



УКРАЇНА

(19) UA (11) 14223 (13) U  
(51) МПК (2006)  
G01N 1/28  
G01N 1/38  
B01F 3/12

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

**(54) СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ ПРОБ ҐРУНТУ ДЛЯ МАС-СПЕКТРОМЕТРИЧНОГО АНАЛІЗУ З ВИКОРИСТАННЯМ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНОЇ РЕЧОВИНИ**

1

2

(21) u200509366

(22) 05.10.2005

(24) 15.05.2006

(46) 15.05.2006, Бюл. № 5, 2006 р.

(72) Дубровська Галина Миколаївна, Бутенко Тетяна Іванівна, Григор'єва Галина Вікторівна, Ющенко Сергій Леонідович

(73) ЧЕРКАСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

(57) Спосіб приготування проб ґрунту для мас-спектрометричного аналізу з використанням пове-

рхнево-активної речовини, при якому пробу ґрунту змішують із зв'язуючою речовиною, засипають у підложку-форму алюмінієвої фольги шаром товщиною 4-6 мм, витримують, який **відрізняється** тим, що як зв'язуючу речовину використовують 0,5-1% водний розчин полівінілпіролідону у співвідношенні тв:рід 20:1 (1,5-2 мл), а перемішування суміші проводять за допомогою ультразвуку протягом 10 хв.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії (фізичних методів аналізу), зокрема до визначення елементного складу порошкоподібних матеріалів мас-спектрометричним методом та може бути використаний при аналізі Ме-оксидних дисперсних порошків та ґрунтів.

У відомих способах підготовки порошкоподібних проб для рентгенівського аналізу або при активаційному та спектральному аналізу гірських порід, спектральному аналізу порошкових проб обов'язковою операцією є пресування і кінцеве пресування із зв'язуючою речовиною з витримкою в часі з метою формування зразків. Відомо застосування [1] як зв'язуючого вугільного порошку (сажі), крохмалю, парафіну [2], поліметилметакрилату, спиртового розчину резолу [3], амінопласту [4] та інші. Недоліком таких способів є трудомісткість, а також застосування перерахованих зв'язуючих речовин ускладнює проведення точного елементного аналізу, оскільки у пробу додатково вводиться достатня кількість домішок, особливо вуглецю, азоту, сірки тощо. Проби, що отримані таким чином, вимагають відтвердіння при нагріванні, найчастіше 3-4 год. [3]. Механічна міцність низька і вимагає додаткового пресування на рівні 100-150 кг/см<sup>2</sup>.

Відомий спосіб пробопідготовки зразків при активаційному аналізі гірських порід [5]. У цьому способі формування зразків проводять просочуванням 10-50% ацетонним розчином тетраетоксисилану, у який попередньо додають

воду, підкислену азотною кислотою. Даний спосіб має недолік - застосування токсичних речовин.

Відомий спосіб [6] приготування проб для рентгеноспектрального аналізу, у якому використовуються як зв'язуюча речовина насичений розчин цукру, матриця з борної кислоти та пресування при тиску 1200 кг/см<sup>2</sup>. Однак даний спосіб неможна використовувати для мас-спектрального аналізу, оскільки відбувається значне забруднення проб органічними речовинами.

Найбільш близьким за технічною сутністю до способу, що пропонується, є "спосіб приготування проб з порошкоподібних матеріалів" [7], який вибрано в якості прототипу. У даному способі порошкоподібний матеріал засипають шаром товщиною 4-6 мм, пресують, витримують, а як зв'язуючу речовину використовують 4-6% водний розчин полівінілового спирту або насичений розчин цукру, які наносять на донну частину пресформи шаром товщиною 0,006-0,008 г/см<sup>2</sup> або 0,007-0,009 г/см<sup>2</sup>.

Недоліком способу є значне забруднення проб вуглецем та необхідність додаткової сушки проби для видалення води. Так при мас-спектрометричному аналізі Ме-оксидних проб, що приготовлені за даним способом, отримується погана збіжність та відтворюваність результатів аналізу вмісту легких елементів.

Задача корисної моделі - вдосконалення способу приготування проб ґрунту для мас-спектрометричного аналізу з використанням поверхнево-активної речовини (ПАР).

(19) UA (11) 14223 (13) U

Суть корисної моделі полягає у тому, що у способі приготування проб ґрунту для мас-спектрометричного аналізу з використанням поверхнево-активної речовини пропонується формування проби ґрунту здійснювати таким чином: пробу ґрунту змішують із зв'язуючою речовиною, засипають у підложку-форму алюмінієвої фольги шаром товщиною 4-6мм, витримують, як в прототипі, але в якості зв'язуючої речовини використовують 0,5-1% водний розчин полівінілпіролідону у співвідношенні тв:рід 20:1 (1,5-2мл), суміш перемішують за допомогою ультразвуку протягом 10хв.

У способі, що пропонується, операція пресування порошкоподібного матеріалу відсутня.

Для досягнення мети використовують медичний хімічно чистий полівінілпіролідон, який є добре обволочуючою речовиною, яка нетоксична і не забруднює пробу. Дією УЗК (наприклад на УЗДН-А) протягом 10хв. виключається використання механічного пресу, оскільки достатнє формування порошку натисканням вручну або наповнення порошком підложок форм шпателем.

Порошкоподібний матеріал засипається шаром товщиною 4-6мм, що є еквівалентом 5-6г.

Концентрація розчину полівінілпіролідону менше 0,5% не забезпечує механічної міцності таблетованої проби, а більше 1% - вимагає додаткової термообробки для видалення значної кількості зв'язуючої речовини, що може привести до зміни фазового та хімічного складу проби.

Кількість зв'язуючого розчину на цю товщину шару порошку складає 1,5-2мл (2-3 краплі), що відповідає співвідношенню тв:рід як 20:1.

Кількість розчину полівінілпіролідону менше 1,5мл приводить до погіршення однорідності проби. Кількість розчину зв'язуючої речовини більше 2мл вимагає збільшення часу схоплювання (або

сушки), а також забруднює пробу вуглицем.

Вищевказані ознаки є необхідними і достатніми для досягнення технічного результату: зменшення забруднення проби, що аналізується, зв'язуючою речовиною, підвищення продуктивності мас-спектрометричного аналізу за рахунок скорочення часу пробопідготовки та забезпечення механічної міцності проби, а також виключення використання токсичних речовин.

Приклад 1. Для проведення аналізу ґрунту на ЕМАЛ-2 методом квартування відбирається проба (~20мг) та за [ГОСТ 7565-81] ретельно перемішується. Пробою є композиційний порошок ґрунту, забруднений важкими металами. Готується суміш 0,5% водного розчину полівінілпіролідону. Із приготовленої суміші відбирається аліквотний об'єм (0,1мл), який ретельно перемішується з пробою на УЗДН-А за допомогою ультразвуку протягом 10хв. Гелеподібна проба (Ø3-4мм) наноситься на підложку-форму алюмінієвої фольги, яка легко відокремлюється від неї. Це виключає використання механічного пресу, оскільки достатнє формування порошку натисканням вручну або наповнення порошком підложок форм шпателем. Після повного відтвердіння проба поміщається в ЕМАЛ-2 та аналізується на вміст домішок.

Приклад 2. Теж саме за прикладом 1, але концентрація розчину полівінілпіролідону - 0,2%.

Приклад 3. Теж саме за прикладом 1, але концентрація розчину полівінілпіролідону - 1,0%.

Приклад 4. Теж саме за прикладом 1, але концентрація розчину полівінілпіролідону - 1,5%.

У табл.1 приведені результати випробувань відомого та пропонованого (обробка УЗК) способів приготування проб порошкового матеріалу для мас-спектрального аналізу.

Таблиця

Результати випробувань способу приготування проб

№	Спосіб	Умови приготування проби				Результат дії ПАР	Висновок
		Тиск пресування (формування) кг/см <sup>2</sup>	Остаточний час сушки	УЗД	Концентр зв'язуючої речовини, %		
1	2	3	4	5	6	7	8
1	Відомий	1200	2год.	-	4-6	Поверхня міцна, зв'язуюча речовина утворює міцну плівку	Поверхня придатна для аналізу на ЕМАЛ-2, але вміст вуглецю завищений
2	Відомий	1200	2 год.	-	4-6	Поверхня недостатньо ущільнена, зв'язуюча речовина не утворює закріплюючої плівки	Поверхня неміцна. Зразок розсипається та непридатний для аналізу на ЕМАЛ-2
3	Пропонований	75-150	30 хв.	5 хв.	0,2	Поверхня недостатньо ущільнена, зв'язуюча речовина не утворює закріплюючої плівки	Поверхня неміцна. Зразок розсипається та непридатний для аналізу на ЕМАЛ-2

1	2	3	4	5	6	7	8
4	Пропонований	75-150	30 хв.	10 хв.	0,5	Зв'язуюча речовина добре змочує та розподіляється по поверхні	Поверхня міцна, придатна для аналізу на ЕМАЛ-2
5	Пропонований	75-150	1 год.	15 хв.	1,0	Зв'язуюча речовина добре змочує та розподіляється по поверхні	Поверхня міцна, придатна для аналізу на ЕМАЛ-2
6	Пропонований	75-150	2 год.	15 хв.	1,5	Поверхня міцна, але надлишок зв'язуючої речовини потребує додаткового часу на сушку через наявність товстого шару зв'язуючої речовини; на поверхні збільшується вміст вуглецю	Поверхня непридатна для аналізу на ЕМАЛ-2

З наведених прикладів можна зробити висновок про те, що спосіб, який пропонується, приготування проб з дисперсного порошкоподібного ґрунту для мас-спектрометричного аналізу з використанням ПАР та УЗК дозволяє у вищезазначених умовах приготування проби досягти певного технічного результату: зменшення забруднення проби, що аналізується, вуглецем та іншими домішками від зв'язуючої речовини; відсутності операції механічного пресування, тобто скорочення часу пробопідготовки у 2 рази; забезпечення механічної міцності проби; виключення використання токсичних речовин.

Літературні джерела:

1. А.с. 502275 Ю.Т.Донец, С.Л.Кадис, Ж.В.Штипельман "Связующее для приготовления таблеток, используемых в рентгеноспектральном анализе".

2. А.с. 397801 Т.С.Амбарданишвили, М.А.Коломийцев "Способ подготовки сыпучих образцов для активационного анализа".

3. А.с. 387241 М.А.Слущкая "Способ приготовления таблеток из порошковых материалов".

4. А.с. 866534 Б.Багаев, В.С.Стоколлов "Способ изготовления таблеток из порошкообразных материалов".

5. А.с. 1006960 Л.А.Смахтин, Н.В.Филипова "Способ пробоподготовки образцов при активационном анализе".

6. А.с. 1315858 Т.Н.Хлопина, Л.Г.Ким "Способ приготовления излучателей для рентгеноспектрального анализа из порошкообразных материалов".

7. А.с. 1612226 Н.Салахутдинов, Л.Д.Лифшиц, В.Д.Загуменнова, О.Л.Бакулина, Т.А.Привалова "Способ приготовления проб из порошкообразных материалов".