

Resumen

La norma ISO 4787 para calibración de material de vidrio de laboratorio es internacionalmente usada. Esta indica como debe ser el enrase de pipetas aforadas, pero no indica la manera de lograrlo. La forma tradicional de realizar el enrase es usando una pera de goma para la succión del agua y el dedo para el ajuste del menisco, este método involucra cierta habilidad manual y mayor tiempo para realizar el enrase. En la actualidad existen en el mercado dispositivos que facilitan el enrase llamados "enrasadores". Estos dispositivos no se encuentran citados en la norma ISO 4787. Este artículo compara la calibración de pipetas de vidrio usando dos diferentes métodos de enrase.

Introducción

En el Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU) las calibraciones de pipetas de vidrio aforadas se realizan utilizando como referencia la norma ISO 4787. La norma citada explica no indica la manera de lograrlo. La forma más tradicional de realizar el enrase es usando una pera de goma y el dedo (pulgar o índice). Este método involucra una determinada experticia para realizar el enrase y mayor tiempo de calibración.

En la actualidad se ofrecen en plaza una amplia gama de dispositivos que facilitan el enrase llamados "enrasadores". Estos enrasadores apuntan a facilitar el enrase, Del uso de estos enrasadores surge la duda de si los volúmenes dispensados varían en comparación a los obtenidos por el método manual.

Materiales

Dos pipetas de 5 ml marca Marienfeld de vidrio borosilicato, clase declarada por el fabricante AS. Enrasador marca Cole parmer, modelo 475-165, serie AA4094.

Método de calibración

Para el estudio comparativo entre los dos métodos diferentes de enrase se realiza la calibración de dos pipetas usando el método indicado en la norma ISO 4787. Este método es gravimétrico y determina el volumen vertido por la pipeta utilizando la masa de agua entregada por la pipeta. Utilizando la medición de la temperatura del agua destilada se determina la densidad del agua destilada usando la ecuación de Tanaka. Adicionalmente se miden la temperatura del aire, la humedad relativa y la presión barométrica para la determinación de la densidad del aire. La ecuación es la siguiente:

$$V_{20\text{ °C}} = (I_L - I_E)(\rho_W - \rho_A)^{-1} \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) [1 - \gamma(t - 20)]$$

Siendo:

- IL Lectura de la balanza del recipiente lleno (g)
 - IE Lectura de la balanza del recipiente vacío (g)
 - ρ_A Densidad del aire (g/ml)
 - ρ_B Densidad de las pesas de la balanza (g/ml)
 - ρ_W Densidad del agua (g/ml)
 - γ Coeficiente cúbico de expansión del material ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
 - t Temperatura del agua usada en la calibración ($^{\circ}\text{C}$)
- En el caso del enrase manual se utiliza una pera de goma y el dedo. La descarga se realiza dejando libre el extremo superior de la pipeta.
En el caso de enrase con enrasador se usa el que se muestra en la figura 1.



Fig 1: Enrasador

Para cada calibración se tomaron cinco medidas, realizando el cálculo del volumen a la temperatura de referencia como el promedio de estos cinco volúmenes.

La calibración de cada pipeta se realizó tres veces en diferentes momentos del año por ambos métodos de enrase y descarga.

Para la medición del tiempo de descarga se tomaron para cada pipeta tres medidas de tiempo en cada método.

Resultados

Los resultados obtenidos por la pipeta 1 se muestran en las tablas 1 y 2:

| Fecha | V20 ° C manual /ml | Desvío estándar /ml | U /ml |
|-------|--------------------|---------------------|--------|
| 16/09 | 4,9926 | 0,0021 | 0,0045 |
| 12/01 | 4,9903 | 0,0017 | 0,0045 |
| 14/09 | 4,9925 | 0,0019 | 0,0045 |

Tabla 1: resultados de calibración de la pipeta 1 con enrase manual y la descarga libre.

| Fecha | V20 °C con enrasador /ml | Desvío estándar /ml | U /ml |
|-------|--------------------------|---------------------|--------|
| 16/09 | 4,9936 | 0,0016 | 0,0045 |
| 12/01 | 4,9907 | 0,0022 | 0,0045 |
| 14/09 | 4,9931 | 0,0032 | 0,0045 |

Tabla 2: resultados de calibración de la pipeta 1 con enrase con enrasador y descarga con enrasador

Los resultados obtenidos por la pipeta 2 se muestran en las tablas 3 y 4:

| Fecha | V20 °C manual /ml | Desvío estándar /ml | U /ml |
|-------|-------------------|---------------------|--------|
| 16/09 | 4,9889 | 0,0027 | 0,0045 |
| 12/01 | 4,9901 | 0,0012 | 0,0045 |
| 14/09 | 4,9876 | 0,0024 | 0,0045 |

Tabla 3: resultados de calibración de la pipeta 2 con el enrase manual y la descarga libre

| Fecha | V20 °C con enrasador/ml | Desvío estándar /ml | U /ml |
|-------|-------------------------|---------------------|--------|
| 16/09 | 4,9878 | 0,0021 | 0,0045 |
| 12/01 | 4,9860 | 0,0027 | 0,0045 |
| 14/09 | 4,9902 | 0,0020 | 0,0045 |

Tabla 4: resultados de calibración de la pipeta 2 con enrase con enrasador y descarga con enrasador

Agradecimientos

A mis compañeros del departamento de Metrología del LATU. A Sonia Trujillo por presentar este poster.

En la siguiente tabla se muestran los errores normalizados de la pipeta 1 y 2 comparando ambos métodos de enrase:

| En pipeta 1 | En pipeta 2 |
|-------------|-------------|
| 0,2 | 0,2 |
| 0,1 | 0,6 |
| 0,1 | 0,4 |

Tabla 5: errores normalizados de los resultados de calibración de la pipeta 1 y 2 entre los diferentes métodos.

Los tiempos de descarga se informan en la tabla 6.

| Pipeta 1 | | Pipeta 2 | |
|--------------|-----------------|--------------|-----------------|
| t/s (manual) | t/s (enrasador) | t/s (manual) | t/s (enrasador) |
| 9,12 | 10,24 | 9,88 | 10,41 |
| 9,45 | 10,31 | 10,36 | 10,16 |
| 9,34 | 10,05 | 9,66 | 10,63 |

Tabla 6: tiempos de descarga de ambas pipetas utilizando ambos métodos.

En la siguiente tabla se muestran las tolerancias de la norma ISO 648 para los tiempos de descarga de pipetas de 5 ml para la clase AS:

| Clase AS, 5ml | t/s |
|---|-----|
| Mínimo | 9 |
| Máximo | 13 |
| Diferencia máxima entre dos tiempos de descarga | 3 |

Tabla 7: tolerancias de tiempos de descarga de la norma ISO 648.

Referencias

- [1]ISO 4787:2010, "Laboratory glassware-Volumetric instruments-Methods for testing of capacity and for use".
- [2]ISO 648:2008, "Laboratory glassware-Single-volume pipettes".
- [3]Guide to the expression of uncertainty in measurement, BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML, 2008.

Discusión

En la norma ISO 648 se encuentran estipulados los tiempos de descarga permitidos (tabla 7). Comparando estos tiempos con los obtenidos por ambos métodos se observa que en todos los casos ninguno supera los límites.

Comparando los volúmenes obtenidos en la calibración de la pipeta 1 por ambos métodos se observa que el método con enrasador produce volúmenes mayores. Comparando los desvíos estándar obtenidos en las calibraciones por ambos métodos se observa que en dos casos el desvío estándar con enrase manual es menor que en el enrase con enrasador mientras que en el otro caso es menor.

Comparando los volúmenes obtenidos en la calibración de la pipeta 2 por ambos métodos se observa que el método con enrasador produce en dos casos volúmenes mayores para el enrase manual y en un caso volumen mayor en enrase con enrasador. Comparando los desvíos estándar obtenidos en las calibraciones por ambos métodos se observa que en un caso el desvío estándar con enrase manual es menor que en el enrase con enrasador mientras que en los otros dos casos es mayor.

Al calcular los errores normalizados para la pipeta 1 y 2 los volúmenes en ambos métodos son comparables (ver tabla 5) ya que los errores normalizados son menores que 1.

Conclusiones

De la medida y comparación de los tiempos de descarga se concluye que ambos métodos arrojan tiempos de descarga aceptables según la norma ISO 648.

En el caso de la pipeta 1 el volumen obtenido fue menor realizando el enrase manual pero en el caso de la pipeta 2 el volumen obtenido con enrase manual fue mayor en un caso y menor en los otros dos casos. No es posible entonces asegurar que un método produce mayores volúmenes que el otro.

Comparando los desvíos estándar, para la calibración de la pipeta 1 y 2, no se observa tendencia de menores desvíos estándar utilizando enrase manual y enrase con enrasador. Comparando ambos métodos no es posible concluir que un método tenga mejor repetibilidad que el otro.

Observando los errores normalizados de ambas pipetas se concluye que los volúmenes con su incertidumbre obtenidos por ambos métodos son comparables en todos los casos.

Con los datos obtenidos en este estudio comparativo no se puede asegurar que ambos métodos arrojen valores de volumen diferente ni tengan mejores repetitvidades uno que el otro, por lo que en función de los resultados se concluye que ambos métodos pueden ser usados para la calibración de pipetas aforadas de vidrio. En el caso del tiempo de calibración resulta interesante el uso del enrase con enrasador ya que facilita el enrase y hace posible realizar más calibraciones en un tiempo menor.