.0028
20.0	1.0029	1.0029
20.5	1.0030	1.0030
21.0	1.0031	1.0031
21.5	1.0032	1.0032
22.0	1.0033	1.0033
22.5	1.0034	1.0035
23.0	1.0035	1.0036
23.5	1.0036	1.0037
24.0	1.0038	1.0038
24.5	1.0039	1.0039
25.0	1.0040	1.0041
25.5	1.0041	1.0042
26.0	1.0043	1.0043
26.5	1.0044	1.0045
27.0	1.0045	1.0046
27.5	1.0047	1.0047
28.0	1.0048	1.0049
28.5	1.0050	1.0050
29.0	1.0051	1.0052
29.5	1.0052	1.0053
30.0	1.0054	1.0055

5. Калибрирање на одмерна колба - постапка

Калибрацијата на одмерна колба (10 или 25 mL) треба да ги следи следниве чекори:

1. Се вклучува вагата
2. На мерната површина се става одмерна колба и се врши тарирање
3. Колбата се полни со ДЈ вода до марката
4. Се мери полната колба
5. Се запишува вредноста од дисплејот по негово смирување.
6. Се повторува постапката од точка 3 до точка 5, уште 9 пати
7. Се запишуваат сите измерени вредности и се пресметуваат калибрационите параметри
8. Се донесува заклучок за точноста и прецизноста на колбата во зависноста од декларираните вредности

6. Калибрирање на мензура - постапка

Калибрацијата на мензура треба да ги следи следниве чекори:

1. Се вклучува вагата
2. На мерната површина се става мензура и се врши тарирање
3. Менсурата се полни со ДЈ вода до финалниот волумен
4. Се мери менсурата
5. Се запишува вредноста од дисплејот по негово смирување.
6. Се повторува постапката од точка 3 до точка 5, уште 9 пати
7. Се запишуваат сите измерени вредности и се пресметуваат калибрационите параметри
8. Се донесува заклучок за точноста и прецизноста на менсурата во зависноста од декларираните вредности