



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 287 262 4

(22) 24.02.86

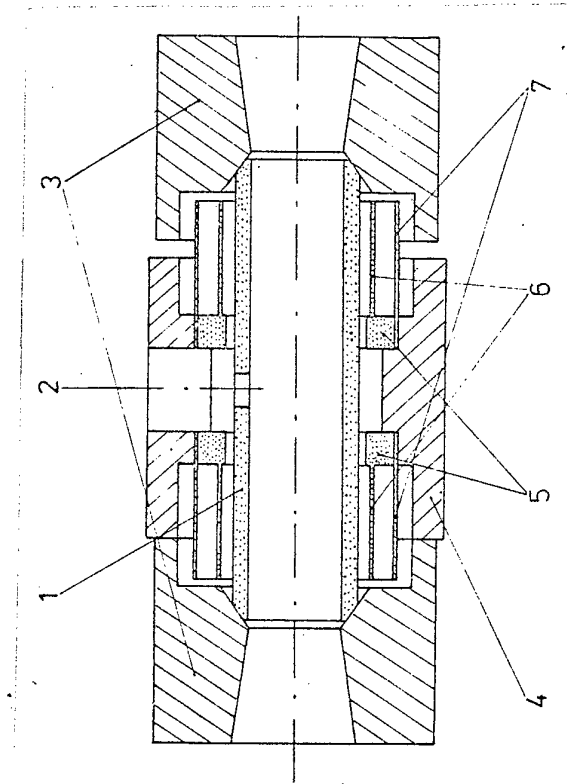
(44) 24.06.87

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1080 Berlin, Otto-Nuschke-Straße 22/23, DD

(72) Falk, Heinz, Prof. Dr. sc. Dipl.-Phys., DD

(54) Vorrichtung zur elektrothermischen Atomisierung einer Analysenprobe

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur elektrothermischen Atomisierung von Analysenproben im Atomisatorkörper eines elektrothermischen Atomisators. Sie ist anwendbar in der Atom-spektroskopie. Ziel der Erfindung ist es, mit minimal aufzuwendender elektrischer Leistung eine höchstmögliche und weitgehend konstante Temperatur des Atomisatorkörpers in kurzer Aufheizzeit zu erreichen. Die Aufgabe besteht darin, ein den Atomisatorkörper umgebendes Strahlungsschutzsystem derart auszubilden, daß über die rückgestrahlte Leistung diejenigen Energieverluste des Atomisatorkörpers, welche zu einer inhomogenen Temperaturverteilung führen, möglichst vollständig kompensiert werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Strahlungsschutzsystem aus zwei Teilen besteht, die nur die Bereiche des Atomisatorkörpers (1) umgeben, welche an die gekühlten Halterungen (3) angrenzen, jedoch den Mittelteil freilassen, der von einer gekühlten Wand (4) des Atomisators mit Abstand umgeben ist. Dabei beträgt das Verhältnis von abgeschirmter zu ungeschirmter Oberfläche des Atomisatorkörpers (1) etwa zwischen 1 und 2. Das Strahlungsschutzsystem kann aus einem oder mehreren konzentrisch zueinander angeordneten zweiteiligen Schutzschirmen (6; 7) bestehen, die von Tragrings (5) gehalten werden, welche mit der gekühlten Wand (4) des Atomisators thermisch leitend verbunden und dem Mittelteil des Atomisatorkörpers (1) zugewandt sind. Figur



Erfindungsanspruch:

1. Vorrichtung zur elektrothermischen Atomisierung von Analysenproben, die einen innerhalb eines Atomisators angeordneten Atomisatorkörper zur Aufnahme der Analysenprobe und ein den Atomisatorkörper mit Abstand umgebendes Strahlungsschutzsystem aufweist, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Strahlungsschutzsystem aus zwei Teilen besteht, die nur die Bereiche des Atomisatorkörpers (1) umgeben, welche an die gekühlten Halterungen (3) angrenzen, jedoch den Mittelteil freilassen, der von einer gekühlten Wand (4) des Atomisators mit Abstand umgeben ist, wobei das Verhältnis von abgeschirmter zu ungeschirmter Oberfläche des Atomisatorkörpers (1) etwa zwischen 1 und 2 beträgt.
2. Vorrichtung nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der jeweils an den Atomisatorkörper (1) angrenzende Schutzschirm (6) aus dem gleichen Material wie der Atomisatorkörper (1) besteht.
3. Vorrichtung nach Punkt 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Schutzschirm (6) zusätzlich von einem metallischen Reflektor (7) mit Abstand umgeben ist.
4. Vorrichtung nach Punkt 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß Schutzschirm (6) und Reflektor (7) jeweils einseitig auf einem gemeinsamen, dem Mittelteil des Atomisatorkörpers (1) zugewandten Tragring (5) befestigt sind.
5. Vorrichtung nach Punkt 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Tragringe (5) mit einer gekühlten Wand (4) des Atomisators in thermischem Kontakt stehen und ihr Innendurchmesser wenig größer als der Außendurchmesser des Atomisatorkörpers (1) ist, derart, daß Ringspalte gebildet sind für den Durchtritt eines von den Enden des Atomisatorkörpers (1) her eingeleiteten Schutzgasstromes.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur elektrothermischen Atomisierung von Analysenproben in einem Atomisatorkörper und ist in der Atomspektroskopie anwendbar.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Vorrichtungen zur elektrothermischen Atomisierung von Analysenproben sind an sich bekannt. Sie bestehen im wesentlichen aus einem Atomisatorkörper, in den meisten Fällen als Graphitrohr ausgebildet, der in einer Schutzgasatmosphäre innerhalb eines elektrothermischen Atomisators angeordnet ist. Mit Hilfe elektrothermischer Erhitzung wird die Analysenprobe atomisiert. Die Atome können anschließend optisch nachgewiesen werden. Die zur Aufheizung erforderliche elektrische Leistung wird wesentlich durch die Energieverluste des Atomisatorkörpers infolge thermischer Abstrahlung bestimmt.

Es ist bereits bekannt, zur Verminderung von Abstrahlungsverlusten den Atomisatorkörper mit einem oder mehreren Schutzmänteln zu umgeben. Die Wirkung derartiger Strahlungsschutzsysteme beruht auf der Rückstrahlung infolge Reflexion vom Schutzsystem bzw. der durch die Abstrahlung des Atomisatorkörpers erfolgten Erwärmung des Schutzsystems.

Bei einer bekannten Vorrichtung zur Atomisierung einer Probe für die flammenlose Atomabsorptions-Spektroskopie sind die der Probe bzw. Atomwolke abgewandten Oberflächen des Atomisatorkörpers von wenigstens einem strahlungsabsorbierenden, eine geringe Wärmeableitung aufweisenden Schutzmantel umgeben (DE-AS 2219594, G01 N, 21/54). Der Schutzmantel kann aus einem massiven Rohr oder aus einem porösen Material, beispielsweise poröser Kohle, bestehen.

Bekannt ist auch eine andere Vorrichtung zur flammenlosen Atomisierung einer Analysenprobe mit Strahlungsschutzsystem (DD-PS 151 224, G01 N, 21/74). Als Schutzmantel ist ein Reflektor mit hohem Reflexionsvermögen sowie geringer Wärmeableitung und Wärmekapazität eingesetzt. Zwischen dem Atomisatorkörper und dem Reflektor, den Atomisatorkörper mit Abstand umgebend, ist ein Schutzschirm mit geringer Wärmeableitung und Wärmekapazität aus dem gleichen Material wie der Atomisatorkörper angeordnet.

Bei den genannten Vorrichtungen umgibt das Strahlungsschutzsystem den Atomisatorkörper über dessen gesamte Länge, lediglich die Dosieröffnung freigebend.

Ein wesentlicher Nachteil bekannter Atomisatoren besteht in deren inhomogener Temperaturverteilung. Die höhere Temperatur in der Mitte des Atomisatorkörpers, wo sich die Analysenprobe befindet, relativ zu dessen durch Kontakte gekühlten Enden führt dort zur Kondensation von Probeatomen und Matrixeffekten infolge unerwünschter Gasphasenreaktionen.

Es sind verschiedene Varianten von Vorrichtungen bekannt, bei denen zur Erzielung einer konstanten Temperatur über die Länge des Atomisatorkörpers dieser in der Nähe seiner Kontakte eine verminderte Leitfähigkeit aufweist (DE-AS 2323774, G01 N, 21/54).

Diese Atomisatoren besitzen den generellen Nachteil, daß in den Bereichen niedrigerer Leitfähigkeit während des schnellen Aufheizvorganges eine starke Überhitzung auftritt. Das führt zu einer Herabsetzung der Maximaltemperatur am Ort der Probe oder zur vorzeitigen Zerstörung des Atomisators in den Bereichen niedrigerer Leitfähigkeit.

Die Anordnung von Strahlungs-Schutzschirmen der vorstehend beschriebenen Art trägt zu einer zusätzlichen Erhöhung der Mittltemperatur des Atomisatorkörpers bei, da dort auch der Schutzschirm maximale Temperatur und mithin höchste Wirksamkeit aufweist.

Eine weitere Einschränkung der Anwendbarkeit bekannter Strahlungsschutzsysteme besteht darin, daß diese der Dosieröffnung des Atomisatorkörpers nahekommen, wodurch Kontaminationen mit Probendämpfen unvermeidlich sind. Diese können eine Veränderung des Reflexionsvermögens oder Korrosion des Schirmes und damit unbefriedigende Langzeitkonstanz zur Folge haben.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Temperatur des Atomisatorkörpers eines elektrothermischen Atomisators für die Atomspektroskopie während der Aufheiz- und Haltephase möglichst isotrop bei minimalem Leistungsbedarf zu gestalten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein den Atomisatorkörper umgebendes Strahlungsschutzsystem derart auszubilden, daß die Abschirmwirkung auf denjenigen Teil des Atomisatorkörpers beschränkt ist, welcher Energieverluste durch Wärmeableitung zu den gekühlten Kontakten aufweist. Gleichzeitig sollen eine Verminderung der für eine Zieltemperatur erforderlichen elektrischen Leistung, eine geringere zeitliche Verzögerung der Abschirmwirkung und eine befriedigende Langzeitkonstanz der Anordnung erreicht werden.

Die Aufgabe wird bei einer Vorrichtung zur elektrothermischen Atomisierung von Analysenproben, die einen innerhalb eines Atomisators angeordneten Atomisatorkörper zur Aufnahme der Analysenprobe aufweist, erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Strahlungsschutzsystem aus zwei Teilen besteht, die nur die Bereiche des Atomisatorkörpers umgeben, welche an die gekühlten Halterungen angrenzen, jedoch den Mittelteil freilassen, der von einer gekühlten Wand des Atomisators mit Abstand umgeben ist. Dabei beträgt das Verhältnis von abgeschirmter zu unabgeschirmter Oberfläche des Atomisatorkörpers etwa zwischen 1 und 2.

Es ist zweckmäßig, den jeweils an den Atomisatorkörper angrenzenden Schutzschirm des zweiteiligen Strahlungsschutzsystems als dünnwandigen, den Atomisatorkörper in geringem Abstand konzentrisch umgebenden Zylinder aus gleichem Material auszubilden.

Von Vorteil ist die Anordnung eines zusätzlichen, als Reflektor dienenden dünnwandigen Zylinders aus einem Material mit hohem Reflexionsvermögen, in der Regel aus Metall, konzentrisch und mit Abstand zum erstgenannten Schutzschirm.

Das Strahlungsschutzsystem kann auch aus jeweils einem oder mehr als zwei zylindrischen Schirmen bestehen.

Die Isotropie der Temperatur des Atomisatorkörpers kann weiter dadurch verbessert werden, daß die Halterung der konzentrischen Abschirmung(en) einseitig an jeweils einem Tragring erfolgt, welcher mit der gekühlten Wand des Atomisators thermisch leitend verbunden und dem Mittelteil des Atomisatorkörpers zugewandt ist. Der Innendurchmesser der Tragringe ist wenig größer als der Außendurchmesser des Atomisatorkörpers, derart, daß Ringspalte gebildet sind für den Durchtritt eines von den Enden des Atomisatorkörpers her eingeleiteten Schutzgasstromes. Eine solche Ausgestaltung gestattet einerseits den Zugang zu der Dosieröffnung des Atomisatorkörpers und schützt andererseits die Abschirmungen vor der Kontamination mit Probendämpfen, was durch den Schutzgasstrom entlang den Abschirmungen unterstützt wird.

Auf Grund der bekannten Wirkung von Strahlungsschirmen ist zunächst zu erwarten, daß ein Einfluß auf die Temperaturverteilung des Atomisatorkörpers im Temperaturbereich unterhalb 1000°C gering ist. Weiterhin wird die Temperatur des inneren Schutzschirmes auf Grund seiner Wärmekapazität mit einer gewissen Verzögerung gegenüber der Temperatur des Atomisatorkörpers während eines schnellen Aufheizprozesses ansteigen. Diese Tatsachen legen nahe, daß die erfindungsgemäße Anordnung die Ausbildung einer anisotropen Temperaturverteilung während der für die analytische Anwendung wichtigen schnellen Aufheizung nicht verhindern kann.

Eine derartige Schlußfolgerung ist jedoch nicht gerechtfertigt, da inzwischen nachgewiesen werden konnte, daß beim schnellen Aufheizen zunächst die Anfangstemperaturverteilung erhalten bleibt und sich erst nach Beendigung des schnellen Temperaturanstieges die Anisotropie herausbildet.

Das erfindungsgemäße Strahlungsschutzsystem verhindert somit die Herausbildung der Anisotropie nach Erreichen der Endtemperatur des Atomisatorkörpers und sichert gleichzeitig, daß auch bei extrem schneller Aufheizung kein Teil des Atomisatorkörpers überhitzt wird.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. Die zugehörige Zeichnung zeigt eine erfindungsgemäß ausgebildete Vorrichtung im Schnitt.

Der Atomisatorkörper 1 ist ein Graphitrohr, das mit einer Dosieröffnung 2 versehen ist. Er ist beidseitig in gekühlten Halterungen 3 eingespannt. Beiderseits des Mittelteils des Atomisatorkörpers 1 ist jeweils ein Tragring 5 aus Graphit in thermischem Kontakt mit einer rohrförmigen gekühlten Wand 4 des Atomisators angeordnet. Jeder Tragring 5 besitzt einen zu den Enden des Atomisatorkörpers 1 sich erstreckenden dünnwandigen zylindrischen Fortsatz, der den inneren Schutzschirm 6 bildet.

Bei der in der Zeichnung dargestellten Ausführungsform des Atomisators ist zwischen der Umfangsfläche des Tragringes 5 und einer Innenfläche der gekühlten Wand 4 ein als Reflektor 7 dienendes dünnwandiges Metallrohr, z. B. aus Wolfram aufgenommen. Der thermische Kontakt zwischen Tragring 5 und gekühlter Wand 4 erfolgt also hier über die Reflektorwand. Die Tragringe 5 können aber auch in die rohrförmige gekühlte Wand 4 eingedrückt sein und so direkten Kontakt mit ihr haben. Der Reflektor 7 ist dann jeweils in einer Stirnmitte des Tragringes 5 aufgenommen.

Innerer Schutzschirm 6 und Reflektor 7 besitzen ausschließlich Kontakt mit dem jeweiligen Tragring 5. Durch die Halterung 3 kann ein Schutzgasstrom eingeführt werden, der verhindert, daß Probendämpfe durch den Ringspalt zwischen Atomisatorkörper 1 und Tragring 5 hindurchtreten können.

Das erfindungsgemäß ausgebildete Strahlungsschutzsystem bewirkt, daß mehr als 50% der abgestrahlten Leistung dem Atomisatorkörper 1 in seinen Endbereichen wieder zugeführt werden. Auf Grund der Kühlung der Tragringe 5 und der damit verbundenen Energieverluste des Schutzschirmes 6 nimmt dessen Wirkung in Richtung der Enden des Atomisatorkörpers 1 zu. Innerer Schutzschirm 6 und Reflektor 7 sollten einen möglichst geringen Abstand zum Atomisatorkörper 1 haben, um ihre Wärmekapazität gering zu halten.

