



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäÙ § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1572 80

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 21/74

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2283 654

(22) 17.03.81

(44) 27.10.82

(71) ADW DER DDR, BERLIN;DD;

(72) FALK, HEINZ, PROF. DR. SC. DIPL.-PHYS.;DD;

(73) siehe (72)

(74) ADW DER DDR, ZI F. OPTIK U. SPEKTROSKOPIE, PATENTBUERO, 1199 BERLIN, RUDOWER
CHAUSSEE 5

(54) ELEKTROTHERMISCHER ATOMISATOR FUER DIE ATOMSPEKTROMETRIE

(57)Ziel und Aufgabe bestehen darin, zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit und Nachweisempfindlichkeit bei atomspektrometrischen Untersuchungen von Proben mit hohem Matrixanteil den Atomisator so auszubilden, daß das Probenmaterial reproduzierbar verdampft und eine dichte und eng lokalisierte Atomwolke im Inneren des Atomisators bildet. Der elektrothermische Atomisator besteht aus zwei rohrfoermigen Abschnitten und einem zwischen diesen liegenden erweiterten rotationssymmetrischen, ein Probenvolumen aufweisenden Abschnitt. Der erweiterte rotationssymmetrische Abschnitt ist in mindestens einen der rohrfoermigen Abschnitte loesbar eingepaßt. Das Probenvolumen ist von einem der eingepaßten rohrfoermigen Abschnitte bis auf einen Ringspalt gegenueber dem Atomisatorinneren abgeschlossen. Der Ringspalt kann stufenfoermig verlaufen und die Enden der rohrfoermigen Abschnitte koennen mit einer Kugelzone versehen sein. Der aus Graphit bestehende Atomisator weist in den Endbereichen der rohrfoermigen Abschnitte mindestens eine radiale Durchgangsbohrung auf. Auch im erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitt kann eine radiale Durchgangsbohrung vorgesehen sein. -Figur-

228365 4

Prof. Dr. sc. Heinz Falk

Berlin, 26. 02. 1981

Zustellungsbevollmächtigt:

Akademie der Wissenschaften der DDR
Zentralinstitut für Optik und
Spektroskopie - Patentbüro
1199 Berlin-Adlershof, Rudower Chaussee 5

Elektrothermischer Atomisator für die Atomspektrometrie

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen elektrothermischen Atomisator zur Atomisierung einer Analysenprobe. Der Atomisator ist sowohl bei atomabsorptionsspektroskopischen als auch bei emissionsspektralanalytischen Untersuchungen anwendbar.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind eine Reihe verschiedener Vorrichtungen zur Atomisierung einer Analysenprobe bekannt. Der in diesen Vorrichtungen erzeugte Probendampf enthält Atome, die mit Methoden der Atomspektrometrie nachweisbar sind. Die bekannten Atomisatoren sind vorzugsweise rohrförmig mit glatten Innenwänden ausgebildet, um einen ungehinderten

Durchtritt von Strahlung bei einer Absorptionsmessung bzw. einen Austritt einer Atomemission ohne störende Untergrundstrahlung von den erhitzten Atomisatorteilen zu ermöglichen (z.B. DE-AS 2 006 032, G 01 N, 21/54).

Bei einem anderen bekannten Atomisator ist mindestens ein Teil der Rohrrinnenfläche mit Rillen versehen, die im wesentlichen quer zur Rohrachse verlaufen, um eine Ausbreitung der Probe in Längsrichtung des Rohres zu behindern und in Umfangsrichtung zu fördern

(DE-AS 2 323 774, G 01 N, 21/54).

Eine weitere bekannte Lösung sieht vor, einen einstückigen Atomisator mit einem einseitig angesetzten Vorsprung zu versehen, der eine Ausnehmung in seinem Inneren zur Aufnahme der Probe aufweist. Dieser Probenaufnahmeabschnitt ermöglicht einen geringeren elektrischen Widerstand und weist eine niedrigere Temperatur auf als benachbarte Teile des Atomisators an deren Umfang.

(DE-OS 2 713 637, G 01 N, 21/54).

Durch die beiden letztgenannten Lösungen werden die Nachteile verringert, daß sich gut benetzende Proben zu den kälteren Rohrenden ausbreiten bzw. sich atomarer Dampf an der Wandoberfläche in der Nähe des Probenaufnahmeabschnitts kondensiert oder rekombiniert.

Ein Nachteil der Lösungen besteht jedoch darin, daß bei der Analyse biologischer Proben, welche in der Trocknungsphase undefiniert aufschäumen und sich im Rohr ausbreiten, keine befriedigenden Analysenergebnisse zu erhalten sind. Noch ernsthaftere Störungen ergeben sich bei der Analyse von Festproben, wie Pulver oder Partikel, da diese durch Gasströme und den Verdampfungsvorgang selbst in unreproduzierbarer Weise im Rohr verteilt werden.

Bekannt ist auch, in das Atomisatorrohr außerhalb des Strahlenbündels zusätzlich einen Probenträger einzubringen

(DE-OS 2 924 123, G 01 N, 21/74).

Auch für diese Lösung gelten die oben aufgeführten Nachteile. Außerdem ist für eine Atomisierung mit gleichzeitiger athermischer Anregung zur Erzeugung eines spezifischen Emissionssignals

(DD-WP 143 178, G 01 J, 3/00)

ein derartiger Probenträger nicht geeignet, da durch diesen die Symmetrie für die Gasentladung gestört und eine definierte Anregung nicht möglich ist. Die gleiche Wirkung besitzen auch im Atomisator befindliche Partikel, welche als Rückstände von Festproben oder biologischen Material auftreten können.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Reproduzierbarkeit und Nachweisempfindlichkeit bei atomspektrometrischen Untersuchungen von Proben mit hohem Matrixanteil, insbesondere von Festproben, zu verbessern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, den elektrothermischen Atomisator so auszubilden, daß das Probenmaterial reproduzierbar verdampft und eine dichte und eng lokalisierte Atomwolke im Inneren des Atomisators bildet.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß der elektrothermische Atomisator aus zwei rohrförmigen Abschnitten und einen zwischen diesen liegenden erweiterten rotationssymmetrischen, ein Probenvolumen aufweisenden Abschnitt besteht und daß das Probenvolumen des erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitts bis auf einen Ringspalt gegenüber dem Inneren des Atomisators abgeschlossen ist. Vorteilhaft sind die Abschnitte so verbunden, daß in den erweiterten rotationssymmetrischen, das Probenvolumen aufweisenden Abschnitt mindestens einer der rohrförmigen Abschnitte lösbar eingepaßt ist. Das Probenvolumen des er-

weiterten rotationssymmetrischen Abschnitts ist von mindestens einem der eingepaßten rohrförmigen Abschnitte bis auf den Ringspalt gegenüber dem Inneren des Atomisators abgeschlossen.

Unter lösbarer Einpassung ist eine Spielpassung zu verstehen, bei der sich die Paßteile von Hand gegeneinander verschieben lassen. Ein Teil des Ringvolumens dient zur Aufnahme der Probe. Der von der Probe abgegebene Dampf gelangt durch den Ringspalt in das Innere des Atomisators und breitet sich zu den Enden hin aus. Zum Austritt des Probendampfes können in den Endbereichen der rohrförmigen Abschnitte radiale Durchgangsbohrungen vorgesehen sein. Der Ringspalt zwischen dem Probenvolumen und dem Atomisatorinneren kann ausreichend eng gewählt werden, so daß ein Eindringen einer eventuell vorhandenen Gasentladung in den Spalt vermieden wird. Um einen Durchtritt von nicht verdampften Probenbestandteilen zu verhindern, kann der Ringspalt außerdem einen stufenförmigen Verlauf aufweisen. Zum Einbringen der Probe wird die Steckverbindung zwischen dem erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitt und dem rohrförmigen Abschnitt gelöst, so daß das Probenvolumen frei zugänglich ist. Die Probe kann auch durch eine radiale Bohrung im erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitt eingebracht werden, wobei dann aber ein Empfindlichkeitsverlust in Kauf genommen werden muß.

Der Heizstrom fließt durch die rohrförmigen Abschnitte, deren äußeres Ende vorteilhaft mit einer Kugelzone versehen ist, und über den erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitt. Alle Abschnitte bestehen aus Graphit. Zur Erzielung einer weitgehend konstanten Temperatur über die Länge des Atomisators ist die Wandstärke des erweiterten, rotationssymmetrischen Abschnitts so zu verringern, daß die pro Oberflächenelement erzeugte elektrische Leistung K_L konstant ist, was durch Einhaltung der Bedingung

$$K_L = d_2 \cdot (d_2^2 - d_1^2) = \text{const.} \quad (1)$$

gewährleistet ist, wobei d_1 der innere Durchmesser und d_2 der äußere Durchmesser der rohrförmigen Abschnitte bzw. des erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitts des Atomisators bedeuten.

Es erweist sich als vorteilhaft, Mittel zur Einstellung verschiedener Gasdurchsätze durch das Atomisatorinnere vorzusehen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung ist der erfindungsgemäße Atomisator im Schnitt dargestellt. Der Atomisator besteht aus den rohrförmigen Abschnitten 1 und 2. Zwischen diesen Abschnitten liegt der erweiterte rotationssymmetrische, das Ringvolumen 3 aufweisende Abschnitt 4. Der Abschnitt 4 ist einstückig mit dem Abschnitt 1 und mittels der Spielpassung 5 von Hand lösbar mit dem Abschnitt 2 verbunden. Ein Heizstrom wird den äußeren Enden der Abschnitte 1 und 2 zugeführt. Diese äußeren Enden weisen, wie bereits vorgeschlagen wurde (WP G 01 N/222 714), Kugelzonen 6 auf, die als Kontaktfläche zur Zuführung des Heizstroms und zur Halterung des Atomisators dienen. Der Heizstrom durchfließt auch den Abschnitt 4. Durch die Erhitzung wird die sich im Ringvolumen 3 befindliche Probe 7 verdampft. Der Probendampf strömt durch den stufenförmigen Ringspalt 8 in das Atomisatorinnere 9. Durch einen von den Enden her durch das Atomisatorinnere fließenden Gasstrom wird insbesondere während der Trocknungs- und Veraschungsphase der Probendampf durch die Bohrung 10 nach außen abgeführt. Die Wandstärke des Abschnitts 4 ist zur Erreichung einer konstanten Temperatur so gewählt, daß über die gesamte Atomisatorlänge die Bedingung (1) erfüllt ist. Wird in Abhängigkeit vom analytischen Problem im Bereich des Probenvolumens 3 eine höhere bzw. niedrigere Temperatur verlangt als in den sich anschließenden rohrförmigen Ab-

schnitten, so muß die pro Oberflächenelement der rohrförmigen Abschnitte erzeugte elektrische Leistung K_L kleiner bzw. größer sein als die pro Oberflächenelement des erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitts 4 erzeugte Leistung. Unter Beachtung der Bedingungen für die elektrische Leistung und der mechanischen Stabilität des Atomisatormaterials Graphit kann die Größe des Probenvolumens frei gewählt werden.

Aus fertigungstechnischen Gründen kann es zweckmäßig sein, den Abschnitt 4 mit beiden rohrförmigen Abschnitten 1 und 2 mittels einer Passung lösbar zu verbinden. Statt der zylindrischen Spielpassung können auch andere Mittel zur lösbaren Verbindung der Atomisatorabschnitte vorgesehen werden, beispielsweise eine konische Ausbildung der tragenden Flächen. Auf Grund der Tatsache, daß die Probe in einem relativ abgeschlossenen Volumen außerhalb des Atomisatorinneren getrocknet, verascht und atomisiert wird, werden, insbesondere bei Proben mit Fremdstoffmatrix, biologischen und festen Proben, genauere Analysenergebnisse bei verbesserter Reproduzierbarkeit erzielt. Desweiteren erweist sich der erfindungsgemäße Atomisator auch bei emissionsspektralanalytischen Untersuchungen als vorteilhaft, da die Symmetrie für die Gasentladung durch keinerlei Störung beeinflußt wird.

Erfindungsanspruch

1. Elektrothermischer Atomisator für die Atomspektrometrie, gekennzeichnet dadurch, daß dieser aus zwei rohrförmigen Abschnitten und einen zwischen diesen liegenden erweiterten rotationssymmetrischen, ein Probenvolumen aufweisenden Abschnitt besteht und daß das Probenvolumen des erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitts bis auf einen Ringspalt gegenüber dem Inneren des Atomisators abgeschlossen ist.
2. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß in den erweiterten rotationssymmetrischen, das Probenvolumen aufweisenden Abschnitt mindestens einer der rohrförmigen Abschnitte lösbar eingepaßt ist und daß das Probenvolumen des erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitts von mindestens einem der eingepaßten rohrförmigen Abschnitte bis auf den Ringspalt gegenüber dem Inneren des Atomisators abgeschlossen ist.
3. Atomisator nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß der Ringspalt einen stufenförmigen Verlauf aufweist.
4. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die äußeren Enden der rohrförmigen Abschnitte mit einer Kugelzone versehen sind.
5. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß in den Endbereichen der rohrförmigen Abschnitte mindestens eine radiale Durchgangsbohrung vorgesehen ist.

6. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß dieser aus Graphit besteht.

7. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß im erweiterten rotationssymmetrischen Abschnitt eine radiale Durchgangsbohrung vorgesehen ist.

8. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Wandstärke des erweiterten rotations-symmetrischen Abschnitts durch die Bedingung

$$d_2 \cdot (d_2^2 - d_1^2) = \text{const.}$$

gegeben ist, wobei d_1 der innere Durchmesser und d_2 der äußere Durchmesser des erweiterten rotations-symmetrischen Abschnitts bedeuten.

9. Atomisator nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß Mittel zur Einstellung verschiedener Gasdurchsätze durch das Atomisatorinnere vorgesehen sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

