

doi:10.3969/j.issn.1672-4348.2021.03.015

吸量管辅助垂直工具的设计及运用

黄端华¹, 陈金凤²

(1.福建船政交通职业学院 安全与环境学院,福建 福州 350007;
2.福建工程学院 生态环境与城市建设学院,福建 福州,350118)

摘要: 基于微小型万向水准泡,设计专门用于吸量管的垂直辅助工具。采用长宽高为 40 mm×30 mm×10 mm 的亚克力板或硅胶材料作为支撑,设计直径为 9.6 mm 小孔及深度×直径为 6 mm×16 mm 的凹槽。配制平行样品考察方法的重现性,通过运用吸量管垂直辅助工具配制系列平行样品,并进行磺基水杨酸和 Fe³⁺ 的吸光度测定,获得平行测定结果的相对标准偏差 RSD 小于 1.0%;对标准样品进行对照实验,获得两组对照结果的相对误差分别为 0.40% 和 0.27%。该设计方法表明,吸量管垂直辅助工具能够在实际中帮助使用者调整吸量管的垂直度,获得更准确的分析结果。

关键词: 吸量管;辅助垂直工具;分析检测;紫外分光光度法

中图分类号: O657.32 文献标志码: A 文章编号: 1672-4348(2021)03-0294-04

Design and application of an auxiliary vertical tool for the pipette

HUANG Duanhua¹, CHEN Jinfeng²

(1.Safety and Environmental Engineering Department, Fujian Chuanzheng Communication College, Fuzhou 350007, China;
2.School of Ecological Environment and Urban Construction, Fujian University of Technology, Fuzhou 350118, China)

Abstract: Based on the microminiature omnidirectional level bubble, a tool assisting the vertical placement of the pipette was designed. With acrylic plate or silica gel material of 40 mm×30 mm×10 mm in length, width and height as support, a hole with a diameter of 9.6 mm and a groove with a depth of 6 mm×16 mm were designed. A series of parallel samples were prepared by using the tool assisting the vertical placement of the pipette, so as to test the reproducibility of the method. The absorptometry of sulfonysalicylic acid and Fe³⁺ was measured and the relative standard deviation of RSD was less than 1.0%. Control experiment performed on the standard samples obtained a relative error of 0.4% and 0.27% for the two groups respectively. The design method shows that the tool assisting the vertical placement of the pipette can help the user to adjust the verticality of the pipette so as to obtain accurate analysis results.

Keywords: pipette; tool assisting vertical placement; analysis and testing; ultraviolet spectrophotometry

很多教材、期刊、标准和技术手册对吸量管的规范使用方法、操作方法及注意事项等提出了要求^[1-3]。根据要求,在使用吸量管进行移取溶液的操作过程中,当使用者视线与液面平行时,吸量管在放出溶液时需要保持垂直状态,才能准确切线,移出准确体积。长期试验发现,吸量管在放液时保持前后左右的完全垂直状态具有较高难度,

多数初学的使用者做不到;另外,使用者意识不到移取时吸量管是否垂直,也难以进行自我调整,微小的倾斜导致实验结果产生偏差甚至可能超出允许误差,影响分析结果的重现性和准确度。少数经过长期训练并养成良好习惯且有经验的使用者,在使用过程中能比较准确把握吸量管的垂直状态,但训练过程漫长且收效不明显。

目前,国内报道关于吸量管使用的研究主要是评定容量测量值的不确定度和吸量管计量方法的改进等方面^[4-5]。国外有研究如何调整移液管体积的方法以及通过吸量管支架的设计方便移取溶液^[6-7],但偏重不确定度的判定及移取操作的便捷性,在如何精益求精地获得移取溶液的准确性方面尚未有文献研究。为了规范分析操作并获得准确分析结果,本课题设计了一种吸量管垂直辅助工具,减少人为操作带来的误差,提高检验者的分析效率和分析结果的准确性。

1 工作原理

本课题以吸量管垂直辅助工具应用于实践教学为例进行说明,学生在使用吸量管过程中,持管不直是普遍现象。并且因为学生自己没有意识到错误,教师需要在实践教学中花很多时间为学生纠正动作。几次练习后,多数同学的分析结果仍然存在较大偏差,而持管不直正是造成误差的一个主要因素。

本课题设计的吸量管辅助垂直工具主要是由支撑材料和微型万向水准泡构成,其仪器结构如图 1(a)所示。支撑材料选择材质轻巧的亚克力板或硅胶材料进行机械加工,通过结合吸量管的实际尺寸,设计一个小孔(简称管孔),通过这个小孔能够将该水准仪固定在吸量管中的合适位置,如图 1(b)所示;同时设计一个水准泡凹槽,专门盛放微型万向水准泡,使用时可以显示吸量管是否处于垂直状态。使用者通过观察装置中的水准泡是否处于中间,便能主动调整吸量管,使其完全垂直,达到规范操作、准确移液的目的。

引入吸量管辅助垂直工具开展实践教学,学生普遍能规范持管,经过几次练习,相比未使用该工具的情况,分析结果的误差能普遍得到改善。

2 设计方案

2.1 万向水准泡

万向水准泡是方案设计中的核心部件,其尺寸的设计应与吸量管相配套,尺寸太大,不易固定;尺寸太小,使用过程不易看清楚水平状态。购买 5 种不同尺寸的万向水准泡,经试验,发现选择其直径范围略大于吸量管的直径符合整体效果,高度选择最小尺寸。最终选取万向水准泡尺寸为(直径×高度)15 mm×6 mm(商品规格)。

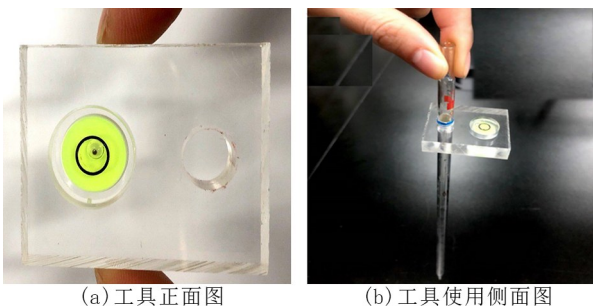


图 1 吸量管垂直辅助工具使用图
Fig.1 Usage of the tool assisting the vertical placement of the pipette

2.2 吸量管辅助工具支撑板

为获得最佳材质支撑板用以固定万向水准泡和吸量管,分别试验了木质材料、金属材料、泡沫材料、硅胶材料、亚克力材料等,考虑了材料的轻便性、成本、实用性、美观及塑型的难易程度,最终选取了亚克力有机玻璃透明塑料板作为支撑材料,该亚克力材料具有较好的透明性、化学稳定性、易加工、外观优美,五金店皆可购买。

为了确定该支撑板的长宽高尺寸,考虑了支撑板的长度应同时容纳直径为 9~11mm 的吸量管(采用游标卡尺测量了规格为 5 mL 和 10 mL 的不同厂家吸量管的直径)和直径 15 mm 的万向水准仪,加上冗余量,最终长度设计为 40 mm;支撑板的宽度考虑了直径 15 mm 的万向水准仪和冗余量,确定宽度为 30 mm;支撑板的高度,考虑了容纳高度为 6 mm 的万向水准仪,加上冗余量,确定为 10 mm。确定了该支撑板的长宽高尺寸后,经本校机械加工车间加工,加工产品长宽高尺寸分别为:40 mm×30 mm×10 mm。

2.3 支撑板管孔的设计

支撑板管孔设计的目的是为了固定吸量管,因此管孔的尺寸应与吸量管的直径相匹配。加工了适用于 2 种规格(5.00、10.00 mL)吸量管的管孔尺寸。适用于规格为 5.00 ml 的吸量管的管孔尺寸设计:先采用游标卡尺准确测量该规格吸量管的直径为 9.6 mm,接着在支撑板正面一侧,经机械加工得到一直径为 9.6 mm 管孔;适用于规格为 10.00 ml 的吸量管的管孔尺寸设计:先采用游标卡尺测量该规格吸量管的直径为 10.4 mm,接着在支撑板正面一侧,经机械加工得到一直径为 10.4 mm 管孔。在使用产品时,利用该管孔将产

品固定在相应规格的吸量管上,见图 2。

2.4 水准泡凹槽的设计

为了固定万向水准泡,在支撑板正面的另一侧设计一圆形凹槽(简称水准泡凹槽),万向水准泡尺寸为(直径×高度)15 mm×6 mm,因此设计水准泡凹槽尺寸应与之相符,设计凹槽直径为 16 mm,深度为 6 mm,如图 2 所示。

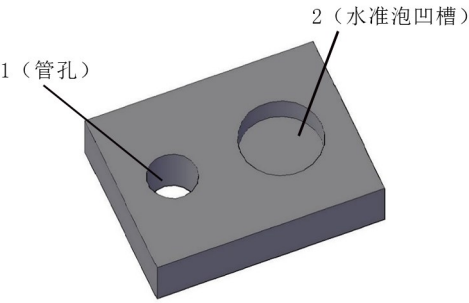


图 2 三维斜侧面图

Fig.2 3D oblique side view of the tool

3 实际运用

3.1 重现性实验

配制磺基水杨酸(SSA)标准使用液 200.00 μg/mL、Fe³⁺标准使用液 33.94 μg/mL,运用该辅助垂直工具,辅助吸量管准确移取磺基水杨酸(SSA)使用液 2.00、8.00、10.00 ml,定容于 100 mL

容量瓶,配制成浓度为 4.00、16.00、20.00 μg/mL,各配有 5 个平行样;准确移铁标准使用液 2.00、6.00、10.00 ml,定容于 100 mL 容量瓶,配制成浓度为 0.68、2.04、3.39 μg/mL,各配有 5 个平行样,摇匀后,分别测定其吸光度 A,记录 5 次平行样的测定结果,相对标准偏差小于 1%,重现性良好,测定结果及相对标准偏差见表 1。

3.2 线性方程

采用吸量管辅助垂直工具,分别配制一系列不同浓度的磺基水杨酸标准溶液和铁标准溶液,用紫外-可见分光光度计测定其吸光度。以吸光度 A 分别对磺基水杨酸和铁的浓度 C (μg/mL) 进行回归分析,得出其线性回归方程,结果归纳于表 2 中。

3.3 准确性实验

采用垂直辅助工具,由两名操作者平行操作,分别移取 100.00 μg/mL 铁标准溶液 2.00 ml 平行 3 份至 100 mL 的容量瓶,加入醋酸-醋酸钠缓冲溶液调节 pH 约为 4.5,加入抗坏血酸还原三价铁离子,加入邻菲罗啶进行显色,稀释至刻度线。在波长为 510 nm 处测定 3 份样品的吸光度,根据标准曲线,查得浓度结果,经换算得到 3 次测定的平均结果,求得相对标准偏差及相对误差结果,见表 3。从表中可以看出,两名操作者测定结果的相对标准偏差小于 0.3%,相对误差小于 0.5%,获得结果与标准样品对照,结果准确可靠。

表 1 重现性试验
Tab.1 Reproducibility test

样品型号	样品 1 吸光度	样品 2 吸光度	样品 3 吸光度	样品 4 吸光度	样品 5 吸光度	RSD/%
SSA 4.00 mg/mL	0.139	0.141	0.139	0.139	0.141	0.78
SSA 16.00 mg/mL	0.553	0.554	0.555	0.556	0.555	0.81
SSA 20.00 mg/mL	0.698	0.698	0.698	0.700	0.700	0.78
Fe ³⁺ 0.68 mg/mL	0.143	0.141	0.143	0.143	0.142	0.64
Fe ³⁺ 2.04 mg/mL	0.428	0.426	0.428	0.428	0.428	0.64
Fe ³⁺ 3.39 mg/mL	0.715	0.715	0.714	0.715	0.715	0.32

表 2 线性方程

Tab.2 Linear equations

组分	线性方程 $C = bA + a$ ($\mu\text{g/mL}$)	线性范围/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	相关系数
SSAFe ³⁺	$C = 28.710\ 8 * A + 0.018\ 3$	2.0~20.0	0.999 989
	$C = 4.763\ 698 * A - 0.00\ 366\ 1$	0.34~3.39	0.999 998

注:(1)分析条件:波长 $\lambda = 510\ \text{nm}$,比色皿厚度 $b = 1\ \text{cm}$;
(2)线性方程: C 为样品浓度 ($\mu\text{g/mL}$), A 为样品吸光度, b 为线性方程的斜率(数据经美普达分光光度计工作站处理后自动拟合生成), a 为线性方程的斜率(数据经美普达分光光度计工作站处理后自动拟合生成);
(3)相关系数:数据经美普达分光光度计工作站处理后自动拟合生成。

表 3 铁对照样品的测定结果

Tab.3 Determination results of iron control samples

组别	标准浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	稀释倍数	测定平均结果/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	RSD/ %	RE/ %
甲操作者	100.0	50	100.4	0.29	0.4
乙操作者	100.0	50	99.73	0	0.27

4 结语

本研究设计了一种吸量管垂直辅助工具。通过运用该工具,试验了分光光度法测定平行样品的重现性,其相对标准偏差均小于 1%,重现性良好;通过运用该工具,开展了 2 组标准对照试验,其相

对误差小于 0.5%,其结果准确性可靠。该吸量管辅助工具轻巧、便携,结构简单、成本低,既能作为分析工作者日常使用工具,能用于仲裁分析以得到准确结果,能用于教师在分析化学实验课的教具,也是分析检验工作中追求精益求精的一种选择,有望在各检测机构、教学单位等推广运用。

参考文献:

[1] 许辉, 李金梅. 分析化学实验[M]. 北京:中国农业大学出版社, 2017:18.
[2] 张铁垣, 杨彤. 化验工作实用手册[M]. 2 版. 北京:化学工业出版社, 2008:115.
[3] 李启华, 刘爱芬, 冯莉华, 等. 吸量管规范化使用的探讨[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(1):70-73.
[4] 黄美霞, 杨帆, 黄俊华, 等. 单标线吸量管容量测量值的不确定度评定[J]. 计量与测试技术, 2020, 47(2):90-91.
[5] 张宁, 田慕琴, 宋建成, 等. 基于图像识别的吸量管液位检测方法研究[J]. 现代电子技术, 2019, 42(23):40-43.
[6] IKA-Werke GmbH &Co. KG. Researchers Submit Patent Application, "Pipette And Method For Adjusting A Volume Of A Pipette To Be Pipetted", for Approval (USPTO 20190366323)[J]. Politics & Government Week, 2019:11397.
[7] Heathrow Scientific LLC. Patent Issued for Universal Pipette Stand (USPTO 10,179,334)[J]. Journal of Engineering, 2019: 9175.

(责任编辑:方素华)