



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 790

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 04 82
(21) PV 3138-82

(51) Int. Cl.³ G 01 J 3/42
~~B 01 J 1/00~~

B01J 19/08,
19/04

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 07 85

(75)
Autor vynálezu

SYCHRA VÁCLAV dr.CSc., KOLÍHOVÁ DANA ing.CSc.,
MOSTECKÝ JIŘÍ prof.DrSc., HLAVÁČ ROBERT ing.,
DOLEŽAL JIŘÍ ing., PRAHA ,
PÜSCHEL PETR ing.,
FORMÁNEK ZDENĚK ing.CSc., MOST

(54)

Kovový elektrotermický atomizér

1

Vynález se týká kovových elektrotermických atomizérů pro atomovou absorpční spektrometrii označovaných AAS.

Kovové elektrotermické atomizéry např. podle A.O.č. 174 728 se obvykle konstruují z kovů o bodu tání vyšším než 2000 °C, jejichž mechanické vlastnosti dovolují zhotovení vhodného tvaru atomizéru. Nejčastěji se používají wolfram, molybden a tantal. Jednou ze základních podmínek pro jejich úspěšné analytické použití je, aby materiál kovové podložky atomizéru s analytem tzv. stanovovanou složkou nereagoval za tvorby termostabilních sloučenin a byl dostatečně chemicky inertní vůči různým matricím analyzovaných vzorků a vůči plenné atmosféře ve které je provozován. Tato podmínka není u používaných kovů vždy jednoznačně splněna. Tak např. ve wolframovém elektrotermickém atomizéru nelze stanovit molybden, který tvoří s wolframem intermetalickou slitinu a z wolframového povrchu prakticky vůbec neatomizuje. Analýza vzorků obsahujících organickou matici, při jejichž termickém zpracování vzniká v atomizéru reaktivní uhlík, má zase za následek výrazné snížení životnosti nejen wolframového, ale i molybdenového a tantalového atomizéru. Za vysokých teplot při kterých je atomizér provozován, reaguje vzniklý uhlík velmi rychle s kovem za tvorby příslušného karbidu; důsledkem je změna fyzikálních a chemických vlastností atomizéru a ztráta mechanické pevnosti. Atomizér se po krátké době zcela rozpadne. K podobným potížím dochází např., je-li wolframový elektrotermický atomizér provozován v dusíkové atmosféře,

kdy dochází k tvorbě nitridu wolframu. S tantalovým elektrotermickým atomizérem nelze pracovat ve vodíkové atmosféře pro vznik absorpce a rozpouštění vodíku v kovu i rychlé ztrátě mechanické pevnosti, jejíž přítomnost v okolí kovového elektrotermického atomizéru je z analytického hlediska často velmi žádoucí.

Uvedené nedostatky odstraňují kovové elektronické atomizéry úpravou podle vynálezu, jejíž podstata spočívá v tom, že na povrch vlastního kovového atomizéru je nanesená s výhodou elektrolyticky nebo napařením vrstva 0,1 až 100 μm , s výhodou 5 μm , jiného kovu o vysokém bodu tání a s vhodnými fyzikálními a chemickými vlastnostmi, například rhenia nebo iridia, z jehož povrchu lze provést elektrotermickou atomizaci příslušného analytu v dané matici bez potíží, ale jehož použití pro konstrukci celého kovového atomizéru by bylo neekonomické nebo technicky těžko proveditelné.

Tloušťka nanesené vrstvy musí být volena tak, aby měla dostatečně dlouhou životnost, ale přitom neměnila podstatně fyzikální vlastnosti atomizéru jako celku a to potřebný příkon na dosažení určité teploty i rychlost jeho ohřevu.

Příklad

Wolframový elektrotermický atomizér podle A.O. č. 174 728 byl elektrolyticky potažen 5 μm silnou vrstvou rhenia, které netvoří karbid. Životnost takto upraveného atomizéru se při stanovení niklu vanadu a fosforu ve vzorcích ropného původu rozpouštěných v organickém rozpouštědle zvýšila proti atomizéru bez povrchové úpravy 20 až 40krát. Takto upravený atomizér mohl být použit rovněž pro stanovení molybdenu, kdy netvoří intermetallickou slitinu s rheniem a dlouhodobě provozován v dusíkové atmosféře. Rovněž byla pozorována jeho větší odolnost vůči oxidaci.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Kovový elektrotermický atomizér pro atomovou absorpční spektrometrii vyznačený tím, že povrch vlastního kovového atomizéru je opatřen vrstvou 0,1 až 100 μm dalšího kovu o bodu tání od 2500 °C do 3500 °C, například rhenia nebo iridia.