



(10) **DE 20 2012 102 724 U1** 2012.10.18

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(21) Aktenzeichen: **20 2012 102 724.0**

(51) Int Cl.: **G01N 31/12** (2012.01)

(22) Anmeldetag: **20.07.2012**

(47) Eintragungstag: **29.08.2012**

(43) Bekanntmachungstag im Patentblatt: **18.10.2012**

(73) Name und Wohnsitz des Inhabers:

Analytik Jena AG, 07745, Jena, DE

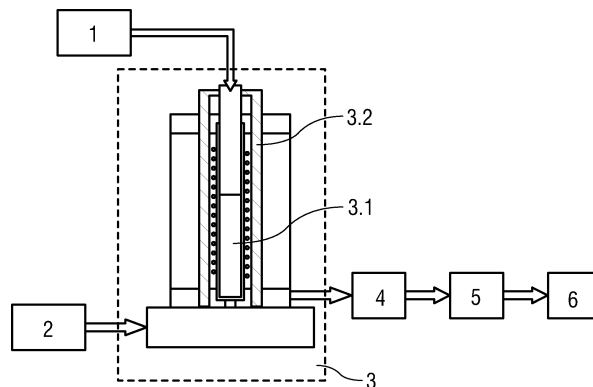
(74) Name und Wohnsitz des Vertreters:

Patentanwälte Liedtke & Partner, 99096, Erfurt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Analysengerät mit einem thermischen Aufschlusssystem**

(57) Hauptanspruch: Analysengerät mit einem thermischen Aufschlusssystem, bei dem in einen Verbrennungssystem (3) die zu untersuchenden Verbindungen oxidiert und die Oxide anschließend in einem Detektor (5) ausgewertet werden, dadurch gekennzeichnet, dass im Analysengerät eine Einrichtung zur direkten Erzeugung von Sauerstoff aus Umgebungsluft angeordnet ist, welche ein keramisches Material mit Perowskitstruktur enthält.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Analysengerät mit einem thermischen Aufschlusssystem bei dem in einem Verbrennungssystem die zu untersuchenden Verbindungen oxidiert und die Oxide anschließend in einem Detektor ausgewertet werden.

[0002] Ein solches Analysengerät ist zum Beispiel ein Analysator zur Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs und/oder Stickstoffs aus wässrigen Proben oder auch ein Elementaranalysator zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an C, N, S, Cl oder H mit einem Ofen zum thermischen Aufschluss von Proben. Die Proben können fest, flüssig oder gasförmig sein. Der Aufschluss der Proben erfolgt durch Oxidation.

[0003] Die Verbrennung erfolgt unter Zuführung von Sauerstoff, der gleichzeitig als Oxidationsmittel und Trägergas fungiert. Dem Sauerstoffstrom kann auch ein Inertgas beigemischt sein. Dazu wird die Probe dem Verbrennungsrohr eines Ofens zugeführt und verbrannt. Die in der Probe vorliegenden Anteile an C, N, S, Cl oder H werden zu CO_2 , NO_x , N_2 , SO_2/SO_3 , HCl und H_2O umgesetzt.

[0004] Das Messgas mit den Oxidationsprodukten wird anschließend über eine Trocknungs- und Absorbereinheit zum Entfernen störender Bestandteile spezifischen Detektoren zugeführt. Für die Analytik im Spurenbereich ist hochreiner Sauerstoff erforderlich.

[0005] Hauptanwendungsgebiet ist die Bestimmung des Gehaltes von organisch gebundenem Kohlenstoff (TOC = Total Organic Carbon). Darüber hinaus kann diese Technik auch in vielen anderen Analysengeräten mit Vorteil zum Einsatz kommen.

[0006] In Analysatoren mit thermischen Aufschlusssystemen, wie z. B. Analysatoren zur Bestimmung von gebundenem Kohlenstoff- und/ oder Stickstoff aus wässrigen Proben oder auch Elementaranalysatoren zur Bestimmung des Gesamtgehalts an Schwefel, Stickstoff, Chlor oder Kohlenstoff wird zur Oxidation der Proben Sauerstoff benötigt. Die Bereitstellung des Messgases erfolgt bisher über verschiedene externe Gasversorgungssysteme.

[0007] Die Trägergasbereitstellung im Analysator erfolgt üblicherweise über Druckgasflaschen, Gasgeneratoren oder mittels Adsorbentien.

[0008] Nachteilig bei diesen Verfahren sind dabei der erforderliche Kosten- und Geräteaufwand sowie bei der Verwendung von Adsorbentien der geringe Reinheitsgrad des Sauerstoffs.

[0009] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Analysengerät anzugeben, welches bei geringem Aufwand eine hohe Messgenauigkeit ermöglicht.

[0010] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß mit einem Analysengerät gelöst, welches die in Anspruch 1 oder die in Anspruch 5 angegebenen Merkmale aufweist.

[0011] Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

[0012] Das Verbrennungssystem enthält eine Einrichtung zur Erzeugung von Sauerstoff, in der sich ein keramisches Material mit Perowskitstruktur befindet. Das keramische Material ist in Form einer sogenannten Sauerstoffmembran ausgebildet. Es weist auch katalytische Eigenschaften auf. Es ist auch möglich, das Material als Granulat zu verwenden.

[0013] Das Verbrennungssystem enthält spezielle Keramiken zur Sauerstofferzeugung. Als keramische Materialien zur Sauerstofferzeugung werden speziell Oxide mit Perowskitstruktur eingesetzt. Perowskite sind ternäre Oxide mit der Gitterstruktur des ABO_3 -Typs. Unter definierten Bedingungen kann Sauerstoff in die Gitterstruktur ein- oder ausgebaut werden, so dass Perowskite als reversibles Sauerstoffspeichermaterial eingesetzt werden können. Bei hohen Temperaturen setzt in den Perowskiten eine simultane ionische und elektronische Leitfähigkeit ein. Somit ist es möglich, Sauerstoff durch gasdichte keramische Membranen zu transportieren, wobei eine Abtrennung des Sauerstoffs von anderen Gasen erfolgt. Der Ladungsausgleich erfolgt allein durch interne elektrische Leitung. Das Anlegen einer elektrischen Spannung an die Membran ist für den Sauerstofftransport nicht erforderlich.

[0014] Die für den Sauerstofftransport erforderliche Temperatur wird durch Ausnutzung der Prozesswärme des Analysatorofens erreicht, so dass im Wesentlichen keine zusätzliche Energie notwendig ist.

[0015] Vorteilhaft ist dabei, dass eine Unabhängigkeit von der üblichen externen Flaschengasversorgung erreicht wird.

[0016] Der Sauerstoff fungiert im Analysator gleichzeitig als Oxidationsmittel und als Trägergas. Durch das verwendete Prinzip der Sauerstoffbereitstellung wird die bisher erforderliche aufwendige Gasdosiertechnik im Analysator deutlich vereinfacht.

[0017] Der Sauerstoff wird gezielt in der erforderlichen Menge und zu dem Zeitpunkt bereitgestellt, wenn er gebraucht wird.

[0018] Das Sauerstoffspeichermaterial kann auch zur definierten, diskreten Dosierung von Sauerstoff in einen Inertgasstrom verwendet werden.

[0019] Eine vorteilhafte Aufführung besteht darin, dass die Einrichtung zur Erzeugung von Sauerstoff aus einem Perowskitrohr besteht, welches sich im Verbrennungssystem befindet. Die Anordnung kann aber auch mehrere Perowskitrohre enthalten.

[0020] Die Verwendung von Rohren aus Perowskiten gestattet die Erzeugung von hochreinem Sauerstoff direkt im Analysator aus der Umgebungsluft, wobei auch die Abwärme des Analysators genutzt wird.

[0021] Die Anordnung ermöglicht es, den für die Funktion des Analysators erforderlichen Sauerstoff direkt im Prozess und damit unabhängig von externen Gasversorgungen effizient und einfach aus der Umgebungsluft zu erzeugen und der Verbrennung unmittelbar zuzuführen. Es ist dafür weitgehend kein zusätzlicher Energieeintrag erforderlich.

[0022] Die Sauerstofferzeugung erfolgt im Prozess nach Bedarf, wobei die Sauerstoffflüsse an die jeweiligen Erfordernisse angepasst werden können. Die Steuerung der Sauerstofferzeugung kann durch Auslegung des Membranreaktors und durch Steuerung der Betriebsparameter vorgenommen werden.

[0023] Vorteilhaft ist durch die Verwendung der Abwärme in Analysatoren einerseits, dass kein zusätzlicher Energiebedarf zur Sauerstofferzeugung entsteht, sowie andererseits, dass kein zusätzlicher Platzbedarf für Bauteile zur Gasbereitstellung erforderlich ist.

[0024] Das Verbrennungssystem ist für weitere Analysatoren geeignet, die für ihren Betrieb hochreinen Sauerstoff benötigen. Ein solcher Anwendungsfall ist zum Beispiel die Bereitstellung von Sauerstoff zur Ozonerzeugung in einem Chemolumineszenzdetektor.

[0025] Die Anordnung ist sowohl aus werkstofftechnischer als auch aus energetischer Sicht sehr umweltschonend.

[0026] Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung näher erläutert.

[0027] Darin zeigt:

[0028] [Fig. 1](#) eine schematische Darstellung der Funktionsweise des Analysengerätes.

[0029] [Fig. 1](#) erläutert den Ablauf der Analyse. Die zu untersuchende Substanz wird über ein Probendosiersystem **1** dem Verbrennungssystem **3** zugeführt.

Im Verbrennungssystem **3** befindet sich das Verbrennungsrohr **3.1**, welches im dargestellten Fall von Perowskitrohren **3.2** umgeben ist. Dem Verbrennungsrohr **3.1** wird an der Oberseite die zu untersuchende Substanz durch eine Öffnung zugeführt. Die Umgebungsluft **2** wird dem Verbrennungssystem **3** an der Unterseite zugeführt und gelangt an das Perowskitrohr **3.2**, durch welches lediglich der in der Umgebungsluft enthaltene Sauerstoff transportiert werden kann, der dann dem Verbrennungsrohr **3.1** zugeführt wird. Das Verbrennungsprodukt wird einem Trockner **4** zugeführt und gelangt nach der Trocknung zum Detektor **5** und einer Auswerteeinheit **6**.

Bezugszeichenliste

1	Probendosiersystem
2	Umgebungsluft
3	Verbrennungssystem
3.1	Verbrennungsrohr
3.2	Perowskitrohr
4	Trockner
5	Detektor
6	Auswerteeinheit

Schutzansprüche

1. Analysengerät mit einem thermischen Aufschlussystemen, bei dem in einen Verbrennungssystem (**3**) die zu untersuchenden Verbindungen oxidiert und die Oxide anschließend in einem Detektor (**5**) ausgewertet werden, **dadurch gekennzeichnet**, dass im Analysengerät eine Einrichtung zur direkten Erzeugung von Sauerstoff aus Umgebungsluft angeordnet ist, welche ein keramisches Material mit Perowskitstruktur enthält.

2. Analysengerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung zur Erzeugung von Sauerstoff im Verbrennungssystem (**3**) angeordnet ist.

3. Analysengerät nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das keramische Material in Form einer Membran ausgeführt ist.

4. Analysengerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung mindestens ein Rohr enthält, das aus einem Material mit Perowskitstruktur besteht.

5. Analysengerät nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das keramische Material als Granulat verwendet wird.

6. Analysengerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Analysengerät zur Bestimmung des Gesamtgehalts an Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel, Chlor oder Wasserstoff dient.

7. Analysengerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Sauerstoffspeichermaterial zur definierten, diskreten Dosierung von Sauerstoff in einen Inertgasstrom verwendet wird.

8. Analysengerät mit einem Chemolumineszenzdetektor, dadurch gekennzeichnet, dass im Analysengerät eine Einrichtung zur Erzeugung von Sauerstoff angeordnet ist, welche ein keramisches Material mit Perowskitstruktur enthält.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

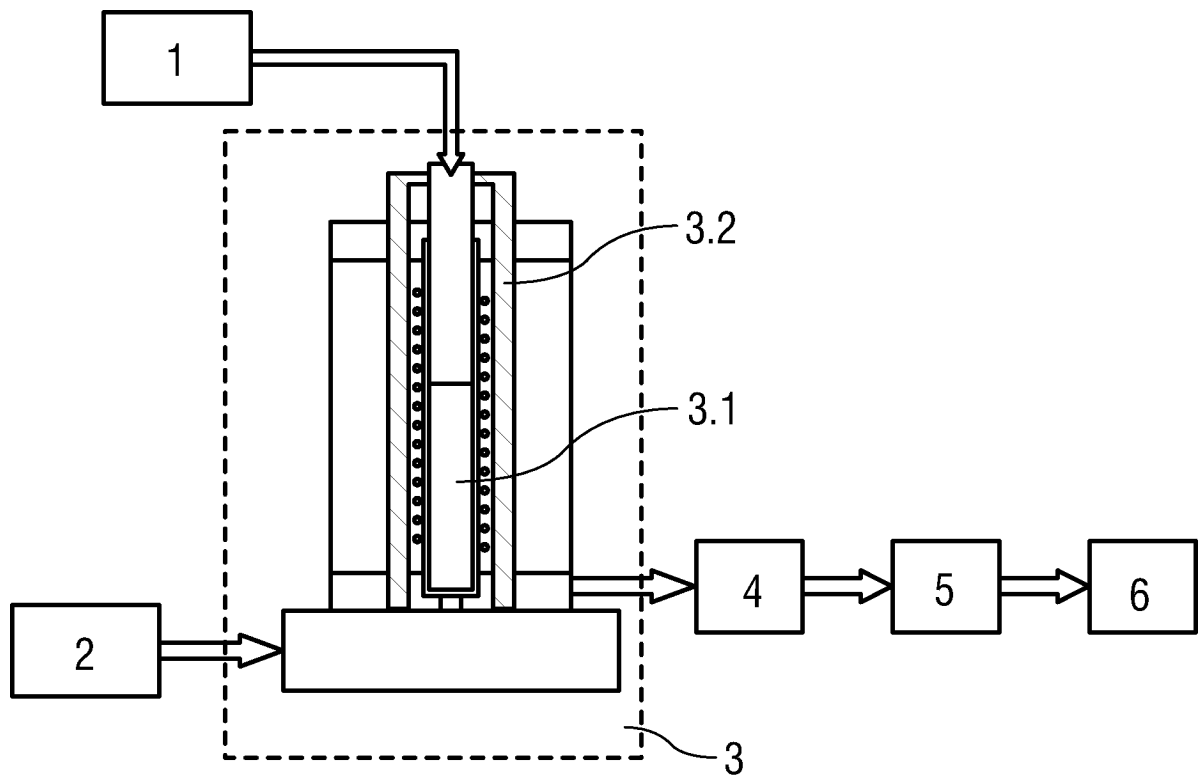


FIG 1