



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **70291**

(13) **U**

(51) МПК

B32B 5/02 (2006.01)

G01N 1/10 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2011 12241**

(22) Дата подання заявки: **19.10.2011**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **11.06.2012**

(46) Публікація відомостей **11.06.2012, Бюл.№ 11**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Федоров Олександр Ігорович (UA),
Степаненко Наталія Олександрівна (UA),
Експеріандова Людмила Петрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ДЕРЖАВНА НАУКОВА УСТАНОВА
"НАУКОВО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ КОМПЛЕКС
"ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ"
НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК
УКРАЇНИ,
пр. Леніна, 60, м. Харків, 61001 (UA)**

(54) СПОСІБ АНАЛІЗУ РІДИН ЗА ДОПОМОГОЮ ЕЛЕМЕНТНОГО CHNS-АНАЛІЗАТОРА

(57) Реферат:

Спосіб елементного аналізу рідин за допомогою елементного CHNS-аналізатора включає поміщення інертного матеріалу в капсулу з фольги, дозування в капсулу аналізованого рідкого зразка, зважування зразка, запечатування капсули за допомогою пінцетів та її завантаження в стандартний автосемплер револьверного типу, що подає зразки в високотемпературний реактор для аналізу. Як інертний матеріал використовують будь-яку попередньо прожарену до постійної маси волокнисту мінеральну вату.

UA 70291 U

Корисна модель належить до галузі аналітичної хімії, а саме до елементного CHNS-аналізу рідких зразків.

У наш час для елементного аналізу органічних сполук широко використовують автоматизовані CHNS-аналізатори. Такі прилади є придатними для широкого кола об'єктів та дозволяють швидко визначати вміст одночасно усіх чотирьох основних елементів (вуглець, водень, нітроген, сірка).

Стандартний автосемплер револьверного типу, яким комплектується більшість сучасних елементних аналізаторів, розрахований на роботу із твердими зразками. При цьому речовину зважують у спеціальній капсулі із фолії, яку потім щільно упаковують за допомогою двох пінцетів та розміщують у комірці автосемплера. Для рідин такий спосіб не є придатним, хіба що рідина є досить густою. Для серійних аналізів рідких зразків, безумовно, треба встановлювати на прилад спеціальний рідинний автосемплер. У випадку серійних аналізів як твердих, так і рідких зразків, може навіть виникати потреба встановити два прилади. Однак на практиці таке буває досить нечасто. Більш поширеною є ситуація, коли робота ведеться із твердими речовинами, але зрідка виникає потреба в аналізі декількох рідких зразків.

Відомим є спосіб одночасного визначення нітрогену та вуглецю в рідких зразках (патент США №4401763, G01N 31/12) у реакторі елементного аналізатора, що становить собою кварцову трубку, додатково забезпечену вхідним отвором для введення рідких проб, який затягнуто мембраною. За допомогою мікрошприца пробу аналізованої рідини розташовують на дні кварцового човника, який попередньо розміщують в зовнішній (низькотемпературній) частині реактора. Після цього вручну за допомогою гачка із низьковуглецевої сталі кварцовий човник із аналізованим зразком подають до високотемпературної зони реактора для аналізу.

Недоліками відомого способу є дорожнеча (необхідність використання спеціального дорогого у виготовленні реактора), а також неможливість автоматизації проведення аналізу.

Відомий спосіб елементного аналізу рідин за допомогою елементного CHNS-аналізатора (патент США №7255834, B32B 5/02), який включає розташування інертного матеріалу - адсорбенту (Chromosorb W) в спеціальну капсулу з фолії, дозування в капсулу аналізованого рідкого зразка за допомогою аналітичного шприца, зважування зразка та внесення другої порції інертного адсорбенту. Після цього капсулу щільно запаковують за допомогою двох пінцетів та завантажують в стандартний автосемплер револьверного типу, звідки зразки потрапляють до високотемпературного реактора для аналізу.

До недоліків відомого способу слід віднести трудомісткість виконання - складність дозування, довготривалість процедури підготовки зразка; недоцільність виконання серійних аналізів з огляду на значні затрати труда та часу.

За найближчий аналог по кількості спільних ознак вибрано останній з приведених аналогів.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки простого, доступного та експресного способу CHNS-аналізу рідини, який дозволяє значно полегшити процедуру підготовки зразка.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що в способі елементного аналізу рідини за допомогою елементного CHNS-аналізатора, що включає розташування інертного матеріалу в капсулі з фолії, дозування в капсулу аналізованого рідкого зразка, зважування зразка, запечаткування капсули за допомогою пінцетів та її завантаження в стандартний автосемплер револьверного типу, що подає зразки в високотемпературний реактор для аналізу, згідно з корисною моделлю, як інертний матеріал використовують будь-яку попередньо прожарену до постійної маси волокнисту мінеральну вату.

Як показали наші дослідження, інертна волокниста мінеральна вата дуже зручна в дозуванні (не розсипається під час укладання її в капсулу і не прилипає до дозатора під час поміщення на неї аналізованого зразка), не змінює своїх властивостей при прожарюванні та, крім того, має добру змочуваність рідиною, щільно утримуючи її і не даючи витікати під час упакування капсули.

Попереднє прожарювання мінеральної вати до постійної маси необхідно для видалення слідів органічних та легколетучих речовин, а також вологи, які можуть забруднювати вату при зберіганні, виготовленні або користуванні.

Під час експерименту було встановлено, що використання волокнистої мінеральної вати як інертного матеріалу дозволяє істотно полегшити та прискорити процедуру підготовки рідкого зразка до елементного CHNS-аналізу, що, в свою чергу, приводить до підвищення експресності аналізу в цілому.

Як мінеральна вата можуть виступати, наприклад, скловолокно, кварцова, базальтова або каолінова вата.

Слід зазначити, що в цьому випадку, на відміну від порошкоподібного адсорбенту, можна безпосередньо торкатися наконечником дозатора до наповнювача, що дуже важливо при

дозуванні малих об'ємів в'язких рідин. При цьому виключена можливість неприпустимого прилипання частинок адсорбенту до дозатора, що істотно знижує рівень випадкової похибки аналізу і робить стадію пробопідготовки більш зручною та експресною.

У таблиці наведено результати аналізу тестових рідин (модельних речовин), за які були взяті триетаноламін, етиленгліколь та диметилсульфоксид (маса наважки близько $1 \cdot 10^{-3}$ г). Відносне стандартне відхилення результату S_r , яке характеризує відтворюваність результатів аналізу модельних рідин (з довірчою ймовірністю $P=0,95$ і кількістю паралельних вимірювань $n=10$), практично збігається зі значеннями відносного стандартного відхилення, притаманного для твердих зразків.

Таблиця

Тестова рідина (модельна речовина)		Характеристика	
		Знайдене значення, (мас. %)	Відносне стандартне відхилення (S_r)
Триетаноламін $C_6H_{15}O_3N$	N	9,4	0,02
	C	46,6	0,01
	H	11,3	0,02
Диметилсульфоксид C_2H_6OS	C	30,3	0,07
	H	9,6	0,02
	S	37,6	0,05
Етиленгліколь $C_2H_4(OH)_2$	C	38,9	0,01
	H	13,0	0,01

Спосіб здійснюють наступним чином.

У спеціальну капсулу з фолії за допомогою пінцета поміщають невелику кількість попередньо прожареної мінеральної вати, достатню для того, щоб цілком покрити денце. Капсулу з ватою зважують і отриману масу приймають за нуль. Автоматичною піпеткою-дозатором або аналітичним мікрошприцем на вату наносять краплю аналізованої рідини (об'єм ~ 1 мкл) і знову зважують для отримання маси аналізованого зразка. Двома пінцетами капсулу упаковують в щільний клубочок і поміщають в комірку автосемплера. Подальший аналіз проводять за стандартною методикою з допомогою елементного CHNS-аналізатора.

Заявлений спосіб CHNS-аналізу рідини є простим і дешевим у виконанні, експресним, доступним пересічному оператору та дає можливість виконувати аналіз рідких зразків без додаткових витрат на обладнання або спеціальну підготовку персоналу.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб елементного аналізу рідин за допомогою елементного CHNS-аналізатора, що включає поміщення інертного матеріалу в капсулу з фолії, дозування в капсулу аналізованого рідкого зразка, зважування зразка, запечатування капсули за допомогою пінцетів та її завантаження в стандартний автосемплер револьверного типу, що подає зразки в високотемпературний реактор для аналізу, який **відрізняється** тим, що як інертний матеріал використовують будь-яку попередньо прожарену до постійної маси волокнисту мінеральну вату.

Комп'ютерна верстка А. Рябко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601