



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 75143

(13) U

(51) МПК

G01N 21/74 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2012 04867**

(22) Дата подання заявки: **18.04.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.11.2012**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **26.11.2012, Бюл.№ 22**

(72) Винахідник(и):

**Захарія Олександр Миколайович (UA),
Поліщук Анатолій Аркадійович (UA),
Колпак Роман Миколайович (UA),
Чеботарьов Олександр Миколайович
(UA),
Леонов Олексій Володимирович (UA)**

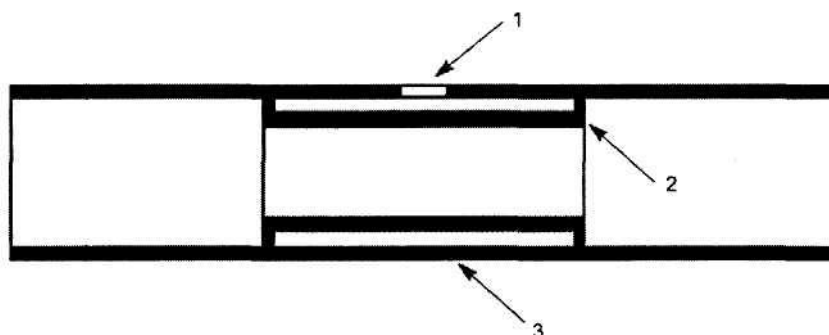
(73) Власник(и):

**ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І.І. МЕЧНИКОВА,
вул. Дворянська, 2, м. Одеса, 65082 (UA),
ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ ІНФОКС,
вул. Рилєєва, 10А, м. Київ, 04073 (UA)**

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ПЛЮМБУМУ ТА КАДМІЮ В ПРИРОДНИХ ВОДАХ

(57) Реферат:

Спосіб визначення масової частки плюмбуму та кадмію в природних водах включає дозування проби та модифікатора матриці на поверхню втулки-фільтра, вставлену в трубчасту електротермічну піч, температурну обробку та атомізацію і подальше реєстрування атомного поглинання. Пробу та модифікатор дозують на зовнішню поверхню втулки-фільтра, яка виготовлена з пористого графіту.



UA 75143 U

Корисна модель належить до області аналітичної хімії, а саме до електротермічного атомно-абсорбційного визначення плумбуму та кадмію в природних водах з загальною мінералізацією $\leq 7 \text{ г/дм}^3$.

Плюмбум та кадмій належать до важких металів з високою токсичністю, тому їх гранично допустимі концентрації в природних водах обмежені на рівні $0,001\text{-}0,01 \text{ мг/дм}^3$. При визначенні плумбуму та кадмію в природних водах, в тому числі з мінералізацією $\geq 1\text{-}2 \text{ г/дм}^3$, виникають завади, що пов'язані з неселективним поглинанням світла та впливом їх макрокомпонентів на результати вимірювань. В зв'язку з цим виникає потреба в простому, точному та експресному способі визначення плумбуму та кадмію в природних водах з загальною мінералізацією $>2 \text{ г/дм}^3$.

Досягнутий рівень техніки в даній області характеризується наступними прикладами.

Відомий спосіб визначення плумбуму та кадмію [Львов Б.В., Пелиева Л.А., Шарнопольский. Уменьшение влияния основы при атомно-абсорбционном анализе растворов в трубчатых печах путем испарения проб с графитовой подложки. Журн. прикл. Спектроскопии.-1977. - Т. 27. - №3. - С. 395-399], суть якого полягає в випаровуванні проб з платформи Львова. Його недоліком є неможливість прямого атомно-абсорбційного визначення плумбуму та кадмію в водах з мінералізацією вище $1\text{-}2 \text{ г/дм}^3$. Цьому перешкоджає неселективне поглинання світла, яке обумовлено нероздільністю зон випаровування та формування аналітичного сигналу, а також вплив макрокомпонентів досліджуваних вод.

Відомий спосіб визначення плумбуму та кадмію з застосуванням атомізатора "графітова втулка-фільтр", описаний в патенті [SA Patent. RSA No 97/7624/. Technikon Pretoria], який придатний для електротермічного атомно-абсорбційного визначення цих елементів в природних водах. Застосування атомізатора "графітова втулка-фільтр" забезпечує розділення зон випаровування та формування аналітичного сигналу. Даний спосіб не передбачає використання модифікатора матриці, що може сприяти втратам визначуваних елементів на стадіях попередньої термічної підготовки проб та початковому етапі атомізації. В результаті цього вказаний спосіб може бути використаний для визначення в водах з мінералізацією $\leq 3\text{-}4 \text{ г/дм}^3$ від $0,1 \text{ мкг/дм}^3$ кадмію та 2 мкг/дм^3 плумбуму.

Найбільш близьким до пропонованого способу та вибраний прототипом є спосіб [Руководящий документ 52.24.377-2008. "Массовая концентрация алюминия, бериллия, ванадия, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, свинца, серебра, хрома и цинка в водах. Методика выполнения измерений методом атомной абсорбции с прямой электротермической атомизацией проб"], який полягає в дозуванні аналізованої проби та модифікатора матриці на внутрішню поверхню поміщеної в трубчасту електротермічну графітову піч тонкостінної графітової трубки, нагріванні, атомізації та реєструванні виникаючого атомного поглинання. Але при цьому не досягається повне розділення зон випаровування і формування аналітичного сигналу, неможливо відділити пари аналіту та матриці і таким чином зменшити неселективне поглинання світла. Недоліком способу є неможливість визначення $\leq 0,1 \text{ мкг/дм}^3$ кадмію та $\leq 2 \text{ мкг/дм}^3$ плумбуму в природних водах з мінералізацією $\geq 5 \text{ г/дм}^3$.

Задачею, на рішення якої спрямована дана корисна модель, є просте та точне визначення від $0,07 \text{ мкг/дм}^3$ кадмію і $0,8 \text{ мкг/дм}^3$ плумбуму в природних водах з мінералізацією до 7 г/дм^3 .

Поставлена задача вирішується способом визначення масової частки плумбуму та кадмію в природних водах, що включає дозування проби та модифікатора матриці на поверхню втулки-фільтра, вставлену в трубчасту електротермічну піч, температурну обробку та атомізацію і подальше реєстрування атомного поглинання і, згідно з корисною моделлю, пробу та модифікатор дозують на зовнішню поверхню втулки-фільтра, яка виготовлена з пористого графіту.

При цьому пари аналіту та матриці проходять через пористий графіт, що забезпечує розділення зони випаровування від зони формування аналітичного сигналу і таким чином відділяє атомне поглинання світла від неселективного з одночасним зменшенням останнього і підвищенням чутливості атомно-абсорбційного визначення плумбуму та кадмію, що дозволяє визначати від $0,07 \text{ мкг/дм}^3$ кадмію і $0,8 \text{ мкг/дм}^3$ плумбуму в природних водах з загальною мінералізацією до 7 г/дм^3 .

Загальні ознаки з прототипом наступні: програмоване нагрівання проби для видалення розчинника та макрокомпонентів, атомізація та реєстрація атомного поглинання, використання графітової втулки-фільтра та модифікатора матриці.

Відмінні від прототипу ознаки наступні: дозування проби та модифікатора матриці на зовнішню поверхню графітової втулки-фільтра, розділення зон випаровування та формування аналітичного сигналу.

Як модифікатор матриці використовують універсальний паладієво-магнієвий модифікатор та фосфати амонію. Як матеріал втулки-фільтра використовується графіт марки МПГ. Втулка-фільтр складає третину від повної довжини печі, а товщина її стінок - 1,0 мм.

Технічним результатом, що забезпечується приведеною сукупністю ознак, є підвищення чутливості прямого електротермічного атомно-абсорбційного визначення плумбуму і кадмію в природних водах з одночасним усуненням або зменшенням неселективного поглинання та впливу їх макрокомпонентів на величину атомного поглинання.

На кресленні наведено загальну схему графітової втулки-фільтра, розміщеної в електротермічній трубчастій печі.

Для здійснення способу використовується одноканальний атомно-абсорбційний спектрометр з дейтерієвим коректором фону та комплексом для електротермічної атомізації. Відібрану пробу природної води з загальною мінералізацією до 7,0 г/дм³ та модифікатор матриці (змішаний паладій-магнієвий чи фосфати амонію) за допомогою автоматичного дозуючого пристрою вводять через дозуюче вікно (1) на зовнішню поверхню графітової втулки-фільтра (2), що розміщена в електротермічній трубчастій печі (3). В операційних умовах, наведених в таблиці, проводять температурну обробку проби з метою видалення її макрокомпонентів та атомізують. Отриманий сигнал атомного поглинання реєструють та визначають масову частку плумбуму та кадмію за методом стандартних добавок або калібрувального графіку залежності абсорбційності атомів від концентрації визначуваних елементів.

Таблиця

Крок	Стадія нагріву печі	Температура печі, Т°С		Швидкість нагріву, Т°С•сек ⁻¹	Час, с	Потік Аг, мл•хв ⁻¹
		Pb	Cd			
1	висушування	80	80	10	20	200
2	озолення	250	250	20	15	200
3	озолення	900	550	50	25	200
4	преатомізація	900	550	-	3	0
5	атомізація	2200	2100	~2000	2-5	0
6	очистка	2400	2400	~2000	2	200

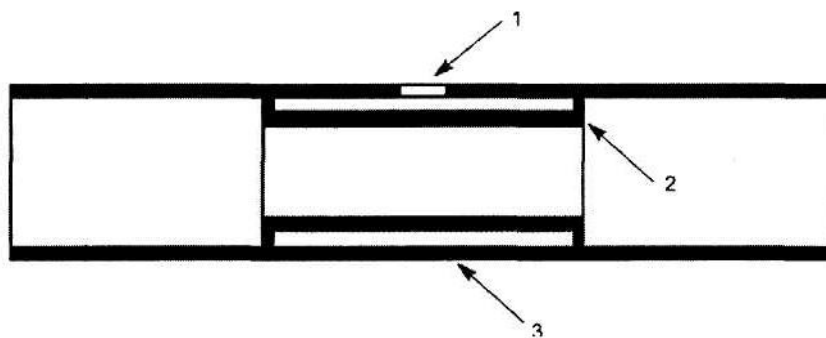
Приклад використання способу.

Відбирали пробу забрудненої морської води Чорного моря з загальною мінералізацією 12,8 г/дм³. Попередньо проба була розбавлена в два рази бідистильованою водою. Для аналізу використовували атомно-абсорбційний спектрометр "Сатурн-3-Ш" з комплексом для електротермічної атомізації "Графіт-7". Пробу та модифікатор матриці дозами по 2•10⁻⁶ дм³ за допомогою автоматичного дозатора ПДП-5М вводили до електротермічної трубчастої печі з вставленим атомізатором "графітова втулка-фільтр". За програмою (таблиця 1) проводили температурну обробку та атомізували. Даним способом було визначено масову частку плумбуму, що склала 2,0±0,4 мкг/дм³ та масову частку кадмію, що склала 0,19±0,04 мкг/дм³ при відносному стандартному відхиленні, що не перевищувало 10 % відн.

З прикладу видно, що спосіб дозволяє надійно та точно визначити масову частку плумбуму та кадмію в природних водах.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення масової частки плумбуму та кадмію в природних водах, що включає дозування проби та модифікатора матриці на поверхню втулки-фільтра, вставлену в трубчасту електротермічну піч, температурну обробку та атомізацію і подальше реєстрування атомного поглинання, який **відрізняється** тим, що пробу та модифікатор дозують на зовнішню поверхню втулки-фільтра, яка виготовлена з пористого графіту.



Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

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