



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232478

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 18 02 83
(21) (PV 1095-83)

(51) Int. Cl.³

G 01 N 23/02

(40) Zveřejněno 18 06 84

(45) Vydáno 15 06 86

(75)

Autor vynálezu

CZYŽ JAN ing., SALAY ALOIS, TŘINEC

(54) Tavicí směs oxidických práškových materiálů
pro rentgenfluorescenční spektrometrii

Tavicí směs je určena k přípravě vzorků k měření metodou přetavení vzorků na jednotnou osnovu.

Tavicí směs je vytvořena na bázi tetraboritanu sodíku, popřípadě lithia a vyznačuje se tím, že obsahuje přísadu 11 hm. % fluoridu lithného a 6 hm. % jodidnanu draselného. Poskytuje nízkotající a máloviskózní taveninu, kohezni vůči Pt-náčiní, schopnou rozpouštět kysličníky kovů a jejich mineralogické sloučeniny v různých váhových poměrech při teplotách nad 960 °C. Zajišťuje vysokou reaktivnost se složkami vzorků oxidických materiálů a tvoří stále vysoce homogenní skloviny s minimálním povrchovým prnutím po ochlazení. Přítomnost alkalických fluoroboritanů v tavicí směsi pozitivně ovlivňuje impregnační vlastnosti taveniny po vychlazení.

Vynález se týká tavicí směsi oxidických práškových materiálů pro rentgenfluorescenční spektrometrii k přípravě vzorků k měření metodou přetavení vzorků na jednotnou osnovu.

Dosud využívané tavicí směsi na bázi tetraboritanu dvojsodného nebo dvojlithného, popř. metaboritanu lithného, s přísadami oxidačních látek dusičnanů, peroxidů, chlorečnanů, chloristanů nebo kysličníku manganického, neumožňují exaktně řešit základní požadavky na spolehlivost stanovení, rychlost a ekonomiku rentgenfluorescenční analýzy.

Nedostatky projevující se při aplikaci výše uvedených metodik úzce souvisí s chemickým složením tavicích směsí, které limituje dosažení optimálních podmínek koncentrace a fyzikálních a mechanických vlastností odlitého vzorku (boraxové perly).

Vyšší viskozita taveniny a adheze vůči Pt-náčiní znemožňují kvantitativní převedení taveniny do lící formy a navíc silné povrchové pnutí na rozhraní odlitku a stěny lící formy často způsobují praskání odlitku.

Viskozita taveniny vyžaduje proto vyšší teplotu tavení, která však nepříznivě ovlivňuje životnost Pt-náčiní a zároveň dochází ke snížení spolehlivosti stanovení v důsledku nedefinovatelných ztrát taveniny.

Odstranění těchto nedostatků nebylo dosaženo ani při použití různých slitin Pt-Rh-Au vyvinutých speciálně pro řešení této problematiky.

Uvedené nevýhody odstraňuje tavicí směs oxidických práškových materiálů pro rentgenfluorescenční spektrometrii podle vynálezu, obsahující jako základní složku tetraboritan sodíku popř. lithia, vyznačující se tím, že obsahuje přísadu 11 % hm. fluoridu lithného a 6 % hm. jodičnanu draselného.

Tavicí směs podle vynálezu řeší problematiku odstranění nepříznivých vlivů adheze taveniny vůči Pt-, Pt-Au- a Pt-Rh-Au- náčiní, vysoké viskozity taveniny, zabráňuje tvorbu přesycených roztoků při teplotě tavení a snižuje na minimum povrchové pnutí v průběhu chlazení taveniny.

Zároveň zajišťuje vysokou reprodukovatelnost a homogenitu boraxové perly bez hmotových ztrát a možností použití laboratorních Pt-kelektrů a dosažení mnohonásobného snížení opotřebení Pt-, Pt-Au- nebo Pt-Rh-Au- náčiní.

Tavicí směs zároveň umožňuje rozšířit sortiment analyzovaných vzorků obsahující různé těžkovytavitelné oxidické látky na bázi kysličníku chromického Cr_2O_3 , kysličníku manganického MnO_2 , kysličníku hlinitého Al_2O_3 , kysličníku titaničitého TiO_2 , kysličníku hořečnatého MgO , kysličníku železnatého FeO a kysličníku zirkoničitého ZrO_2 tvořících spinely.

Vzorky se ztrátou žíháním musí být předem vyžehány, aby nedocházelo k nedefinované změně koncentrace taveniny během tavení.

Tavicí směs pro větší množství tavení lze vyrobit laboratorně vytavením tetraboritanu dvojsodného v Pt-misce při teplotě 1050 až 1100 °C a přidáním bezvodého fluoridu lithného ve váhovém poměru 83 % hm. tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ a 11 % hm. fluoridu lithného LiF .

Tavenina se ponechá při teplotě 1100 °C až do vyčerení a pak se vyleje na vodou chlazenou nerezovou misku. Po ochlazení se odlitek rozebere na zrnitost pod 100 μm a přechovává v prachovnici se zabroušenou zátkou. Oxidační složka jodičnan draselný se přidává až po navážce vzorku.

Tavicí směs poskytuje nízkotající a máloviskozni taveninu, schopnou rozpouštět kysličníky kovů a jejich mineralogické sloučeniny v různých váhových poměrech při teplotách

nad 960 °C. Přítomnost alkalických fluoroboritanů v tavicí směsi pozitivně ovlivňuje impregnační vlastnosti taveniny po vychlazení.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Tavicí směs oxidických práškových materiálů pro rentgenfluorescenční spektrometrii na bázi tetraboritanu sodíku popřípadě lithia vyznačující se tím, že obsahuje přísadu 11 % hm. fluoridu lithného LiF a 6 % hm. jodičnanu draselného KIO_3 .