

## **SPOVEN – ОТВОРЕНА СИСТЕМА ЗА ПРОБОПОДГОТОВКА В ICP И AAS**

*Бежаров Г., М. Какалова, К. Данчев*  
*РЦНПО – Пловдив, бул. „В. Априлов“ 154*

### **ABSTRACT**

There is developed a system for sample preparation – SPOVEN 25 that works with alternative source for heating without microware. The oven is ecological efficient, easy to service and support. SPOVEN 25 works without waste and does not pollute workplace and environmental.

The oven enables the preparation of 25 samples simultaneously at the same conditions with good repeatability. Top heating prevents “explosion” of samples, the process of mineralization going calmly and it can be traced. The system can be applied for sample preparation in AAS and ICP.

*Keywords: sample preparation, AAS, ICP, IR.*

### **ВЪВЕДЕНИЕ**

Пробоподготовката е критичната стъпка, на която и да било аналитична методика, тя включва етапи на частично или сумарно разтваряне на твърдата проба и привеждането ѝ в разтвор. Методиките включват суха или мокра минерализация на пробите в отворени или затворени системи. За нагриване на пробите се използва термична, ултразвукова или лъчиста (инфрочервена, ултравиолетова и микровълнова) енергия (1). Преди няколко години, ултразвуковата екстракция бе предложена като проста и евтина алтернатива за пробоподготовка при биологични и неорганични матрици. Екстракционният ефект е разгледан, като причинен от акустична кавитация, това е, образуване на мехури и последващо разрушаващо действие. Колапсът на мехурчетата води до произвеждане на много висока температура (5000 K) и налягане (10 GPa), които спомагат пробоподготовката (2).

Инфрочервеното елементно извличане е било прилагано за органични и биологични проби (3). Инфрочервено излъчване ( $1.2 \times 10^{-14}$  на  $6.0 \times 10^{-12}$  Hz) причинява увеличение на молекулната вибрация и изменение в молекулната ротация, генерира топлина и също така нейното разпространение. Обикновено,

малко количество биологична мостра 200 мг., плус 2 mL азотна киселина в малка стъклена колба (4 mL) се поставя във фокуса на три IR лампи. След прилагане на 10 V през 120 до 180 s, се прибавя 1 mL на водороден пероксид, следван от прилагане на 10 V за 60 s. Анализите се анализират направо в същите съдове, което предпазва от замърсяване на разтворите (4). Другите приложения са, например, загряване на течности и твърди проби за определение на летливи анализи, и за подготовката с по-ниско врящи киселини (5).

Най често в атомната спектрометрия за разтваряне на пробите се използват като разтворители неорганични киселини или смеси от тях. Изискванията, на които трябва да отговаря една съвременна методика за пробоподготовка са: да се получи най-добрият резултат, за най-кратко време, използвайки минимално количество реагенти, проби и енергия; да е проста за изпълнение, с минимално замърсяване, но характеризираща се с проследими, възпроизводими и точни резултати (6). Системите, използвани за пробоподготовка трябва да предоставят възможност за едновременна подготовка на минимум дузина проби без замърсяване при едни и същи условия на енергийно въздействие. Основно изискване при работа с тях е да няма токсично въздействие върху оператора и околната среда. В България най-често използваните уреди за мокра минерализация към днешна дата са водни и пясъчни бани, както и лабораторни, домакински или келдал котлони. Тези уреди се поставят в камини. Вентилационните системи на тези камини имат кратък живот и са много трудни и скъпи за поддръжка и ремонт. Истински кошмар за всеки лаборант е поддръжването на необходимата чистота в камината, за да не се допусне замърсяване на анализираниите проби.

## **ЦЕЛ**

Целта, която си поставихме е да разработим система за пробоподготовка, която да отговаря на следните изисквания:

- да използва алтернативни източници на нагриване без микровълни
- да е екологически ефективна
- да е лесна за обслужване и поддръжка
- да позволява едновременна подготовка на до две дузини проби при еднакви условия
- да води до икономия на енергия и време
- да е с добра възпроизводимост
- да е безопасна за работа

## **СИСТЕМА ЗА ПРОБОПОДГОТОВКА**

Разработената от нас система за разтваряне на проби нарекохме SPOVEN – 25. Нейна блок-схема е показана на фиг. 1.

## ТЕХНИЧЕСКИ ПАРАМЕТРИ

*Габаритни размери- 45/35/30 см*

Работна камера – 30/30/25 см

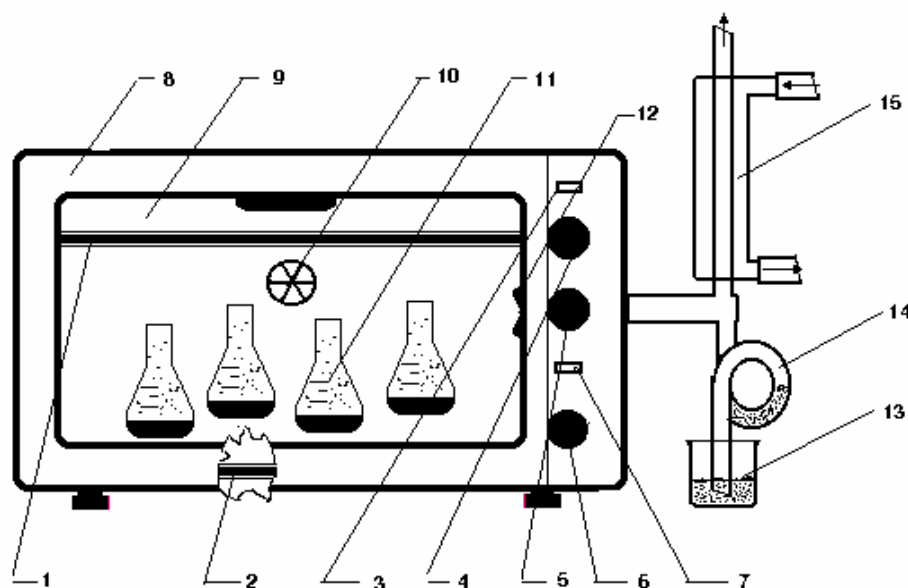
Тегло – 5.5 кг

Захранващо напрежение – 220 V, 50 Hz

Максимална мощност – 2000 W

Работна мощност – 1000 W

**Фигура 1.** Блок схема на SPOVEN 25



## УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП НА ДЕЙСТВИЕ

Системата за пробоподготовка SPOVEN–25 се състои от основен корпус и кондензорен блок фиг.1.

Основният корпус включва:

- 1- инфрачервени нагреватели 2 бр.
- 2- термични нагреватели 2 бр.
- 3- индикатор за включено/изключено
- 4- ключ за избор на температурата
- 5- ключ за включване/изключване
- 6- ключ за избор на време за работа
- 7- индикатор за работа на 1
- 8- корпус
- 9- стъклена врата
- 10- осветително тяло
- 11- проби
- 12- вентилатор

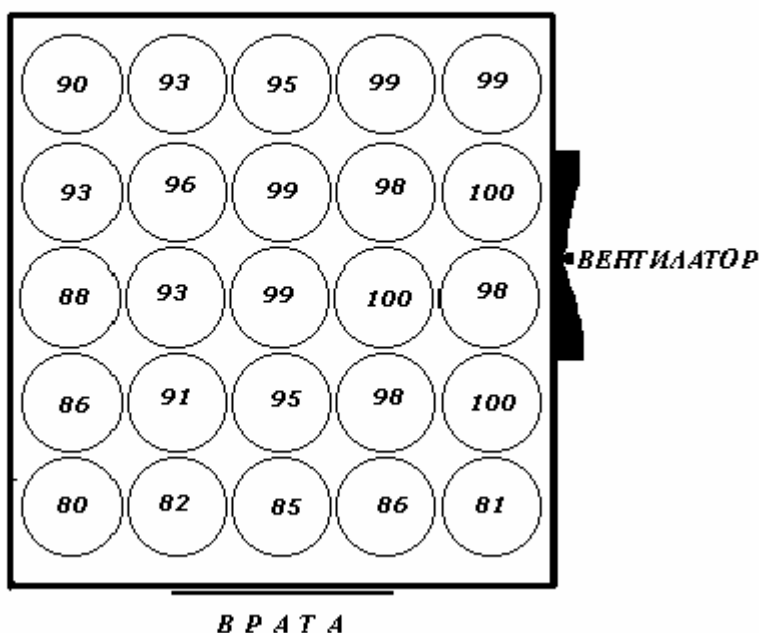
Кондензорният блок се състои от:

- 13- дренажен съд
- 14- хидравлична клапа
- 15- хладник

В работния обем на системата могат да се съберат едновременно 25 ерленмайрови колби с обем от 50 мл. Нагриването на пробите до зададената от оператора температура става при едновременна работа на четирите нагревателя, за икономия на време. След това достигнатата температура се поддържа автоматично само от двата горни нагревателя излъчващи енергия в инфрачервената област. Отделените изпарения от колбите се засмукват от вентилатора, и преминавайки през хладника кондензират и се стичат в дренажа с възможност за многократна употреба. След изтичане на зададеното от оператора време системата се изключва автоматично, като остава да работи вентилатора за да изсмуква отделящите се пари и след прекратяване на отделянето им за охлаждане на пробите при отворена врата. Всички детайли на системата, имащи достъп до изпаренията от разтворителите за минерализация, са защитени от пълно или частично разрушение, или са устойчиви на киселинно въздействие. Горните нагреватели могат да бъдат термични, инфрачервени или ултравиолетови.

## РАЗПРЕДЕЛЕНИЕ НА НАГРЯВАНЕТО

Фигура 2. Разпределение на нагриването



За да изследваме до каква степен е хомогенността на нагриване в работния обем на SPOVEN –25, предварително в 25 ерленмайрови колби с обем от 50 мл наляхме по 35 мл дестилирана вода и ги нагривахме в

продължение на 45 мин. при определена температура (200 единици). След това за всяка от тях измерихме количеството на останалата вода. Приехме за 100% нагриването в колбата(ите) с най-голямо количество изпарена течност. За останалите колби изчислихме процента на нагриване като пропорционален на разликата в обемите преди и след нагриване. Резултатите от изследването са показани на фиг.2.

Разликата в нагриването на вътрешните 20 колби е по-малко от 10%. По-ниска енергия получават колбите разположени до вратата и на страната срещу вентилатора.

## **ИЗВОДИ**

Разработена е система за пробоподготовка при AAS и ICP в отворени съдове с малки габаритни размери.

Едновременно могат да бъдат минерализирани до 25 проби при почти еднаква степен на нагриване.

Начинът на равномерно нагриване не позволява “избухване” на пробите, процесът на минерализация протича спокойно и проследимо с добра повтораемост.

SPOVEN 25 е с безотпадна технология и не замърсява околната среда и работното място.

Полу автоматичната система е лесна за обслужване и поддръжка.

Работата със SPOVEN 25 води до икономия на време, енергия и разтворители.

Цената на SPOVEN 25 я прави достъпна за всяка лаборатория.

## **ЛИТЕРАТУРА**

1. Elisabeth de Oliveira, J. Braz. Chem. Soc. vol.14 no.2 São Paulo Mar./Apr. 2003
2. Schwedt, G.; The Essential Guide to Analytical Chemistry, John Wiley and Sons: Chichester, 1997.
3. Knapp, G.; Raptis, S.E.; Kaiser, G.; Tölg, G.; Schramel, P.; Schreiber, B.; Frezenius Z. Anal. Chem. 1981, 308, 97.
4. Gouveia, S.T; Nóbrega, J.A.; Fatibelo-Filho, O.; J. Braz. Chem. Soc. 2000, 11, 261.
5. Howard, A. G.; Statham, P. J.; Inorganic Trace Analysis. Philosophy and Practice, John Wiley and Sons: Chichester, 1993.
6. Стоян Александров, “Методи за разтваряне, разделяне и концентриране в аналитичната химия”, Народна култура, София, 1995

