

STAVEBNICOVÁ PÍSTOVÁ MIKROBYRETA PRO DÁVKOVÁNÍ AGRESIVNÍCH ROZTOKŮ

MILAN MELOUN^a, VÁCLAV ŘÍHA^a a JOSEF ŽÁČEK^b

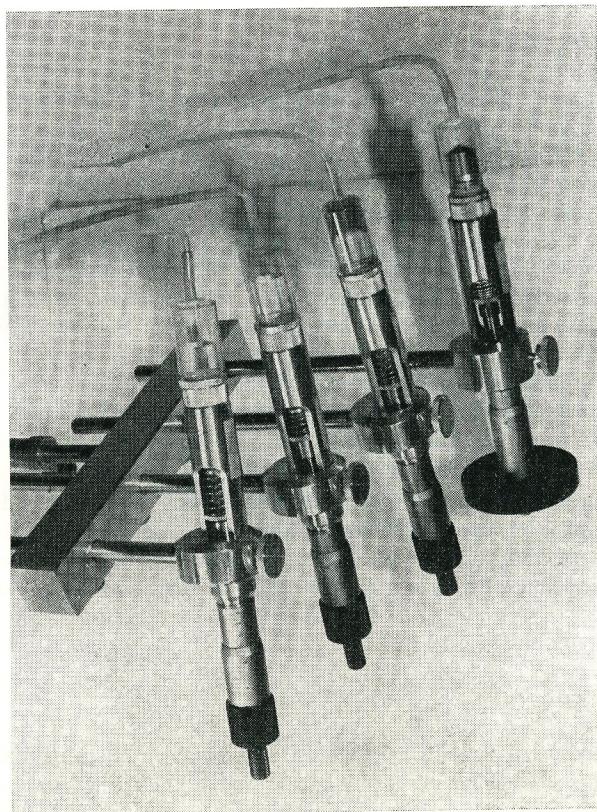
^a Katedra analytické chemie a

^b Vývojové dílny, Vysoká škola chemickotechnologická, 532 10 Pardubice

Došlo dne 10. VI. 1987

Úvod

Vzhledem k nedostatku komerčních zařízení pro dávkování roztoků v ČSSR, byla navržena řada mikrobyret. První návrhy v roce 1964 vycházely z celoskleněných tuberkulinových injekčních stříkaček^{1,2}, u kterých se však časem ukázalo, že roztok vzlíná mezi pístem a pláštěm ven z byrety a byreta po čase přestává těsnit. V roce 1974 byla publikována náhražka komerční mikrobyryty E457 (Metrohm, Herisau, Švýcarsko), pístová mikrobyreta Říhy a Melouna³, složená ze skleněného pláště a přesně broušeného kovového pístu objemu 250 µl, z vysoce antikorozní nerezové



Obr. 1. Stavebnicová pístová mikrobyreta

oceli typu ČSN 17 252 AKOR a mikrometrické hlavice SOMET ČSN 251 407. Materiál pístu však neumožňoval užívání silně agresivních roztoků a zvýšení chemické rezistence by přineslo obrobení pístu z tantalu nebo wolframu. Pístová mikrobyreta vykazovala relativní přesnost $s_{\text{rel}}(V) = 0,18\%$.

Kubiček⁴ navrhl v roce 1978 jednoduchou a snadno obsluhovatelnou mikrobyretu kombinací polyethylenové injekční stříkačky RECORD 2,0 ml, držáku a mikrometrické hlavice SOMET 251 407. Závislost objemu vytlačené kapaliny z mikrobytry $V [\mu\text{l}]$ na posunu mikrometrického šroubu $s [\text{mm}]$ vypočítal vztahem $V = -0,61 + 63,5s$, takže zdvih mikrobytry 20 mm odpovídá objemu 1271,39 μl při deklarované relativní přesnosti $s_{\text{rel}}(V) = 0,18\%$.

Toto sdělení přináší stavebnici univerzální pístové mikrobytry, vhodné pro dávkování organických a anorganických roztoků, a to i agresivního charakteru (např. 1M-NaOH nebo 1M-HClO₄). Pro dávkování organických činidel jsou pláští píst mikrobytry ze skla a nerezové oceli, zatímco pro dávkování anorganických roztoků z organického skla Umaplex. Stavebnicový charakter umožňuje snadnou vyměnitelnost pístového kompletu, a to umaplexového či skleněného s kovovým pístem. Pístové komplety umožňují dávkování čtvero celkových objemů mikrobytry, 250, 500, 1250 a 2500 μl (Obr. 1).

Pokusná část

Konstrukce mikrobytry

Mikrobyreta⁵ obsahuje plunžerový píst, umaplexový nebo kovový, těsněný teflonovým vlnovcem a vtahaný či vytlačovaný mikrometrickým šroubem do prostoru vymezeného válcovým pláštěm mikrobytry. Ke zpětnému pohybu pístu slouží buď šroubová pružina (varianta P), nebo zpětný chod mikrometrického šroubu (varianta M), s nímž je píst spřažen pomocí axiálního ložiska a převlečné matice. Dokonalého těsnění pístu lze dosáhnout odpovídajícím stlačením vlnovce, sešroubováním pláště mikrobytry (umaplexového nebo skleněného) s matkovým dílem a následným zajistěním kontramatkou. Všechny tyto díly tvoří lehce výměnný celek, pístový komplet PK. Pístový komplet se zašroubuje do tělesa mikrobytry, v němž je na druhém konci fixován mikrometrický šroub SOMET 251 407 o zdvihu 25 mm. Pohyb mikrometrického šroubu se přenáší na píst kuličkou, nesenou axiálním kuličkovým ložiskem, jehož vnější prstenec je s mikrometrickým šroubem spojen objímkou. Tím je zajištěno, že se kulička při otáčení mikrometrického šroubu neotáčí, takže nedochází k nadmernému opotřebení stykového místa na pístu. Výrez v tělese mikrobytry umožňuje vizuální kontrolu pohybu pístu a případně i jeho manuální posun u varianty P, což je výhodné zvláště při vyplachování mikrobytry.

Píst je přesně obroben na takový půměr, aby odměřovaný objem odpovídal délce mikrometrického šroubu či jejich násobkům. Pístové komplety o objemech 250 μl (PK0250), 500 μl (PK0500), 1250 μl (PK1250), a 2500 μl (PK2500) z umaplexu nebo skla a oceli jsou výměnné a tvoří s kovovým pouzdrem mikrobytry a mikrometrickou hlavicí SOMET 251 407 univerzální stavebnici.

Kalibrace mikrobytry

Při kalibraci pístových kompletů byl určován celkový objem pístu mikrobytry a dále byla ověřována rovnoměrnost objemu vytlačované kapaliny po celé délce pístu, tzv. linearita pístu. Voda vytlačovaná mikrobyretou byla vážena na analytických váhách SARTORIUS typ 1712 MP8. Ztrátám odpařované vody bylo zabráněno zavedením kapilárního polyethylenového ústí mikrobytry otvorem průměru 1 mm ve víčku váženky těsně pod hladinu vody ve vážence. Odchylka od

linearity umaplexového pístu byla ověřována v bodech 5,00, 10,00, 15,00, 20,00 a 25,00 mm mikrometrického šroubu a odchylky byly shledány u PK 2500 menší než 0,27 μ l a u PK 1250 menší než 0,23 μ l.

Při kalibraci objemu pístové umaplexové mikrobyrety byl vyčíslen skutečný objem pístu V se svou směrodatnou odchylkou $s(V)$ a relativní směrodatnou odchylkou $s_{rel}(V)$. Statistické charakteristiky se nezměnily ani po tříletém používání, např. PK 2500 (varianta P) původního objemu 2497,9 μ l po 3 letech užívání s 1M-NaOH vykazovala objem 2497,8 μ l a $s_{rel}(V)$ se zvýšila z původní 0,015% na hodnotu 0,031%, a mikrobyreta PK 1250 původního objemu 1250,0 μ l po 3 letech užívání s 1M-HClO₄ vykazovala objem 1250,3 μ l a stejnou relativní chybu 0,035%.

Závěr

Navržená stavebnice univerzální pístové mikrobyrety je vhodná pro dávkování agresivních anorganických roztoků a organických rozpouštědel a vytlačovaný objem kapaliny je úměrný posunu mikrometrického šroubu s chybou $\pm 0,4 \mu$ l nezávisle na objemu byrety. Parametry umaplexové mikrobyrety se nezměnily ani po třech letech nepřetržitého dávkování 1M-NaOH nebo 1M-HClO₄.

Literatura

1. Kotrlý S.: *Kandidátská disertační práce*, VŠCHT Pardubice 1964.
2. Krofta J.: *Kandidátská disertační práce*, VŠCHT Pardubice 1969.
3. Říha V. a Meloun M.: Chem. Listy 68, 1289 (1974).
4. Kubíček Z.: Chem. Listy 72, 765 (1978).
5. Meloun M., Říha V. a Žáček J.: Zlepšovací návrh VŠCHT Pardubice č. ZN 11/85. (10. 10. 1985).

M. Meloun, V. Říha and J. Žáček (Department of Analytical Chemistry and Research Workshop, Institute of Chemical Technology, Pardubice, Czechoslovakia): Piston Microburette for Dosing Aggressive Liquids

A set of piston microburettes of 250, 500, 1250 and 2500 μ l content enables the dosing of aggressive liquids, for example, 1M-NaOH or 1M-HClO₄, organic solvents with precision $\pm 0,4 \mu$ l.