

H. ZIOMBSKI

URZĄDZENIE DO MIKROMIARECZKOWANIA W ATMOSFERZE GAZU OBOJĘTNEGO

Z Zakładu Higieny Żywności PZH w Warszawie

*Nowy przyrząd do bardzo dokładnego miareczkowania
małoobjętościowych próbek w atmosferze gazu obojętnego.*

Stosowanie w praktyce laboratoryjnej coraz czulszych mikrometod oznaczania związków organicznych wymaga również ulepszenia urządzeń pomiarowych, pozwalających na dokładne odmierzanie bardzo małych ilości roztworów. Ponadto z uwagi na to, że w mikrometodach próbki badanego materiału są bardzo małe, konieczne jest zachowanie jak największej precyzji wykonywania poszczególnych czynności, a niekiedy także wykluczania niektórych czynników środowiska. Pewne substancje organiczne są bowiem nietrwałe i w zwykłych warunkach analitycznych ulegają różnym zmianom w zetknięciu z powietrzem.

Jednym ze szkodliwych składników powietrza w niektórych analizach jest dwutlenek węgla, który reaguje między innymi z pierwszorzędowymi i alifatycznymi aminami (z powstawaniem karbaminianów) i związkami organometalicznymi, a przede wszystkim z bardzo rozcieńczonymi roztworami alkalicznymi. Również w przypadku miareczkowania bardzo małych próbek roztworów wodnych kwasów organicznych większe ilości dwutlenku węgla z powietrza mogą zwiększać wyniki analiz. W tych przypadkach celowe jest więc zastosowanie urządzenia pozwalającego na przeprowadzenie bardzo dokładnego miareczkowania, np. przy użyciu 0,001 n alkalicznych roztworów mianowanych w atmosferze gazu obojętnego (azot, argon itp.) z równoczesnym mieszaniem próbki miareczkowanej.

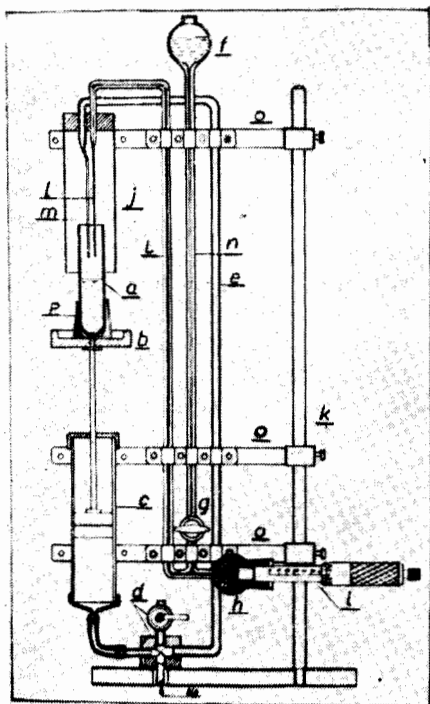
W istniejących dotychczas urządzeniach, które znajdują się w katalogach aparatury produkcji amerykańskiej i angielskiej (1—5) przedstawione są różne rodzaje mikrobiuret. Z działaniem aparatury tego rodzaju miałem możliwość osobiście zapoznać się w Czechosłowacji. Urządzenia te często są bardzo skomplikowane i cena ich sięga kilkuset dolarów; wyposażone są one w elektromagnetyczne, wibrujące mieszadła oraz w elektryczne iluminatory. Wadą ich jest to, że miareczkowanie odbywa się przy dostępie powietrza. Stosowane przy tych urządzeniach mechaniczne podnośniki są bardzo niewygodne w użyciu i często wskutek nieodpowiednio skoordynowanych ruchów osoby obsługującej następuje uszkodzenie biurety.

Ciągła wibracja mieszadła elektromagnetycznego powoduje nieprzewidziane wylewanie się roztworu mianowanego z biurety do miareczkowanej próbki.

ZASADA KONSTRUKCJI PROPONOWANEGO URZĄDZENIA

Urządzenie przedstawione na ryc. 1 składa się z następujących części:
1. Biurety właściwej (l) wykonanej z rurki szklanej, kapilarnej, o średnicy otworu 0,5 mm, wyciągniętej z jednego końca w cienkościenną kapilare; z drugiej strony rurki znajduje się kulisty zbiorniczek (h).

Do biurety przytopiona jest boczna rurka (n) z kurkiem szklanym (g) jednodrożnym i zbiorniczkiem (f) na płyn mianowany.



Ryc. 1

2. Śruby mikrometrycznej (i) od mikromierza lub strzykawki typu Agla (4) osadzonej w korku igielitowym lub gumowym umieszczonej w tubusie (h); urządzenie to jest bezpośrednio połączone z biuretą (bardziej korzystnym byłoby doszlifowanie oprawy śruby mikrometrycznej bezpośrednio do szlifu tubusu (h)).

3. Rurki szklanej (e) doprowadzającej gaz obojętny do próbówki z płynem miareczkowanym, wyciągniętej w części końcowej w kapilare (m).

4. Strzykawki lekarskiej na 50 ml (c) spełniającej rolę podnośnika, do której w miejsce stopki tłoczka przykręcony jest drewniany lub plastikowy stoliczek (b) z trzema metalowymi elastycznymi blaszkami (p) zdolnymi do dość mocnego uchwycenia i ustalenia próbówki (a) w dokładnie przewidzianym położeniu.

5. Czterokierunkowego rozdzielnika (d) gazu obojętnego wykonanego z plastiku lub gumy z kurkiem przelotowym.

6. Statywu laboratoryjnego (k), na którym ww urządzenia są umieszczone za pomocą trzech uchwytów metalowych (o), wykonanych z blachy miedzianej grubości 2 mm.

7. Osłony (j) wykonanej z rury szklanej o średnicy wewnętrznej 30—40 mm, zamocowanej za pomocą korka gumowego lub igielitowego w uchwycie z blachy miedzianej (o); przez korek przechodzą końcówki biurety i rurki, doprowadzającej gaz do próbówki. Osłona ta dopasowana jest do dolnej krawędzi do stoliczka (b).

ZASADA DZIAŁANIA

Przed rozpoczęciem miareczkowania wlewa się oczyszczoną rtęć przez tubus zbiorniczka (f) otwiera się kurek (g) i napełnia się rtęcią całą biuretę (l). Następnie zamyka się kurek (g) i odkręca się śrubę mikrometryczną do końca skali, co powoduje cofnięcie rtęci z biurety do zbiorniczka (h). Pozostałą rtęć w zbiorniku (f) i rurce (n) usuwa się do uprzed-

nio przygotowanego naczynia przez obrót całego aparatu w płaszczyźnie pionowej o 180° przy równoczesnym otwarciu kurek (g).

Po przywróceniu aparatu do pierwotnej pionowej pozycji zamyka się kurek (g) i wlewa mianowany roztwór do zbiorniczka (f). Potem wolno otwiera się kurek (g) tak, aby napełnianie biurety było stopniowe i uniemożliwiało wytwarzanie się przerw w słupku cieczy w kapilarze. Z kolei zamyka się kurek (g). W ten sposób kapilara zostaje wypełniona mianowanym płynem.

Wreszcie podłącza się rurkę (oznaczoną na rysunku strzałką) za pomocą przewodu gumowego lub igielitowego z butlą z azotem, otwiera się kurek (d) i puszcza powoli strumień azotu pod ciśnieniem 0,25 do 0,5 atmosfery. W tym ustawieniu azot gazowy wydostaje się na zewnątrz przez kurek (d).

MIARECZKOWANIE

Probówkę lub inne naczynko zawierające płyn przeznaczony do miareczkowania wstawia się do sprężynującego uchwytu (a), następnie zamyka się kurek (d), wskutek czego azot podnosi tłok podnośnika. Po osiągnięciu przez tłok krańcowego położenia wytwarza się niezbędne nadciśnienie, które powoduje przechodzenie azotu przez rurkę (e) zakończoną kapilarą (m).

Pęcherzyki wydobywającego się gazu mieszają zawartość naczynka (p) z cieczą do miareczkowania. Przykręcając śrubę mikrometryczną wywiera się nacisk na rtęć, która wypiera roztwór mianowany, zawarty w kapilarnej biurecie.

Po zakończeniu miareczkowania, np. po uzyskaniu odpowiedniej zmiany barwy indykatora, otwiera się kurek (d), co powoduje spadek ciśnienia gazu pod tłoczkiem podnośnika, wskutek czego opada on własnym ciężarem do dolnej pozycji wyjściowej, a wraz z tym obniża się stolik z naczynkiem zawierającym roztwór badany.

KALIBROWANIE

W przypadku gdy do konstrukcji wyżej opisanego urządzenia zostanie użyta zamiast mikropipety niekalibrowana rurka kapilarna lub zamiast strzykawki typu Agla zwykła śruba mikrometryczna, wówczas należy dokonać kalibracji, używając płynu o znanym ciężarze właściwym, np. wcdy, rtęci itp.

Kalibrowanie może dotyczyć samej biurety (kalibracja odcinkowa) lub śruby mikrometrycznej.

Najkorzystniejszym jest wykalibrowanie posuwu śruby mikrometrycznej. Kalibrowanie to polega na zważeniu tej ilości cieczy, która zostaje wyparta przy całkowitym wkręceniu śruby. Uzyskaną wagę dzielimy przez ciężar właściwy wypartej cieczy, a następnie przez ilość wszystkich podziałek śruby mikrometrycznej.

Opisany powyżej przyrząd został wykonany przez autora w Zakładzie Higieny Żywienia PZH.

Zastosowanie tego przyrządu pozwala na bardzo dokładne miareczkowanie małowobjętościowych próbek w atmosferze gazu obojętnego przy równoczesnym stałym mieszananiu badanego roztworu. Urządzenie to umożliwia również bardzo dokładne odmierzanie małych ilości płynów, na-

wet o objętości 0,0002 ml. Jest ono bardzo proste w obsłudze i może być wykonane przez szklarza w każdym laboratorium.

Wykonany prototyp umożliwił przeprowadzanie oznaczeń wolnych i estryfikowanych kwasów tłuszczowych zawartych w 0,02 ml surowicy krwi.

PIŚMIENNICTWO

1. Fisher Scientific Company „Modern Laboratory Appliances” Catalog 59, 948, 20—115. — 2. *Arthur H. Thomas: Company* “Laboratory Apparatus and Reagents” 180—185, 1950. — 3. *Gallenkamp — Towers* “Laboratory Equipment and Scientific Apparatus” General Catalog 89—90, 1960. — 4. *Griffin, George (Sales) Limited* “Chemical Laboratory Apparatus” s 59. — 5. “Aloe Scientific” New and Recent Devices for the Laboratory”. March-April, model 153, 5, 1960.