



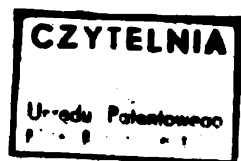
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.05.77 (P. 198504)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 18.12.78

Opis patentowy opublikowano: 30.05.1981



Int. Cl.² G01N 1/28
G01N 23/223

Twórca wynalazku: Franciszek Feret

Uprawniony z patentu: Kombinat Huta im. Lenina, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania próbek proszkowych do analiz rentgenofluorescencyjnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób przygotowywania próbek proszkowych do analiz rentgenofluorescencyjnych materiałów pochodzenia hutniczego i geologicznego, zwłaszcza rud żelaza, spieku aglomeracyjnego, pyłu wielkopiecowego, kamienia wapiennego, dolomitu, żużla, rudy manganowej itp.

Znane z literatury i stosowane w praktyce laboratoryjnej sposoby przygotowywania próbek materiałów proszkowych do analiz rentgenofluorescencyjnych polegają na sprasowaniu sproszkowanego badanego materiału z lepiszczem. Znane są również sposoby polegające na stapianiu próbki materiałowej a następnie jej skruszeniu i sprasowaniu. Sposoby te posiadają szereg wad wyrażających się brakiem możliwości uzyskania dostatecznie spoistych pastylek, są pracochłonne i kosztowne w wykonaniu.

Wprawdzie najpowszechniej stosowana metoda sprasowywania z lepiszczem usuwa częściowo powyższe niedogodności, nie eliminuje jednak zjawiska absorpcji i wtórnej fluorescencji polegającego na wzajemnym oddziaływaniu na siebie promieniowania charakterystycznego dla różnych pierwiastków znajdujących się w stosunkowo dużym stężeniu w próbce. Metody te również z uwagi na ceny stosowanych takich lepiszcz jak: skrobia, azotan potasowy, metylceluloza, bawełna, воск, grafit, węglany sodu, litu itp. są drogie i nie dają należytych wyników pomiarowych. Stosowany bowiem najczęściej stosunek badanego materiału do lepiszcza 1 do 1 i mniej, zmusza do opracowywania tak zwanych wykresów kalibracyjnych, różnych dla każdego gatunku badanego materiału, w miejsce jednego wykresu kalibracyjnego na przykład: dla krzemu we wszystkich

2

rodzajach żużla wielkopiecowego w pełnym zakresie jego występowania. Stan ten powoduje ograniczenia analitycznych możliwości spektrometrów rentgenowskich, których kanały pomiarowe są wykorzystywane w nieoptymalny sposób.

Celem wynalazku jest usunięcie powyżej wykazanych niedogodności przez opracowanie metody wytwarzania próbek proszkowych do analiz rentgenofluorescencyjnych eliminującej powyższe wady.

Według wynalazku do startej i zważonej znanymi metodami pylistej frakcji badanego materiału (wielkość poszczególnych ziarn około 40 μm) dodaje się polichlorku winylu spełniającego rolę lepiszcza, tak by otrzymać stosunek co najmniej jego 5 części wagowych do 1 części badanego materiału, a następnie tak otrzymaną masę po dokładnym wymieszaniu prasuje się na pastylki naciskiem co najmniej 2,5 tony/cm². Otrzymuje się pastylki próbek o dużym uśrednieniu i rozcińczeniu poszczególnych ziarn badanego materiału co zmniejsza oddziaływanie promieniowania pierwiastków na siebie osłabiając szkodliwe zjawisko absorpcji i wtórnej fluorescencji.

Przykład wykonania. Do młynka wprowadza się materiał próby, powodując jego zmielenie i ujednorodnienie. Następnie usuwa się z młynka większość zmielonego materiału pozostawiając w nim część o wadze 7—10 g. Pozostawiony materiał próby poddaje się ponownemu zmieleniu przez okres około 60 sekund otrzymując w końcowym rezultacie frakcję pylistą, której 95% przechodzi przez sito o oczku 40 μm . Z tak otrzymanej frakcji odważa się porcje zależnie

3

od rodzaju materiału, a następnie doważa do nich ilości polichlorku winylu przykładowo według tabeli.

T a b e l a

Badany materiał	Waga badanego materiału w (g)	Waga lepiszcza w (g)
Ruda żelaza	1	8
Spiek	1	9
Pył wielkopiecowy	1	8
Kamień wapienny	1	7
Dolomit	1	7
Żużel	1	7
Ruda manganowa	1	9

Uzyskaną masę miesza się w mieszalniku, a następnie prasuje w pastylki naciskiem co najmniej 2,5 tony/cm²

4

przez okres około 10 sekund. Otrzymana pastylka nadaje się do analizy rentgenofluorescencyjnej.

Sposób wytwarzania próbek proszkowych do analiz rentgenofluorescencyjnych według wynalazku może być stosowany również w badaniach analitycznych innych materiałów i daje znaczne efekty w zakresie lepszego wykorzystania spektrometrów i dokładności pomiarów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania próbek proszkowych do rentgenofluorescencyjnych analiz składu chemicznego polegający na wymieszaniu rozdrobnionej frakcji badanego materiału z lepiszczem i sprasowaniu w pastylkę, **znamienny tym**, że jako lepiszcze stosuje się polichlorek winylu w stosunku co najmniej 5 części wagowych polichlorku winylu do 1 części badanego materiału, a przy formowaniu pastylek stosuje się nacisk co najmniej 2,5 tony/cm².