



POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233 157

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 08 83
(21) (PV 5828-83)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 21/31

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

(40) Zveřejněno 17 07 84

(45) Vydáno 01 12 86

(75)

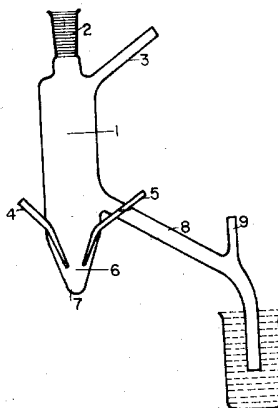
Autor vynálezu DĚDINA JIŘÍ RNDr. CSc., PRAHA

(54) Zařízení pro kontinuální přípravu hydridů

Předmět vynálezu je zařízení pro kontinuální přípravu hydridů.

Zařízení sestává ze skleněné dělicí nálevky (1), do jejíž spodní části je přitavena trubička (4) pro přívod vzorku a trubička (5) pro přívod redukčního činidla a dále trubice (8) pro odvod zreagovaného vzorku a v horní části nálevky (1) trubice (3) pro odvod plynného hydridu.

Zařízení podle vynálezu lze využít ke generování hydridů selenu, arsenu, antimonu, vizmutu, cínu, olova, teluru a germania jako příslušenství k jakémukoliv atomovému absorpčnímu spektrofotometru, např. Perkin-Elmer 4000, Varian 1475 apod. Hlavní výhodou uvedeného zařízení je jednoduchost konstrukce.



Vynález se týká zařízení pro kontinuální přípravu hydridů. Toto zařízení slouží pro přípravu hydridů za účelem stanovení hydridotvorných prvků metodou atomové absorpční spektrofotometrie.

Hlavním přínosem vynálezu je podstatné zjednodušení známých aparatur.

Některé prvky tvořící těžké hydridy - hydridotvorné prvky (arzen, antimon, selen, cín, olovo, telur, vizmut, germanium) - jsou stanovovány metodou atomové absorpční spektrofotometrie tak, že stanovovaný prvek je v zařízení pro přípravu hydridů převeden reakcí s redukčním činidlem na hydrid, který je pak veden do atomizátoru umístěného v optické ose atomového absorpčního spektrofotometru.

Zařízení pro generování hydridů lze podle tvaru získaného signálu rozdělit na piková a kontinuální. U pikových zařízení je tok hydridu do atomizátoru časově závislý - lze jej popsat exponenciální funkcí. Výška signálu, která je nejdůležitějším analytickým parametrem, závisí na mnoha faktorech, což může nepříznivě ovlivnit přesnost a hlavně správnost výsledků. Kontinuální zařízení dávají konstantní signál, což umožňuje efektivní potlačení různých vlivů (kontaminace, složení matrice apod.) na výsledek analýzy. Dále je možná úplná automatizace a z toho vyplývající snížení pracovního času a snížení rizika chyb operátora.

Kontinuální zařízení byla popsána několika autory (M. Ikeda, J. Mishibe, T. Nakahara: *Bunseki Kagaku* 30, 368 (1981), M.H. Arbab-Zavar, A.G. Howard: *Analyst* 105, 744 (1980), P.D. Goulden, P. Brooksbank: *Anal. Chem.* 46, 1431 (1974)). Všechna

popsaná kontinuální zařízení se skládají z několika /obvykle dvou/ misících kolon ve tvaru skleněných hadů, ve kterých se mísí vzorek s redukčním činidlem a obvykle ze dvou separátorů ve formě U trubice pro separaci plynné a kapalně fáze. Nevýhodou uvedených zařízení je složitost konstrukce a omezený průtok vzorku. Maximální průtok vzorku, který tyto aparatury dovolují, je 0,3 ml/s.

Uvedené nevýhody odstraňuje zařízení podle vynálezu, jehož podstatou je, že se sestává ze skleněné dělicí nálevky, do jejíž spodní části je přitavena trubička pro přívod vzorku a trubička pro přívod redukčního činidla a dále trubice pro odvod zreagovaného vzorku a v horní části nálevky trubice pro odvod plynného hydridu. Výhodou zařízení podle vynálezu je podstatné zjednodušení konstrukce zařízení. Další výhodou je možnost podstatně vyšších průtoků vzorků /podle objemu zařízení až do 5 ml/s/, což umožňuje zvýšit citlivost stanovení. Tato aparatura plní svoji funkci - co neúplnější konverzi stanovovaného prvku na hydrid - stejně dobře jako výše popsané složité aparatury. Např. jak bylo zjištěno experimenty se vzorky značenými ⁷⁵Se, selen v koncentraci 10 ng/ml je převeden na selenovodík s účinností 90 ± 5 %.

Příklad zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněn na přiloženém výkresu v nárysu.

Zařízení pro kontinuální přípravu hydridů je zhotoveno z laboratorního skla /Simax/. Tělo aparatury 1 je upravená dělicí nálevka se standardním zábrusem 2 nahoře, který může být použit pro přívod proplachovací kapaliny. V horní části je k tělu aparatury přitavena trubička 3 pro odvod plynů ze zařízení do atomizátoru. Do spodní části těla zařízení jsou protaveny dvě úzké trubičky 4, 5, sloužící pro přívod vzorku a redukčního činidla. Konicky se zužující spodní část těla zařízení 6 může být zaslepena, jak znázorněno na nákresu, nebo na její dno 7 může být přitaven výpustní kohout. Z těla zařízení je v jedné třetině jeho výšky dále vyvedena trubice 8 o průměru 7 - 15 mm pod úhlem cca 60°. Délka rovné části trubice je 150 - 250 mm, dále je trubice ohnuta svisle dolů. Spodní část trubice je ponořena v nádobě naplněné kapalinou,

čímž je tvořen vodní uzávěr. V místě ohybu trubice 8 je k ní přitavena trubička 9 pro přívod nosného plynu sloužícího k transportu hydridu do atomizátoru.

Funkce zařízení: trubičkou 4 je lineárním dávkovačem přiváděn do zařízení kapalný vzorek a současně je trubičkou 5 přiváděn roztok redukčního činidla. Ve spodní části těla zařízení dochází k reakci a vznikající hydrid je proudem nosného plynu přiváděným trubičkou 9 veden trubicí 3 do atomizátoru. Trubicí 8 odchází směs vzorku a redukčního činidla z těla aparatury, přičemž dobiehá reakce. Po vytvoření rovnovážného stavu, kdy koncentrace vznikajícího hydridu v plynu opouštějícím zařízení dosáhne konstantní hodnoty, je atomovým absorpčním spektrofotometrem zapsán analytický signál. Potom lze buď přerušit obou kapalných komponent (vzorek, redukční činidlo) přerušit a zařízení propláchnout, nebo přerušit pouze přívod vzorku a začít přivádět další vzorek.

Zařízení pro kontinuální přípravu hydridů podle vynálezu lze využít k generování hydridů Selenu, arzenu, antimonu, vizmutu, cínu, olova, teluru a germania jako příslušenství k jakémukoliv atomovému absorpčnímu spektrofotometru.

Hlavní výhodou uvedeného zařízení je jednoduchost konstrukce.

P Ř E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

Zařizeni pro kontinuální přípravu hydridů vyznačené tím, že se sestává ze skleněné dělicí nálevky /1/, do jejíž spodní části je přitavena trubička /4/ pro přívod vzorku a trubička /5/ pro přívod redukčního činidla a dále trubice /8/ pro odvod zreagovaného vzorku a v horní části nálevky /1/ trubice /3/ pro odvod plynného hydridu.

1 vykres

