



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231 390

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 04 83
(21) PV 2809-83

(51) Int. Cl.³

G 01 N 23/02

(40) Zveřejněno 16 04 84

(45) Vydáno 01 03 87

(75)
Autor vynálezu

ERSEPKA ZDENĚK ing. CSc., VŘESINA,
EXNAR PETR ing., HRADEC KRÁLOVÉ

(54)

Způsob rekalibrace rentgenového spektrometru

Vynález pojednává o použití skel s upraveným chemickým složením k rekalibraci a seřizování rentgenových emisních a fluorescenčních spektrometrů. Podstata vynálezu spočívá v tom, že jako standardního referenčního materiálu se použije sklo v němž jsou referenční prvky dispergovány v elementární formě nebo ve formě jejich oxidů. Popis obsahuje v tabelární formě šest příkladů skel různého chemického složení.

Vynález pojednává o použití skel s upraveným chemickým složením k recalibraci a seřizování rentgenových emisních a fluorescenčních spektrometrů.

Pracovní charakteristiky rentgenových spektrometrů se periodicky podrobují kontrole a proměřují se pomocí standardních referenčních materiálů. V první fázi se rentgenový spektrometr kalibruje pomocí sady těchto standardů, které chemickým složením a všemi fyzikálními vlastnostmi, například krystalograficky, mineralogicky a granulometricky plně odpovídají materiálům a látkám, jež mají být analyzovány. Po jejich proměření se vícenásobnou regresní metodou připraví analytický program,

který se vkládá do počítače a tím je spektrometr připraven analyzovat neznámé vzorky téhož typu. V druhé fázi je však zapotřebí, aby byla zaručena dlouhodobá spolehlivost analytické funkce eliminovat vliv kolísání citlivosti jednotlivých měřících kanálů. To se provádí tak zvanou recalibrací spektrometru. Na rozdíl od zmíněné kalibrace, která je časově náročná, protože vyžaduje proměření značného počtu, obvykle 25 až 150 standardních referenčních materiálů - které však nutně nemusí být dlouhodobě stálé, je nutno recalibraci provést relativně rychle s pomocí nejmenšího počtu recalibračních standardů, které sice nemusí svým chemickým složením ani fyzikálními vlastnostmi odpovídat analyzovaným vzorkům, ale zato musí být dlouhodobě stabilní a při ozařování musí skýtat na vlnových délkách jednotlivých prvků jednak přiměřeně vysoké a jednak velice nízké četnosti impulsů. Kalibrační standardní referenční materiály obvykle nesplňují současně požadavky kladené na recalibrační látky vzhledem k jejich omezené stabilitě a pak také tím, že

pouhým výběrem nelze dospět k dostatečně nízkému počtu standardů s maximo - minimálními obsahy prvků. Přesto se prozatím k rekaliбраčním účelům používá poměrně vysoký počet standardů z materiálů často zcela rozdílného složení, vybraných více či méně náhodně, přičemž rozhodujícím měřítkem je stabilita. Bývají to minerály, keramika, ale často i kovy nebo perly. Z výše uvedeného vyplývá, že ideální standardní referenční materiály musí být připraveny synteticky a mají-li být vysoce stabilní, musí obsahovat všechny prvky ve formě oxidů. Syntéza je v laboratorním měřítku obtížná s výjimkou perel, které však nesplňují požadavek dlouhodobé stálosti vůči atmosféře a záření. Vytvořit syntézou vhodné stabilní taveniny je v laboratorním měřítku obtížné a vyžaduje hlubší znalosti sklářské technologie. Všeobecně se doposud syntetické referenční materiály průmyslově nevyrábějí a proto se laboratoře uchylují s různým výsledkem k méně vhodným improvizacím.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob rekalibrace rentgenového spektrometru podle vynálezu jehož podstata spočívá v tom, že jako standardního referenčního materiálu se použije sklo v němž jsou referenční prvky dispergovány v elementární formě nebo ve formě jejich oxidů.

Hlavním přínosem použití standardních referenčních materiálů v podobě skel podle vynálezu je zvýšení spolehlivosti analýzy následkem dlouhodobé stability vzorků a značné zjednodušení a zkrácení času při rekaliibraci díky vhodně přizpůsobenému složení v rozpětí vyšetřovaného obsahového oboru, tedy snížená pracnost i úspora drahého přístrojového času.

Podstata vynálezu je dále blíže rozvedena v šesti tabulárně zpracovaných příkladech:

Příklady chemického složení skel vyvinutých pro použití v rentgenové spektrometrii jako rekaliбраční standardy.

Složka	P ř í k l a d					
	1	2	3	4	5	6
SiO ₂	35,0	50,27	10,0	2,5	51,35	53,67
Al ₂ O ₃	10,0	-	35,0	18,0	1,5	1,5
B ₂ O ₃	-	-	22,5	25,0	6,0	2,0
Na ₂ O	0,33	-	9,0	10,0	15,0	1,0
K ₂ O	-	-	1,0	-	2,48	25,0
MgO	-	-	-	9,0	-	1,0
CaO	0,71	25,0	-	15,0	5,0	3,0
BaO	-	-	1,0	-	3,0	0,25
Fe ₂ O ₃	-	-	5,0	0,5	-	-
FeO	-	24,0	-	-	-	-
MnO	45,0	-	0,5	-	5,0	-
ZnO	6,63	-	-	4,5	2,0	0,2
CuO	-	-	-	-	1,0	0,5
NiO	-	-	-	-	0,5	1,0
CoO	-	-	-	-	1,0	0,5
PbO	-	-	-	1,0	-	-
Cr ₂ O ₃	-	-	-	-	4,0	0,4
P ₂ O ₅	0,6	-	15,0	5,00	-	-
As ₂ O ₃	-	-	0,3	1,0	0,5	-
Sb ₂ O ₃	-	-	-	1,0	-	0,5
V ₂ O ₅	-	-	-	1,0	-	-
MoO ₃	-	-	-	1,0	-	-
TiO ₂	-	-	-	-	-	1,0
F	0,4	0,3	-	-	0,3	1,0
S	1,0	0,12	-	-	-	-
SrO	-	-	-	-	0,5	1,0
CdO	1,0	0,5	-	-	-	-
Bi ₂ O ₃	-	-	0,5	1,0	-	-
ZrO ₂	-	-	-	0,5	-	1,0
Ta ₂ O ₅	-	-	-	-	0,5	1,0
Nb ₂ O ₅	-	-	-	-	-	0,23
UO ₃	-	-	-	-	0,5	1,0

Složka	1	2	3	4	5	6
GeO ₂	-	-	-	2,5	-	-
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	-	0,17
CeO ₂	-	-	-	1,0	-	0,5
Pr ₂ O ₃	-	-	-	-	-	1,0
Nd ₂ O ₃	-	-	-	-	-	1,0
La ₂ O ₃	-	-	-	0,5	-	1,0

Složení skla a množství zastoupení jednotlivých prvků, resp. jejich oxidů připouští prakticky nekonečné možnosti obměn vzhledem k jejich variabilitě a přizpůsobuje se konkrétnímu oboru. Jiné bude například požadované obsahové rozpětí olova v standardním referenčním vzorku používaném ve sklářském průmyslu a jiné pro zjišťování stop olova při ekologických analýzách a podobně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob rekalibrace rentgenového spektrometru, vyznačený tím, že jako standardního referenčního materiálu se použije sklo v němž jsou referenční prvky dispergovány v elementární formě nebo ve formě jejich oxidů.