

COMPARACIÓN DE CALIBRACIÓN DE UNA PIPETA AFORADA DE VIDRIO UTILIZANDO EL ENRASE MANUAL Y EL ENRASE CON ENRASADOR

Andrea Sica,
Laboratorio Tecnológico del Uruguay
Av. Italia 6201.
(598) 26013724 y asica@latu.org.uy

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 dos pipetas de vidrio utilizando dos diferentes métodos de enrase.

1. 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 cómo debe formarse el menisco para el enrase pero 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, lo que conlleva a obtener menores tiempos de calibración y podría llegar a producir mejores repetibilidades aunque esto último no se encuentra estipulado por el proveedor.

Del uso de estos enrasadores surge la duda de si los volúmenes dispensados varían en comparación a los obtenidos por el método manual.

2. DESARROLLO DEL ESTUDIO COMPARATIVO

2.1. Materiales

Para el estudio comparativo se utilizaron los siguientes equipos:

- 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.

- Balanza Shimadzu modelo AUW 120D (N° LATU 20287), calibrada en LATU con pesas patrón trazables al kilogramo patrón de la Oficina internacional de Pesos y Medidas a través del certificado BIPM N° 81 de julio del 2015.
- Termómetro digital marca Testo, modelo 176 T2 (N° LATU 26323), calibrado con un termómetro trazable al Sistema Internacional de Unidades (SI) a través del certificado PTB 7.4-1.1-12-63 del 25/04/2014.
- Higrómetro digital (N° LATU 21805), calibrado con un higrómetro trazable a patrones primarios según Certificado PTB 7.4-1.1-13-63 de fecha 25/04/2014.
- Barómetro digital marca Omega, modelo DPI 740 (N° LATU 24765), calibrado con un barómetro trazable a patrones primarios según Certificado CNM-CC-720-307/2014 del 27/08/14 y BIPM N°81 de julio del año 2015.
- Cronómetro marca Casio, modelo HS-3.

2.2. 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 usada para determinar el volumen vertido

por la pipeta a la temperatura de referencia de 20 °C 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:

- I_L Lectura de la balanza del recipiente lleno (g)
- I_E 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 (°C⁻¹)
- t Temperatura del agua usada en la calibración (°C)

En el caso del enrase manual de la pipeta para el mismo se utiliza una pera de goma y el dedo. La descarga se realiza dejando libre el extremo superior de la pipeta. En la siguiente figura se muestra la succión con la pera de goma para el enrase manual:



Fig 1: Succión con pera de goma.

En el caso del enrase con enrasador para cargar la pipeta se acciona la perilla hacia arriba hasta que el agua sobrepase la línea de aforo. Se enrasa lentamente usando la perilla hacia abajo. Para la descarga se acciona la perilla al máximo hacia abajo, de manera de hacer que la descarga sea lo más rápida posible. El enrasador se muestra en la siguiente figura:



Fig 2: Enrasador.

Para cada calibración se tomaron medidas cinco veces, 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.

3. RESULTADOS

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

Fecha	V _{20 °C} enrase manual /ml	Desvío estándar /ml	U /ml
16/09/16	4,9926	0,0021	0,0045
12/01/16	4,9903	0,0017	0,0045
14/09/16	4,9925	0,0019	0,0045

Tabla 1: resultados de calibración de la pipeta 1 utilizando el enrase manual y la descarga libre

Fecha	V _{20 °C} enrase con enrasador/ml	Desvío estándar /ml	U /ml
16/09/16	4,9936	0,0016	0,0045
12/01/16	4,9907	0,0022	0,0045
14/09/16	4,9931	0,0032	0,0045

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

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

Fecha	V 20 °C enrase manual /ml	Desvío estándar /ml	U /ml
16/09/16	4,9889	0,0027	0,0045
12/01/16	4,9901	0,0012	0,0045
14/09/16	4,9876	0,0024	0,0045

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

Fecha	V 20 °C enrase con enrasador/ml	Desvío estándar /ml	U /ml
16/09/16	4,9878	0,0021	0,0045
12/01/16	4,9860	0,0027	0,0045
14/09/16	4,9902	0,0020	0,0045

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

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 siguiente tabla:

Pipeta 1		Pipeta 2	
t/s (enrase manual)	t/s (enrase con enrasador)	t/s (enrase manual)	t/s (enrase con 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.

4. DISCUSIÓN

Los tiempos de descarga de las pipetas afectan directamente en el volumen entregado por la misma. Menores tiempos de descarga hacen que la película de agua que queda retenida en las paredes de la pipeta sea mayor, por lo que el volumen entregado tiende a ser menor. En la norma ISO 648 se encuentran estipulados los tiempos de descarga permitidos (tabla 7). Comparando estos tiempos con los obtenidos por ambos métodos para ambas pipetas se observa que en todos los casos ninguno supera los límites permitidos en la norma. Además se observa que en el método de enrase manual y descarga libre los tiempos son en casi todos los casos menores que los obtenidos en el método de enrase y descarga con enrasador. A pesar de esto las diferencias de tiempos de descarga entre ambos métodos no superan el límite establecido en la norma ISO 648 de 3 segundos.

Comparando los volúmenes obtenidos en la calibración de la pipeta 1 por ambos métodos (con y sin enrasador) 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. Al calcular los errores normalizados para la pipeta 1, los volúmenes en ambos métodos son comparables ya que los errores normalizados no superan 0.2 (ver tabla 5).

Comparando los volúmenes obtenidos en la calibración de la pipeta 2 por ambos métodos (con y sin enrasador) 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

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 2 los volúmenes en ambos métodos son comparables ya que los errores normalizados no superan 0.6 (ver tabla 5).

5. 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 para la clase y volumen de las pipetas.

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. El desvío estándar es el valor asignado para la repetibilidad del método por lo que comparando ambos métodos no es posible concluir que un método tenga mejor repetibilidad que el otro.

Observando los errores normalizados de ambas pipetas calculados con los volúmenes obtenidos utilizando ambos métodos, todos dan valores menores que 1. Por lo que 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 repetibilidades 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.

AGRADECIMIENTOS

A el departamento de Metrología Química del LATU que nos cedió las pipetas para realizar las mediciones.

A mis compañeros metrologos del departamento de Metrología Física del LATU que revisaron este artículo.

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.