



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201975
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 L 7/00

(22) Přihlášeno 10 04 79
(21) (PV 2449-79)

(40) Zveřejněno 31 03 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)
Autor vynálezu HLAVÁČ ROBERT ing., SYCHRA VÁCLAV RNDr. CSc., KOLÍHOVÁ
DANA ing. CSc. a ŘEZNÍČEK JOSEF ing., PRAHA

(54) Mikroatomizátor

Vynález se týká mikroatomizátoru pro elektrotermickou atomizaci z kovových povrchů.

Dosud známé elektrotermické atomizátory byly řešeny buď formou odporově vyhřívané grafitové atomizační kyvety, popřípadě kovových pásků vytvarovaných do tvaru dutého válečku, nebo spirálové atomizátory buď otevřeného typu nebo takové, u kterých byla k lokalizaci atomové páry používána absorpční kyveta, která nebyla opatřena sekundárním zdrojem tepla.

Obě řešení nesou sebou řadu nevýhod. V prvním případě jde především o velké energetické nároky, protože masivní grafitový atomizátor potřebuje k vyhřátí na danou teplotu velký příkon elektrického proudu, dále problémy spojené s lokalizací dávkovaného množství vzorku a také s dokonalým odstíněním celého atomizátoru inertní atmosférou a s tím spojenou vysokou spotřebu inertního plynu.

Ve druhém případě je zase připravená atomová pára vnášena do chladného prostoru, kde velmi snadno dochází ke kondenzaci a rekombinaci volných atomů, samozřejmě na úkor citlivosti celého použitého postupu.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje mikroatomizátor sestávající ze žhaveného elemen-

tu, na který se nanáší analyzovaný vzorek, a který je opatřen lokalizační absorpční kyvetou. Jeho podstata spočívá v tom, že lokalizační absorpční kyveta je opatřena sekundárním zdrojem tepla.

Dále je podle vynálezu výhodné, jestliže sekundární zdroj tepla je tvořen topnou spirálou.

Atomová pára vytvořená pomocí mikroatomizátoru je tedy umístěna v dostatečně vyhřátém prostoru, a tím nedochází ke kondenzaci a vlastně ke ztrátám volných atomů schopných absorbovat záření primárního zdroje.

Mikroatomizátor může být v případě potřeby povrchově upraven, například pokryt vrstvou nitridů nebo karbidů.

Podstata vynálezu a jeho výhody jsou blíže objasněny na popisu příkladu jeho provedení a pomocí připojeného výkresu, na němž je znázorněno celkové uspořádání mikroatomizátoru s lokalizační absorpční kyvetou.

Vlastní lokalizační absorpční kyveta 1 je tvořena T kusem, vyrobeným s výhodou z křemenného skla. Užší část lokalizační absorpční kyvety je opatřena otopným vinutím 2 z odporového materiálu, s výhodou kaptalu, ukončeného v kovových prstencích 3, umožňujících přívod elektrického proudu.

Širší část lokalizační absorpční kyvety je vlepena do trubky 4 z nerezavějící oceli, jejíž funkcí je odstranění případné nesymetrickosti křemenného materiálu.

Vlastní mikroatomizátor 5 je pomocí keramické vložky 7 s nosníky 10 vložen do pouzdra 6 z nerezavějící oceli uzavřeného z jedné strany teflonovým uzávěrem 8. Keramickou vložkou 7 a teflonovým uzávěrem 8 prochází přívod 9 nosného plynu, vyrobený nejlépe z teflonu.

Celé pouzdro 6 z nerezavějící oceli s mikroatomizátorem 5 je volně zasouvatelé do lokalizační absorpční kyvety 1. Rozměry pouzdra 6 z nerezavějící oceli a trubky 4 z nerezavějící oceli jsou voleny tak, aby obě části byly vzájemně po sobě právě posouvatelé. Tím je zajištěn minimální únik nosného plynu, který jednak vnáší atomovou páru do lokalizační absorpční kyvety 1, jednak tvoří inertní atmosféru v okolí mikroatomizátoru 5.

Citlivost a spolu s ní i absolutní mez postřehu stanovení jednotlivých prvků závisí do jisté míry na vhodně zvolených rozměrech lokalizační absorpční kyvety. Z analytického hlediska se ukázaly jako nejvýhodnější délka lokalizační absorpční kyvety 20 až 100 mm a vnitřní průměr 1 až 10 mm. Délka a vnitřní průměr bočního tubusu závisí na velikosti použitého kovového mikroatomizátoru. Důležitým faktorem ovlivňujícím citlivost a absolutní mez postřehu stanovení je teplota trvalého ohřevu lokalizační absorpční kyvety. Řídí se povahou stanovovaného prvku v mezích od 20 °C do 3000 °C.

Příklad

Lokalizační absorpční kyveta je zhotovena z křemenné trubice. Kovový mikroatomizátor do ní zasahuje z bočního tubusu, takže celkovým tvarem je písmeno T, položené v horizontální rovině. Vlastní lokalizační absorpční kyveta válcového tvaru je 50 mm dlouhá s vnitřním průměrem 4 mm. Je možno ji permanentně vyhřívat na 1200 °C pomocí kantalového vinutí. Kantalový pásek je překryt korundovou hmotou tak, že boční tubus je průhledný a je tudíž možno kontrolovat zasunutí kovového mikroatomizátoru a jeho teplotu.

Kovový mikroatomizátor je tvořen čtyřmi závity drátu o průměru 0,25 až 0,30 mm, s výhodou z wolframu, navíjenými okolo trnu o průměru 0,8 mm. Na konce kovového mikroatomizátoru jsou bodově přivařeny niklové trubičky o průměru 1,2 mm a délce 20 až 30 mm, kterými se mikroatomizátor uchytí do zdírek přívodů elektrického proudu. Na mikroatomizátor lze dávkovat 2 až 3 μl vzorku, na mikroatomizátor slabě ohřátý na teplotu vypaření rozpouštědla lze dávkovat 5 μl vzorku.

Kovový mikroatomizátor s lokalizační absorpční kyvetou je ve stávající formě využit pro stanovení prvků stříbra, barya, kadmia a mědi. Dosažené hodnoty charakteristických koncentrací odpovídají komerčně vyráběným grafitovým atomizátorům podobných rozměrů.

Ve stávající formě je využit pro kontrolu čistoty napájecí vody, tzn. vzorku se stopovými obsahy různých kovů bez převažujícího vlivu matrice.

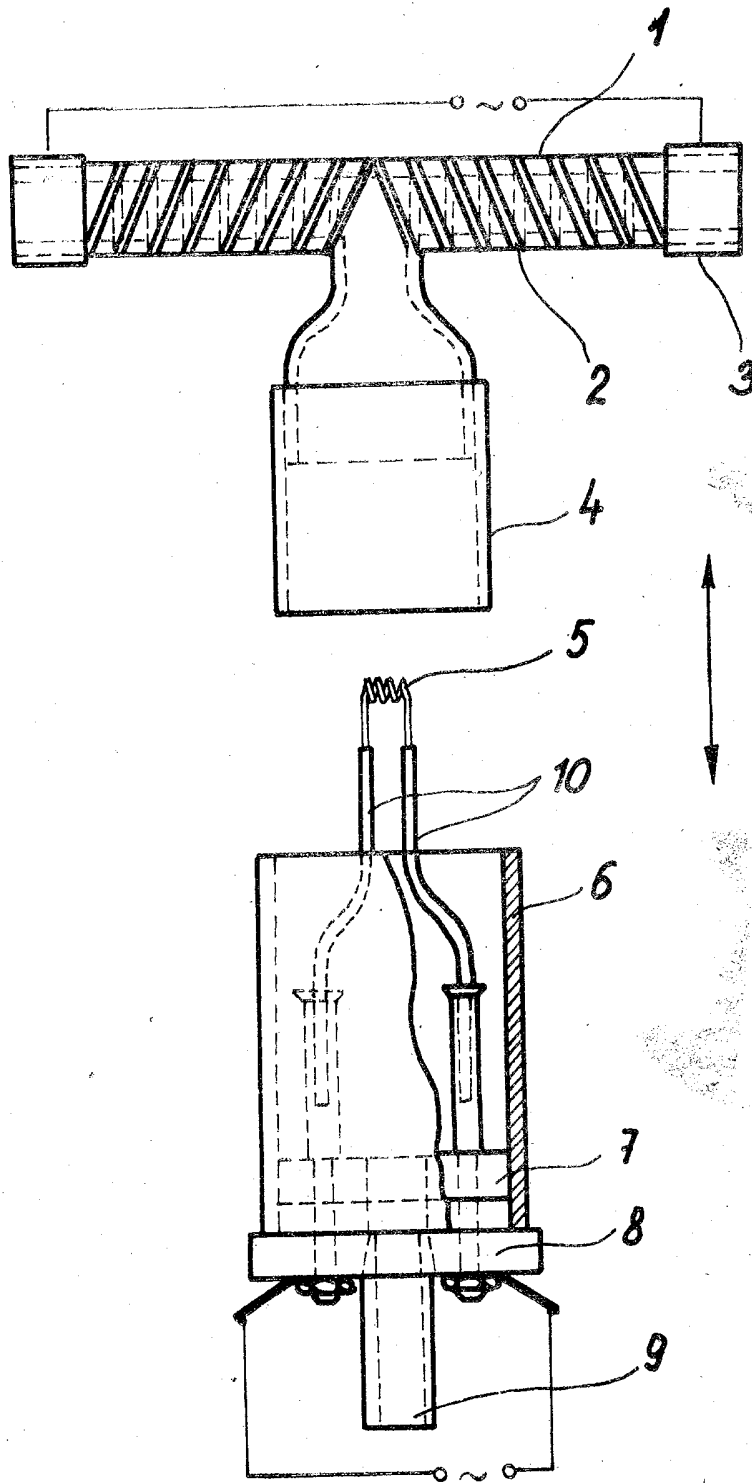
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Mikroatomizátor sestávající se ze žhaveného elementu, na který se nanáší analyzovaný vzorek, a který je opatřen lokalizační absorpční kyvetou, vyznačující se tím, že

lokalizační absorpční kyveta je opatřena sekundárním zdrojem tepla (2).

2. Mikroatomizátor podle bodu 1, vyznačující se tím, že sekundární zdroj tepla (2) je tvořen topnou spirálou.

1 výkres



Obr. 1