



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219726
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 23/00

(22) Přihlášeno 05 01 81
(21) (PV 73-81)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 09 85

(75)

Autor vynálezu

KUBOŇ KAREL ing. CSc., DOBRÁ u Frýdku-Místku, ERSEPKE ZDENĚK
ing. CSc., VŘESINA u Bílovce

(54) Způsob kontinuální rentgenospektrální analýzy práškových kovových i oxidických látek

1

Vynález řeší způsob provádění rentgenospektrální analýzy kovových i oxidických látek, které se k analýze připravují mletím na velmi malou zrnitost. Způsob kontinuální rentgenospektrální analýzy práškových a oxidických látek spočívá podle vynálezu v tom, že se ozařuje vzorek mletý na velikost zrna od 0,1 do 10 μm nanesený v síle jednoho zrna přilnavě na plastickou fólii. V praktických laboratorních zkušebních postupech je vynález aplikovatelný zejména při analýze různých práškových materiálů, jako jsou např. pigmenty, rudy, ocelářské strusky, žáruvzdorné hmoty, cementy a jiné maltoviny, anorganická hnojiva, nerosty, skla, popely, pevná paliva, keramiky, práškové kovy, slitiny a další anorganické práškové suroviny a výrobky.

2

Vynález řeší způsob provádění rentgenospektrální analýzy kovových i oxidických látek, které se k analýze připravují mletím na velmi malou zrnitost.

U kontinuálních rentgenových analyzátorů práškových materiálů se provádí před jejich analýzou příprava, která se skládá z těchto operací: jemné mletí, odvážení mletého vzorku a pojidla, homogenizace práškového vzorku s pojidlem a následně lisování vzorku do tablety. V případech, kdy záleží mimořádně na spolehlivosti výsledků a eliminaci rušivých mineralogických a interelementárních vlivů, vytaví se vzorek s boritanovými tavidly a vzorek se tak převede na skleněnou perlu z boritanového skla. Obě uvedené metody jsou relativně zdlouhavé a pracné, tavicí metoda je navíc nákladná a vyžaduje drahé nádobí ze speciální slitiny platiny, zlata a rhodia.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob kontinuální rentgenospektrální analýzy práškových kovových i oxidických látek plynulým nebo intervalovým ozařováním podle vynálezu, jehož podstatou je to, že se ozařuje vzorek mletý na velikost zrna od 0,1 do 10 μm nanesený v síle jednoho zrna přilnavě na plastickou fólii.

Způsob rentgenospektrální analýzy podle vynálezu je především výrazně produktivnější v přípravných časech a jeho ekonomičnost vyniká zejména při srovnání s metodou tavicí. Oproti lisování je tento způsob přesnější tím, že eliminuje rušivé interelementární vlivy, kalibrační křivky jsou lineární, prochází počátkem, čímž je zjednodušena kalibrace spektrometru i interpretace výsledků. Zpoždění mezi odběrem a prezentací výsledku rozboru se snižuje na minimum a výsledky je možno použít k operativnímu řízení výroby počítačem.

Jako příklad praktického provedení vynálezu se uvádí analýza vysokopevných a ocelářských strusek: z kusovitého nebo zrnitého materiálu, pohybujícího se na dopravním páse, se automatickým vzorkovačem odebírá reprezentativní vzorek. Vzorek o zrnitosti nad 3 mm prochází nejprve drtičem, kde se podrtí na zrno pod 3 mm. Pak následuje kvartace. Zmenšený vzorek prochází průběžným vibračním mlýnkem, kde se pomele na zrno pod 0,2 mm. Následuje další kvartace. Znovu zmenšený vzorek prochází laboratorním tryskovým mlýnkem, kde se mele zrno podle potřeby, například na

0,2 až 5 μm . Jemně pomletý vzorek o velikosti zrna přiměřené energie kvant měřené charakteristického záření se sype vibračním podávčem na speciální pásku. Tato speciální páska se získá ze samolepicí pásky, například Izolepa nebo Lepex, šířky například 40 mm jejím přelepením širší, například 60 mm, maskovací páskou z téže nebo jiné organické fólie bez lepivé vrstvy. Maskovací páska je uprostřed opatřena řadou otvorů o průměru, který odpovídá průměru svazku rtg záření, například 30 mm, a kromě toho po stranách perforací, přičemž perforační otvory korespondují s otvory v maskovací fólii. Vzorek se nanáší na střední pruh s otvory a vtírá do vrstvy kartáčem. Další kartáč spolu s odsávacím zařízením odstraňuje přebytek vzorku, který nevytvořil souvislou jednozrnnou vrstvu. Odstranění přebytku je nutné jednak z fyzikálních důvodů, protože vrstva musí být pouze na tloušťku zrna a zrno se nesmí překrývat, jednak z důvodů čistoty a vakuové těsnosti spektrometru.

Za nanášecím zařízením tvoří páska volnou smyčku, protože další pohyb pásky není kontinuální (kontinuální pohyb pásky přes kvantometr se sice nevylučuje, ale udržení vakua při tomto pohybu by působilo potíže), ale periodický, přičemž perforace slouží podobně jako u kinofilmu k usnadnění funkce podávče. Jakmile je kruhová vrstva ve správné poloze pod výstupním okénkem rentgenky, přitlačí přitlačná destička fólii k výstupní masce rentgenového spektrometru, čímž jednak uzavře vakuový prostor a jednak zabráni pronikání rentgenového záření do prostoru mimo spektrometr. Následuje ozaření a vyhodnocení stejně jako i diskontinuální metody.

V případě, že mají být určovány pouze středně těžké a těžké prvky, jejichž záření není vzduchem pohlcováno, je možno systém zjednodušit tak, že se tenká vrstva nanáší v souvislém pruhu a k výstupnímu okénku spektrometru se nepřitlačuje, ale probíhá v těsné vzdálenosti pod ním.

V praxi se způsob podle vynálezu velmi osvědčil při analýze různých práškových materiálů, jako jsou například pigmenty, rudy, ocelářské strusky, žáruvzdorné hmoty, cementy a jiné maltoviny, anorganická hnojiva, nerosty, skla, popely, pevná paliva, keramiky, práškové kovy, slitiny a další anorganické práškové suroviny a výrobky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuální rentgenospektrální analýzy práškových kovových i oxidických látek, které se k analýze připravují mletím na velmi malou zrnitost, plynulým nebo in-

tervalovým ozařováním, vyznačující se tím, že se ozařuje vzorek mletý na velikost zrna od 0,1 do 10 μm nanesený v síle jednoho zrna přilnavě na plastickou fólii.