

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(18)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240114 ✓
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 21/25

(22) Přihlášeno 20 04 83
(21) {PV 2810-83}

(40) Zveřejněno 15 03 84

(45) Vydáno 15 06 87

(75)

Autor vynálezu

ERSEPKE ZDENĚK ing. CSc., VŘESINA; EXNAR PETR ing.,
HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob výroby standardních referenčních materiálů

1

Řešení se týká způsobu výroby standardních referenčních materiálů chemického složení a je určen pro analytické metody v optické emisní spektrometrii, plazmové emisní spektrometrii, atomové absorpční spektrometrii a rentgenové fluorescenční spektrometrii. Podstata vynálezu spočívá v tom, že oxidy prvků první až sedmé skupiny a osmé vedlejší podskupiny Mendělejevova periodického systému s výjimkou prvků radioaktivních a prvků tvořících silně těkavé sloučeniny, nebo látky, které je obsahují, se smísí s boritany alkalických kovů nebo s jejich složkami, například s kyselinou boritou nebo oxidem boritým a s uhličitany alkalických kovů, vzniklá směs se roztaví a vzniklá sklovina se po vychladnutí podrobí granulometrické úpravě.

2

Vynález pojednává o způsobu výroby standardních referenčních materiálů chemického složení a je určen pro analytické metody v optické emisní spektrometrii, plazmové emisní spektrometrii, atomové absorpční spektrometrii a rentgenové fluorescenční spektrometrii.

Standardní referenční materiály chemického složení bývají téměř vždy v koncentrované formě, kdy součet zastoupených složek činí 100 %, což se ukazuje jako nevýhodné zejména při analýzách stopových množství. Kromě toho volný povrch těchto materiálů podléhá účinkům okolní atmosféry a zapříčiňuje jejich sníženou trvanlivost. V poměrně malé míře se ke zvláštním účelům používají i ve formě vodných roztoků, tzv. normanálů, které se distribují v uzavřených zatavených ampulích. Jistou výhodou roztokových materiálů je jejich rychlá použitelnost zejména pro titrační metody; nevýhodou zůstává nutnost jejich přechovávání v zatavených ampulích a jejich omezená trvanlivost.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby referenčních materiálů chemických koncentrací požadovaných prvků první až sedmé skupiny a osmé vedlejší podskupiny Mendělejevova periodického systému s výjimkou prvků radioaktivních a prvků tvořících při přípravě solně tekavé sloučeniny podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se oxidy těchto prvků nebo látky, které je obsahují, smísí s boritany alkalických kovů nebo s jejich složkami, například s kyselinou boritou nebo oxidem boritým a s uhlčitany alkalických kovů, načež se vzniklá směs roztaví a sklovina se po vychladnutí podrobí granulometrické úpravě.

Přitom je podle vynálezu výhodné namísto čistých boritanů alkalických kovů použít odpadní materiál obsahující nejméně 80 % hmot. těchto boritanů. Mezi tyto odpadní materiály patří zejména boritanové perly vyráběné k účelům rentgenologické analýzy oxidických materiálů, jež obsahují přes 80 procent hmot. boritanů, a které se stávají po provedení rozboru odpadem. Analytická kontrola výsledného výrobku je v tomto případě bezpodmínečně nutná.

Standardní referenční materiál ve zředěné formě vyrobený podle vynálezu lze použít přímo v práškové podobě nebo v tabletách, či po přetavení ve formě perly, pří-

padně po rozpuštění v kyselině ve formě vodného roztoku. Výhody standardních referenčních materiálů chemického složení připravených ve formě tuhého roztoku spočívají kromě jiného v poměrně nízké koncentraci složek v tavenině, protože součet koncentrací standardních referenčních materiálů v tavenině bývá obvykle 10 %, což umožňuje vysokou přesnost navažování i při přípravě značně zředěných roztoků a zvláště výhodné použití jako standardního referenčního materiálu chemického složení pro stopové prvky včetně prvků vzácných zemin. Mezi další přednosti patří vysoký stupeň homogenity jak v práškovém, tak v kompaktním stavu, relativně vysoká stálost vůči atmosféře, možnost výroby v libovolné granulometrické frakci, nezávislost složení na granulometrickém složení a dobrá lisovatelnost. Ve standardních referenčních materiálech připravených podle vynálezu je přítomna jediná fáze a tím eliminována segregace jednotlivých složek. Vynález umožňuje dále i výrobu koloidních roztoků kovů, syntézu standardních referenčních materiálů libovolného chemického složení, použitelných pro všechny postupy klasické analytické chemie a umožňuje unifikaci spektrometrických programů v různých laboratořích, jakož i možnost snadného porovnávání citlivostí a mezi detekce různých metod a přístrojů pro přítomné prvky.

Jako příklad objasňující podstatu vynálezu se uvádí výroba typického lithnaboritanového standardu: 90 % hmot. práškového, bezvodého tetraboritanu anebo metaboritanu nuthného se smísí s 10 % hmot. referenčních prvků v podobě jejich oxidů a nebá karbonátů, případně hydroxidů těchto prvků. Sklářský kmen této směsi se roztaví, zhomogenizuje se mícháním a vyleje na líc stůl. Takto získaný tuhý roztok standardního referenčního materiálu ve formě lehce tavitelného a v kyselinách dobře rozpustného skla se rozemele na prášek, který se distribuje v žádaných dávkách a použije se pro kalibraci vlnových délek atomových spektrometrů všech druhů, tj. emisních, absorpčních, rentgenfluorescenčních aj., nebo pro kalibraci naměřených intenzit jakožto funkcí koncentrací nebo pro kalibraci a ověřování všech jiných analytických metod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby standardních referenčních materiálů chemických koncentrací požadovaných prvků první až sedmé skupiny a osmé vedlejší podskupiny Mendělejevova periodického systému s výjimkou prvků radioaktivních a prvků tvořících při přípravě silně tekavé sloučeniny, vyznačený tím, že se

oxidy těchto prvků nebo látky, které je obsahují, smísí s boritany alkalických kovů nebo s jejich složkami, například s kyselinou boritou nebo oxidem boritým a s uhlčitany alkalických kovů, vzniklá směs se roztaví a vzniklá sklovina se po vychladnutí podrobí granulometrické úpravě.