



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

171335

Int. Cl.²
G 21 K 3/00

Přihlášeno 23. XI. 1970 (PV 7873-70)

Zveřejněno 27. II. 1976

Vydáno 15. II. 1978

MDT
543.426

Autor vynálezu RNDr. EMIL HAVRÁNEK a RNDr. ALENA BUMBÁLOVÁ, BRATISLAVA

Způsob výroby Rossových diferenciálních filtrů pro selekci charakteristického záření stanovovaného prvku

1

Předmětem vynálezu je nová výrobní technika přípravy Rossových diferenciálních filtrů, umožňujících selekci charakteristického záření stanovovaného prvku při radioizotopové rentgenofluorescenční analýze.

Dosud nejčastěji používané Rossovy diferenciální filtry jsou připravovány válcováním prvků kovových, snadno válcovatelných 10 až 12, přičemž jejich sortiment nepokrývá potřebu filtrů pro stanovení prvků v rozsahu periodické soustavy. Z omezeného množství prvků se filtry připravují elektrolytickým nebo vakuovým nanášením. Částečně je tento nedostatek odstraněn zaléváním nebo zapouzdřením práškových prvků, kysličníků a solí do vhodných materiálů, jako jsou epoxidové pryskyřice, parafin, kolodium, karboxymethylcelulóza, fólie z umělých hmot aj. Zvolené dvojice filtrů je nutno pro vlastní stanovení vyvážit tak, aby absorpce mimo propustné pásmo byla pro oba filtry shodná. Vyvažování se provádí výběrem z řady připravených dvojic filtrů, dále broušením a leptáním kovových filtrů kyseliny — chlorovodíkovou, fluorovodíkovou, sírovou, dusičnou.

Uvedené metody nezaručují přípravu filtrů s reprodukovatelnými vlastnostmi. Nejčastěji se vyskytující těžkosti jsou: sedimentace, nedostatečná homogenita, špatné me-

2

chanické vlastnosti, změna tvaru a objemu při tuhnutí, deformace tvaru při větším kolísání teploty, obtíže při vyvažování filtrů aj. Žádná z výše uvedených metod přípravy není použitelná pro všechny potřebné prvky a jejich kysličníky.

Uvedené nedostatky jsou odstraněny přípravou Rossových diferenciálních filtrů lisováním práškových prvků, kysličníků a sloučenin, obsahujících dostatečnou koncentraci požadovaného prvku, s plnivem. Vlastnosti filtrů lze ovlivnit přidáním pomocných látek do lisované směsi a úpravou povrchu filtru fixačními činidly.

Vypracovaná metoda přípravy Rossových diferenciálních filtrů z práškových prvků, kysličníků a jiných sloučenin lisováním s vhodným plnivem je jednoduchá, rychlá a lze ji použít k přípravě filtrů z prvků v celém rozsahu periodické soustavy v minimálním čase podle okamžité potřeby. Problémy s vyvažováním filtrů u dříve používaných výrobních postupů — speciální zařízení na broušení, doba potřebná k leptání — jsou odstraněny možností přesného navažování filtrujícího prvku do lisované směsi; přesné vyvážení se pak provádí zvýšením nebo snížením obsahu filtrujícího prvku. Přesným navažováním je zaručena možnost přípravy celé řady filtrů s naprosto shodnými vlast-

nostmi. Výsledek selekce fluorescenčního záření analyzovaného prvku je možno příznivě ovlivnit i účinnou tloušťkou použitých filtrů tak, že podle potřeby se zvýší nebo sníží obsah plniva nebo pomocných látek.

Na připojených obrázcích je na obr. 1 zakreslen průběh spekter, získaných měřeními dvojicí filtrů cín a kadmium, vedle rozdílového spektra pro 2 % jodu ve vzorku, přičemž na osu x se nanášejí hodnoty energie v jednotkách přístroje a na osu y početnost impulsů za časovou jednotku a na obr. 2 je zakreslena závislost zevšeobecněné citlivosti na koncentraci jodu ve vzorcích s obsahem bromu 0 a 15 % pro dvojici filtrů cín a kadmium, lisovaných z kysličníků kademnatého a ciničitého — plná čára, a pro filtry cín a kadmium ve formě kovových fólií připravených válcováním — přerušovaná čára, přičemž na osu x se nanáší koncentrace jodu v % a na osu y hodnoty zevšeobecněné citlivosti podle vztahu $S^* = S \cdot Q - 1 / Q^2 + 1$, kde S je citlivost, daná změnou měřeného signálu ke změně váhového zlomku, a Q je poměr propustnosti horního a dolního filtru.

Za účelem porovnání níže popsané výroby Rossových diferenciálních filtrů lisováním s filtry vyrobenými válcováním byl vybrán konkrétní případ stanovení jodu v matrici s měnícím se obsahem bromu; k selekci záření jodu byla použita dvojice filtrů cín a kadmium. Filtry byly vyrobeny tak, že vypočítané množství kysličníku kademnatého — 1,4145 g, tj. 1,2384 g kadmia, a kysličníku ciničitého — 1,2512 g, tj. 0,9855 g cínu, bylo zhomogenizováno s plnivem, kterým v našem případě byl škrob. Množství škrobu se navažovalo tak, aby celková váha připrave-

ného filtru byla 2,5 g. Důkladně zhomogenizovaná směs kysličníky + škrob se lisovala pod tlakem 500 kg/cm². Průměr vyrobeného filtru byl 3 cm. Povrch filtrů je chráněn proti vzdušné vlhkosti, otěru povrchu a jiným vlivům prostředí a současně zpevněn chloroformovým roztokem polystyrenu. Škrob jako látka obsahující prvky s nízkým atomovým číslem — uhlík, vodík a kyslík — neovlivňuje podstatně výsledek rentgenofluorescenční analýzy kromě toho zastává funkci plniva a pojiva ve filtrech. Filtry připravené lisováním z kysličníků s plnivem poskytují obdobné výsledky jako filtry připravené válcováním a mají proti nim širší možnosti uplatnění, zvláště pro oblast prvků nekovových a prvků těžce válcovatelných. Náklady na výrobu filtrů jsou dány v podstatě cenou kysličníků nebo jiných sloučenin, které jsou v dostatečné čistotě mnohem dostupnější než čisté kovové fólie.

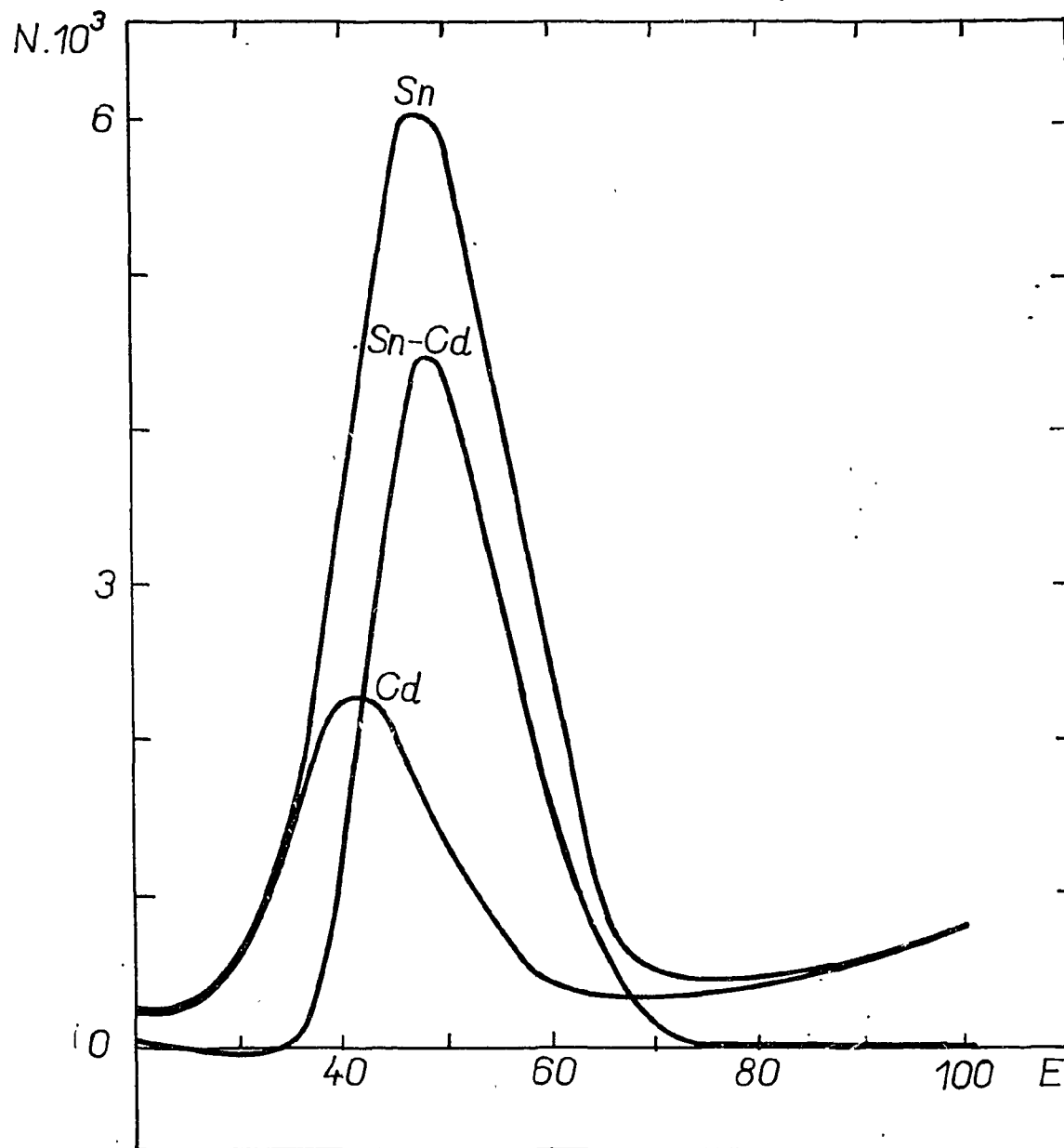
Použití radioizotopové rentgenofluorescenční analýzy se selekcí charakteristického záření stanovovaného prvku pomocí dvojice Rossových diferenciálních filtrů nabývá velkého rozšíření, hlavně v poslední době ve spojení s konstrukcí přenosných radiometrických analyzátorů. Filtry připravené lisováním s plnivem rozšiřují možnost aplikace této metody i na stanovení těch prvků, pro které dosud neexistovala vhodná dvojice filtrů, připravená dříve uvedenými výrobními postupy. Dalším přínosem je i rychlá příprava těchto filtrů při jejich případném porušení nebo rozbití. Největší význam má tato metoda hlavně v mezioperační a výstupní kontrole a všude tam, kde je nutno provádět větší série analýz.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby Rossových diferenciálních filtrů pro selekci charakteristického záření stanovovaného prvku, vyznačený tím, že se práškový prvek, například kadmium nebo cín, jeho kysličníky, například kysličník kademnatý nebo ciničitý, nebo jiné sloučeniny, například čistá substance kyseliny 3,5-diacetamido-2,4,6-trijodbenzoové pro výrobu jodového filtru, o dostatečné koncentraci požadovaného prvku 50 až 100 %, se lisují pod tlakem 500 až 2000 kg/cm² s práš-

kovanými plnivy, například laktózou, glukózou, manitolem, fosforečnany vápenatými, celulózou nebo škroby, a popřípadě s pomocnými látkami, například talkem, stearanem vápenatým a stearanem hořečnatým, koloidní kyselinou křemičitou, polyetylen-glykoly, popřípadě polymery kyseliny akrylové, přičemž se povrch filtru zpracuje fixačním činidlem, například chloroformovým roztokem polystyrenu.

2 listy výkresů



Obr. 1

