



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 669 672 A5

⑤① Int. Cl.⁴: G 01 N 21/74

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑫① Gesuchsnummer: 1218/86

⑫② Anmeldungsdatum: 26.03.1986

⑫③ Priorität(en): 01.04.1985 DD 274663

⑫④ Patent erteilt: 31.03.1989

⑫⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 31.03.1989

⑫⑥ Inhaber:
VEB Carl Zeiss Jena, Jena (DD)

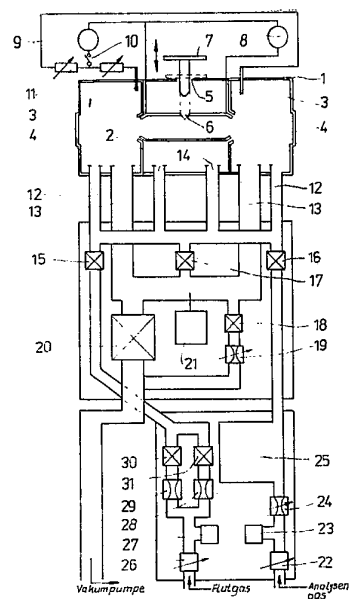
⑫⑦ Erfinder:
Mohr, Joachim, Jena-Lobeda (DD)
Bedau, Detlef, Wickerstedt (DD)
Redlich, Lutz, Jena-Lobeda (DD)

⑫⑧ Vertreter:
Bovard AG, Bern 25

⑫⑨ Vorrichtung für die Emissionsspektralanalyse.

⑫⑩ Bei einer Vorrichtung für die Emissionsspektralanalyse, die auf der Basis thermischer Atomisierung und nichtthermischer Anregung beruht, besteht das Ziel, unter minimalem Gasverbrauch die Anregungsbedingungen zu verbessern und damit ein grösseres Analysensignal zu erhalten.

Die Aufgabe, die in der Verdampfungsphase erzeugte Atomdampf Wolke durch den zur Hohlkathodenentladung notwendigen Gasstrom nur wenig zu beeinflussen und umfassend anzuregen, wird gelöst, indem einem Verdampfungsrohr (2), das als Kathode schaltbar ist, an seinen Stirnseiten jeweils eine Anode (3) benachbart ist und an jeder Stirnseite vorbeigerichtet mindestens ein Gaszuführungs- und ein -ableitungskanal (12, 13) in ein Entladungsgefäß (1), das das Verdampfungsrohr (2) und die Anoden (3) umgibt, eintreten.



PATENTANSPRÜCHE

1. Vorrichtung für die Emissionsspektralanalyse auf der Grundlage elektrothermischer Atomisierung und nichtthermischer Anregung einer Probe, die in einem verschliessbaren, evakuierbaren und mit Mitteln zur Gaszirkulation versehenen Gefäss koaxial hintereinanderliegend ein Verdampfungsrohr und eine Anode enthält, wobei das Verdampfungsrohr als Hohlkathode ausgebildet ist, gekennzeichnet dadurch, dass die Anode aus zwei Teilen besteht, von denen jeder Teil dem Verdampfungsrohr an dessen Stirnseiten benachbart ist, das Gefäss an jeder Stirnseite des Verdampfungsrohres vorbeigerichtet jeweils mindestens einen Gaszuführungs- und einen -ableitungskanal aufweist, und dass der Verschluss des Gefässes mit einem Verschluss für eine im zentralen Abschnitt des Verdampfungsrohres vorgesehene Pipettieröffnung gekoppelt ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, dass die Gaszuführungskanäle umschaltbar an eine Flutgas- und eine Analysengasquelle mit Gasreservoir angeschlossen, die Gasableitungskanäle über verschiedene Abpumpquerschnitte mit einer Vakuumpumpe und direkt mit einem Drucksensor verbunden und alle Kanäle miteinander koppelbar sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, gekennzeichnet dadurch, dass der Drucksensor mit einem Schalter zum Zünden einer Hohlkathodenentladung für die nichtthermische Anregung, mit einer Ventilsteuerung und mit einer Temperatursteuerung für das Verdampfungsrohr in Verbindung steht.

BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung für die Emissionsspektralanalyse, gemäss dem Oberbegriff des Patentanspruches 1, die eine Anregungsquelle auf der Basis thermischer Atomisierung und nichtthermischer Anregung darstellt.

Für die Emissionsspektralanalyse sind verschiedene technische Lösungen als Anregungsquellen bekannt. In der DD-PS 143 178 wird eine Anordnung beschrieben, die auf thermischer Atomisierung und nichtthermischer Anregung einer Analysenprobe beruht, bei der einem Verdampfungsrohr, das als Proben-träger, elektrisch beheizbarer Widerstand und als Kathode für eine Hohlkathodenentladung dient, an einer Stirnseite eine Anode benachbart ist. Verdampfungsrohr und Anode sind in einem Gefäss untergebracht, das über Stutzen an eine Vakuumpumpe und eine Gaszirkulationssystem angeschlossen ist.

Für eine zu untersuchende Probe, die über eine Pipettieröffnung in das Verdampfungsrohr eingefüllt wird, erfolgt in einem Trocknungsschritt zuerst eine Eintrocknung des Lösungsmittels und anschliessend in einem Veraschungsschritt die thermische Zersetzung der Probenmatrix. Danach wird das Gefäss evakuiert, Analysengas eingefüllt und eine Spannung zur Erzeugung der Hohlkathodenentladung an Kathode und Anode angelegt.

Eine starke Erhitzung mit steilem Temperaturanstieg im Verdampfungsrohr erzeugt eine Atomwolke, die durch die brennende Hohlkathodenentladung zur Strahlung angeregt wird. Nachteilig an dieser technischen Lösung ist, dass in der Anregungsphase die sich ohnehin auf Grund des Vakuums leicht ausbreitende Atomwolke zusätzlich durch den Gasstrom verflüchtigt und von der Hohlkathodenentladung nicht vollständig erfasst wird. Die Folge ist ein verkleinertes Analysensignal.

Es ist das Ziel der Erfindung, unter minimalem Gasverbrauch die Anregungsbedingungen zu verbessern und damit ein grösseres Analysensignal zu erhalten.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, die in der Verdampfungsphase erzeugte Atomwolke durch den zur Hohlkathodenentladung notwendigen Gasstrom nur wenig zu beeinflussen und umfassend anzuregen.

Die Aufgabe wird durch eine Vorrichtung für die Emissions-

spektralanalyse auf der Grundlage elektrothermischer Atomisierung und nichtthermischer Anregung einer Probe, die in einem verschliessbaren, evakuierbaren und mit Mitteln zur Gaszirkulation versehenen Gefäss koaxial hintereinanderliegend ein Verdampfungsrohr und eine Anode enthält, wobei das Verdampfungsrohr als Hohlkathode ausgebildet ist, erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass die Anode aus zwei Teilen besteht, von denen jeder Teil dem Verdampfungsrohr an dessen Stirnseiten benachbart ist, das Gefäss an jeder Stirnseite des Verdampfungsrohres vorbeigerichtet jeweils mindestens einen Gaszuführungs- und einen -ableitungskanal aufweist, und dass der Verschluss des Gefässes mit einem Verschluss für eine im zentralen Abschnitt des Verdampfungsrohres vorgesehene Pipettieröffnung gekoppelt ist.

Die Gaszuführungskanäle sind umschaltbar an eine Flutgasquelle und eine Analysengasquelle mit Gasreservoir angeschlossen, die Gasableitungskanäle über verschiedene Abpumpquerschnitte mit einer Vakuumpumpe und direkt mit einem Drucksensor verbunden. Gaszuführungs- und -ableitungskanäle sind miteinander koppelbar. Der Drucksensor steht mit einem Schalter zum Zünden der Hohlkathodenentladung für die nichtthermische Anregung mit einer Ventilsteuerung und mit einer Temperatursteuerung für das Verdampfungsrohr in Verbindung.

In den ersten beiden Analysenschritten «Trocknung» und «Veraschung» bleibt das Gefäss geöffnet und über alle Gaszuführungskanäle strömt Flutgas ein, das entstehende Dämpfe und Abgase herauspült. Nach Beendigung dieser Schritte wird das Gefäss vakuumdicht verschlossen und über alle Gaszuführungs- und ableitungskanäle evakuiert, wobei mit grossem Abpumpquerschnitt gearbeitet wird.

Nachdem ein vorgegebener Evakuierungsdruck durch den Drucksensor signalisiert wurde, schliesst die Verbindung zwischen den Zuführungs- und Ableitungskanälen, der grosse Abpumpquerschnitt wird durch den kleinen ersetzt, und über die Zuleitungskanäle wird eine Verbindung zum Gasreservoir und zur Analysengasquelle hergestellt. Das Gasreservoir entleert sich schlagartig und füllt den Gasdruck im Gefäss auf einen Entladungsdruck auf, der vom Drucksensor ebenfalls erfasst und an die Steuersysteme weitergeleitet wird. An die beiden Anodenteile und die Kathode wird eine Entladungsspannung angelegt und die Hohlkathodenentladung gezündet.

Durch ein separates Temperatur-Steuerprogramm, das hier nicht näher beschrieben wird, wird das Verdampfungsrohr erhitzt, die Probe verdampft in die Hohlkathodenentladung und wird zur Strahlung angeregt.

Durch die erfindungsgemässe Lösung entsteht erstens eine symmetrisch zum Verdampfungsrohr brennende Hohlkathodenentladung. Die nach beiden Seiten entweichende Atomdampfwolke wird somit umfassend angeregt. Durch die ebenfalls symmetrisch zum Verdampfungsrohr angeordneten Gaszuführungs- und Ableitungskanäle wird ausserhalb des Verdampfungsrohres an beiden Stirnseiten ein zirkulierender Gasstrom erzeugt, der die Atomdampfwolke wenig beeinflusst, weil er mit geringen Gasmengen arbeitet und nur zur Erneuerung des verbrauchten Analysengases dient.

Die Erfindung soll nachstehend anhand der schematischen Zeichnung näher erläutert werden. Die Figur zeigt ein Entladungsgefäss mit einer erfindungsgemässen Anoden- und Gaskanalanordnung.

Ein Gasentladungsgefäss 1 enthält ein Verdampfungsrohr 2, Anoden 3 und ist an seinen Stirnseiten durch Fenster 4 verschlossen. Pipettieröffnungen 5 und 6 sind mit einem Deckel 7 verschliessbar.

Das Verdampfungsrohr 2 ist sowohl mit einer Heizstromquelle 8 als auch als Kathode an eine Spannungsquelle 9 angeschlossen. Die Anoden 3 stehen ebenfalls mit der Spannungsquelle 9 in Verbindung. Ausserdem sind ein Schalter 10 und Regelwiderstände 11 vorgesehen. In der Nähe der Stirnseiten des

Verdampfungsrohres 2 treten Gaszuleitungskanäle 12 und -ableitungskanäle 13 in das Gefäss 1 ein. Gaszuleitungskanäle 14 erzeugen einen Gasstrom, der das Verdampfungsrohr 2 von aussen umströmt. Die Gaszuführungskanäle 14 sind durch Ventile 15, 16 wechselseitig an eine Flutgasquelle oder eine Analysengasquelle angeschlossen und über ein Ventil 17 mit den Ableitungskanälen 13 verbunden. Die Ableitungskanäle 13 sind über ein Ventil 18 mit Drossel 19 mit engem Strömungsquerschnitt und über ein Ventil 20 mit grossem Strömungsquerschnitt an eine Vakuumpumpe gekoppelt. Ein Drucksensor 21 dient der Drucküberwachung im Gasentladungsgefäss 1 und ist (nicht dargestellt) mit dem Schalter 10, mit einer Steuerung der Ventile 16, 17 und 20, mit der Heizstromquelle 8 und mit der Spannungsquelle 9 verbunden. Der Analysengasquelle nachgeordnet sind ein einstellbarer Druckminderer 22, ein Druckwächter 23, ein einstellbares Nadelventil 24 und ein Gasreservoir 25 und der Flutgasquelle ein einstellbarer Druckminderer 26, ein Druckwächter 27, Drosseln 28, 29 und Ventile 30 und 31. Durch einen unterschiedlichen Querschnitt der Drosseln 28, 29 ist der Flutgasstrom steuerbar.

Für die ersten beiden Analysenschritte «Trocknung» und «Veraschung» bleibt der Deckel 7 und die Ventile 15, 30 und/

oder 31 geöffnet, die Ventile 16, 17 bleiben geschlossen. Das über alle Gaszuführungskanäle einströmende Flutgas spült das Gasentladungsgefäss 1 und transportiert die entstehenden Abgase und Dämpfe einer eingefüllten Probe über die Öffnungen 5, 6 heraus. Danach wird der Deckel 7 und das Ventil 15 geschlossen und die Ventile 17, 18 und 20 geöffnet und über alle Kanäle 12, 13 und 14 wird evakuiert. Nach Erreichen eines vorgegebenen Druckes, der mit dem Drucksensor 21 gemessen wird, werden die Ventile 17 und 20 geschlossen und das Ventil 16 geöffnet. Das Gasreservoir 25 entleert sich schlagartig, der Druck im Gasentladungsgefäss 1 steigt auf den für die Hohlkathodenentladung notwendigen Wert. Ist dieser erreicht — was der Drucksensor 21 feststellt — wird der Schalter 10 automatisch geschlossen und zwischen den Anoden 3 und dem Verdampfungsrohr 2 zündet und brennt eine Hohlkathodenentladung. Das Verdampfungsrohr 2 wird durch Stromfluss erhitzt, die Probe verdampft in die Hohlkathodenentladung und wird angeregt.

Wenn das Probenmaterial vollständig verdampft ist, kann ein Ausheizschritt mit höherer Verdampfungsrohr-Temperatur folgen und der Analysenprozess ist beendet. Eine Abkühlphase für das Verdampfungsrohr schliesst sich an.

