



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201835
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 23/00

(22) Prihlásené 20 10 78

(21) (PV 6823-78)

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 15 12 82

(75)

Autor vynálezu

HAVRÁNEK EMIL RNDr. CSc., NEMČÍKOVÁ ANGELA RNDr. a SCHILLER PAVEL doc. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob nepriamej koncentračnej rádionuklidovej röntgenofluorescenčnej analýzy

Vynález sa týka stanovenia anorganických i organických látok, ktoré po prevedení do roztoku reagujú s odmerným činidlom za tvorby ťažko rozpustných, prípadne málo disociovaných zlúčenín. Odmerný roztok alebo stanovovaná látka musí obsahovať prvky stanoviteľné metódou rádionuklidovej röntgenofluorescenčnej analýzy. Po oddelení nerozpustného podielu chemickej reakcie centrifugáciou alebo inou vhodnou separačnou technikou sa definovaný objem roztoku nanesie na nosič, ktorý tvorí napr. pruh chromatografického papiera, a obsah sa stanoví metódou rádionuklidovej röntgenofluorescenčnej analýzy buď priamo alebo nepriamo z nadbytku odmerného činidla metódou štandardnej analytickej krivky alebo porovnaním s vhodne zvoleným štandardom. Metóda umožňuje i stanovenie látky po jej izolácii zo zmesi látok chemickou reakciou s činidlom a možno ju využiť i na určenie ekvivalenčného bodu pri zrážacích titráciách.

Dosiaľ používané rádiometrické titračné metódy využívali meranie jednak rádioaktivity jednotlivých zložiek vstupujúcich do reakcie, jednak boli vypracované ďalšie metódy ako beta-odrazové titrácie, beta-absorpčné titrácie, rádiocoulometrické titrácie a titrácie za použitia rádioaktívnych kryptonátov. Nevýhodou týchto metód bola spotreba veľkého množstva vzorky, malá selektivita stanovenia i vyššia rizikovosť práce, spojená s otvorenými

mi zdrojmi rádioaktívneho žiarenia. Tieto nevýhody odstraňuje nepriama koncentračná rádionuklidová röntgenofluorescenčná analýza, ktorej podstata spočíva v tom, že stanovovaná látka sa nechá chemicky reagovať s nadbytkom zodpovedajúceho činidla, ktorého nezreagované množstvo sa oddelí od reakčného produktu a stanoví rádionuklidovou röntgenofluorescenčnou analýzou v roztoku nanesenom na nosič, napríklad papierový filter alebo sklenenú membránu.

Výhodou navrhovanej metódy je vysoká selektivita, vyplývajúca z vlastnej podstaty charakteristického žiarenia stanovovaného prvku, značená citlivosť stanovenia, dobrá reprodukovateľnosť, malé množstvo vzorky potrebné k analýze. Stanovovanie je možné previesť v množstve vzorky rádovo desiatiny ml i menšie. Na stanovenie sa nanáša 20 μ l roztoku. Dosahovaná medza stanoviteľnosti opísanej metódy je 10^{-6} g látky. Na excitáciu charakteristického žiarenia sa používajú uzavreté rádionuklidové zdroje nízkoenergetického gama alebo X žiarenia o aktivite rádovo desiatky mCi. Energia zvoleného rádionuklidového zdroja musí byť o niečo väčšia ako je väzbová energia elektrónov na K, prípadne L vrstve. Vzniknuté charakteristické žiarenie, vysielané prvkom odmerného činidla alebo stanovovanej látky sa deteguje scintilačným alebo polovodičovým detektorom, napojeným na vyhodnocovaciu jednotku — jed-

nokanálový, prípadne mnohokanálový analyzátor.

Príkladom použitia vo vynáleze opísanej metódy je analýza ephedrinu, emetinu, histaminu, procainu pomocou kyseliny silikowolfrámovej alebo fosfomolybdénovej ako činid-

la. Metóda teda umožňuje rozšírenie rádionuklidovej röntgenofluorescenčnej analýzy i na stanovenie organických látok, pre ktoré nemožno použiť konvenčnú rádionuklidovú röntgenofluorescenčnú metódu.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob nepriamej koncentračnej rádionuklidovej röntgenofluorescenčnej analýzy, vyznačujúci sa tým, že stanovovaná látka sa nechá chemicky reagovať s nadbytkom zodpovedajúceho činidla, ktorého nezreagované

množstvo sa oddelí od reakčného produktu a stanoví rádionuklidovou röntgenofluorescenčnou analýzou v roztoku nanesenom na nosič, napríklad papierový filter alebo sklenenú membránu.