



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107407619 B

(45) 授权公告日 2022. 08. 23

(21) 申请号 201680009165.2

(22) 申请日 2016.02.08

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107407619 A

(43) 申请公布日 2017.11.28

(30) 优先权数据
62/112,691 2015.02.06 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2017.08.07

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/US2016/017026 2016.02.08

(87) PCT国际申请的公布数据
W02016/127180 EN 2016.08.11

(73) 专利权人 基础科学公司
地址 美国内布拉斯加州

(72) 发明人 D·R·维德林

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002
专利代理师 陈松涛 韩宏

(51) Int.Cl.
G01N 1/10 (2006.01)
G01N 1/20 (2006.01)
G01N 1/22 (2006.01)

审查员 刘京徽

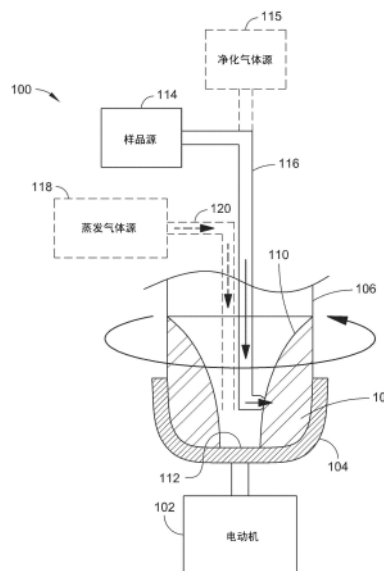
权利要求书2页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称

用于采样卤代硅烷的系统以及方法

(57) 摘要

本公开内容涉及与对卤代硅烷或其它与水反应的样品进行采样有关的系统和方法。在实施例中,用于使样品水解的系统包括其中容纳有接收液体(例如,HF溶液)的容器以及与容器耦合的致动器。致动器可以被配置为旋转容器,从而在接收液体中引起涡旋。该系统还包括被配置为将卤代硅烷样品导引到发生涡旋的接收液体中的样品管。样品管可以取向为沿着发生涡旋的接收液体的流动方向释放样品。



1. 一种用于使样品水解的系统,包括:
容器,所述容器中容纳有接收液体,所述容器限定纵向中心轴;
致动器,所述致动器和所述容器的所述纵向中心轴成直线地与所述容器可旋转耦合,所述致动器被配置为使所述容器围绕所述容器的所述纵向中心轴旋转,从而在所述接收液体中引起涡旋;以及
样品管,所述样品管被配置为将样品导引到发生涡旋的接收液体中,其中,所述样品管取向为沿着所述发生涡旋的接收液体的流动方向释放所述样品。
2. 根据权利要求1所述的系统,其中,所述样品包括卤代硅烷。
3. 根据权利要求1所述的系统,其中,所述接收液体包括氢氟酸溶液。
4. 根据权利要求1所述的系统,其中,所述样品管被配置为在引入所述样品之前将惰性气体导引到所述发生涡旋的接收液体中。
5. 根据权利要求1所述的系统,其中,将所述样品导引到所述发生涡旋的接收液体中的所述样品管的端部是锥形的或者耦合到喷嘴。
6. 根据权利要求1所述的系统,还包括被配置为将蒸发气体导引到所述容器中的第二管。
7. 根据权利要求6所述的系统,其中,所述蒸发气体包括氮气。
8. 根据权利要求6所述的系统,其中,将所述蒸发气体加热到环境温度以上。
9. 根据权利要求6所述的系统,其中,所述样品管和所述第二管彼此平行。
10. 根据权利要求6所述的系统,其中,所述样品管和所述第二管在所述容器旋转时是静止的。
11. 一种用于使样品水解的方法,包括:
将接收液体放置在容器内,所述容器限定纵向中心轴;
使用和所述容器的所述纵向中心轴成直线地与所述容器可旋转耦合的致动器,使所述容器围绕所述容器的所述纵向中心轴旋转以在所述接收液体中引起涡旋;以及
用样品管将样品导引到发生涡旋的接收液体中,其中,所述样品管取向为沿着所述发生涡旋的接收液体的流动方向释放所述样品。
12. 根据权利要求11所述的方法,其中,所述样品包括卤代硅烷。
13. 根据权利要求11所述的方法,其中,所述接收液体包括氢氟酸溶液。
14. 根据权利要求11所述的方法,还包括:
在将所述样品导引到所述发生涡旋的接收液体中之前,将惰性气体导引到所述发生涡旋的接收液体中。
15. 根据权利要求11所述的方法,其中,通过所述样品管的端部将所述样品导引到所述发生涡旋的接收液体中,所述样品管的所述端部是锥形的或者耦合到喷嘴。
16. 根据权利要求11所述的方法,还包括:
用第二管将蒸发气体导引到所述容器中。
17. 根据权利要求16所述的方法,其中,所述蒸发气体包括氮气。
18. 根据权利要求16所述的方法,其中,将所述蒸发气体加热到环境温度以上。
19. 根据权利要求16所述的方法,其中,所述样品管和所述第二管被放置为彼此平行。
20. 根据权利要求16所述的方法,其中,所述样品管和所述第二管在所述容器旋转时保

持在固定位置。

用于采样卤代硅烷的系统以及方法

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请根据35U.S.C. §119(e) 要求于2015年2月6日提交的、名称为“SYSTEM AND METHOD FOR SAMPLING HALOSILANES”的、序列号为62/112,691的美国临时申请的优先权。序列号为62/112,691的美国临时申请以全文引用的方式并入本文中。

背景技术

[0003] 电感耦合等离子体(ICP)发射或石墨炉原子吸收(GFAA)光谱法技术可以用于测量液体样品中金属污染物的存在。由于大多数卤代硅烷与空气中的水蒸汽的极端反应作用,使用ICPMS或GFAA的分析仪器来直接确定卤代硅烷中的低浓度金属污染物是困难的。卤代硅烷与水蒸汽之间的反应可以导致形成硅酸盐沉淀物并释放有害的酸性蒸汽,并且可以腐蚀分析仪器。另外,卤代硅烷的存在可以引入基质抑制和光谱干扰,这可以使低水平的金属污染物的精确测量不明确。因此,期望通过首先在氢氟酸(HF)溶液中水解卤代硅烷样品(然后通过蒸发或柱预浓缩(column pre-concentration)来直接分析或进一步处理它们)来制备卤代硅烷样品以供分析。

发明内容

[0004] 本公开内容涉及与对卤代硅烷或其它与水反应的样品进行采样有关的系统和方法。在实施例中,用于使样品水解的系统包括其中容纳有接收液体(例如, HF溶液)的容器以及与容器耦合的致动器。致动器可以被配置为旋转容器,从而在接收液体中引起涡旋(vortex)。该系统还包括样品管,其被配置为将卤代硅烷样品导引到发生涡旋的接收液体(vortexed receiving liquid)中。样品管可以取向为沿着发生涡旋的接收液体的流动方向释放样品。应注意,本文所述的系统架构和方法可用于通过引入接收液体中引起的涡旋来使任何反应性物质水解,并且不限于卤代硅烷的水解和/或采样。

[0005] 提供本发明内容以便以简化形式介绍一组概念,这组概念将在以下的具体实施方式中做进一步描述。本发明内容并非旨在标识所保护主题的关键特征或必要特征,也并非旨在用于帮助确定所保护主题的范围。

附图说明

[0006] 参考附图描述具体实施方式。在描述和附图中可以在不同实例中使用相同的附图标记来指示相似或相同的项目。

[0007] 图1A是根据本公开内容的实施例实施的用于使样品水解的系统的示意图。

[0008] 图1B是图1A中所示系统的俯视图。

[0009] 图2是根据本公开内容的实施例实施的用于使样品水解的系统的示意图。

[0010] 图3是示出了用于使样品水解的方法的实施方式的流程图。

具体实施方式

[0011] 概述

[0012] 对于例如但不限于用ICPMS或GFAA仪器来进行卤代硅烷采样的应用,通常期望通过首先在氢氟酸(HF)溶液中水解卤代硅烷样品(然后可以通过蒸发或柱上预浓缩来直接分析或进一步处理它们)来制备卤代硅烷样品以供分析。由于卤代硅烷与接收液体(例如, HF溶液)的反应作用,样品输送线或输送管容易堵塞。可以通过使用位于样品输送线周围的同心管引入惰性保护气体来减轻这个问题,其中,惰性保护气体用于防止卤代硅烷在样品输送线内部的不期望的反应。然而,这个方案难以实施,因为它需要同心管道输送以及惰性气体的同时流动。

[0013] 本公开内容涉及有利于卤代硅烷水解而无需同心管道输送和惰性气体保护的系统和方法。本文描述的系统和方法依赖于其中容纳有接收液体的容器的致动(例如,旋转),由此该致动在接收液体中引起涡旋。然后可以将卤代硅烷样品(或任何其它与水反应的样品)通过惰性(化学上不反应的)样品输送管引导到发生涡旋的接收液体中。然后将卤代硅烷样品引入发生涡旋的接收液体中。接收液体的快速运动防止在进入点处累积高硅烷浓度、防止聚合反应。

[0014] 示例性系统实施方式

[0015] 图1A、1B和2例示了根据本公开内容的各个实施例的用于使样品水解的系统100。本领域技术人员将理解,附图中所示和/或本文描述的实施例可以被完全或部分地组合和/或被修改以得到另外的实施例。因此,所示和所述的实施例应被理解为是说明性的,而非对本公开内容的限制。

[0016] 在图1A、1B和2所示的实施例中,系统100被示为包括耦合到接受器104的至少一个致动器102(例如,电动机),该接受器104被配置为接收并牢固地夹住或耦合到容器106。在其它实施例中,致动器104可以与容器106直接耦合。致动器104被配置为进行旋转或以其它方式对容器106施加运动以在容器106内存在的液体108(例如,诸如HF溶液之类的接收液体)中引起涡旋110。

[0017] 在一些实施例中,系统100包括采样组件(例如,自动采样器组件),其中,样品管116被配置为将一种或多种流体样品(例如,卤代硅烷样品或其它气体/液体样品)从样品源114(例如,罐)引导到容器106中,该样品源114流体耦合到样品管116。例如,可以在旋转容器106以引起涡旋110的同时,将样品管116插入容器106中以将样品流引导到发生涡旋的接收液体108中(例如, HF溶液中)。在一些实施例中,涡旋110延伸到容器106的底部表面112。在其它实施例中,涡旋110不延伸到底部表面112,而仅延伸到容器106的底部表面112上方的某一深度。

[0018] 涡旋110可以混合容器106中的流体。例如,可以将样品引导到发生涡旋的接收液体108中以使样品水解。在一些实施例中,在执行混合时,容器106沿一个方向(例如,顺时针或逆时针)旋转,而在其它实施例中,在执行混合时,容器106首先沿一个方向(例如,顺时针)旋转然后沿另一个方向(例如,逆时针)旋转。可以在混合操作期间执行一次或多次混合方向的改变。此外,可以在混合操作期间以不同的旋转速度执行混合。在一些实施例中,周期性地(例如,间歇地)执行混合操作以避免流体的分离。

[0019] 在一些实施例中,系统100被配置用于以受控速率(例如,约0.1至2g/min)水解卤

代硅烷样品。旋转的容器106可以预先填充有或供应有接收液体108(例如, HF溶液), 其中, 容器106的旋转使得接收液体108环流并在其中形成涡旋110。使容器106旋转而不是使用诸如磁力搅拌棒之类的搅拌元件来产生涡旋110有助于防止样品污染, 其有可能因放置在容器106内的磁力搅拌棒或其它搅拌元件而引起。

[0020] 在一些实施例中, 容器106可以由诸如PFA或PTFE之类的惰性高纯度材料制成。此外, 可以通过惰性的化学耐受性的样品管116将卤代硅烷样品导引到发生涡旋的接收液体108中。如图1B所示, 样品管116可以取向为沿发生涡旋的接收液体108的流动方向释放卤代硅烷样品。以这种方式, 可以防止样品在进入接收液体108时接收液体108与样品反应并使其聚合的方式来引入样品。涡旋110用于将样品管116或管嘴移至快速旋转的接收液体108中。样品进入发生涡旋的接收液体108, 发生涡旋的接收液体108迅速地将样品从样品管116抽走, 防止在样品管116的出口处的聚合或发热反应。在一些实施例中, 卤代硅烷样品也可以由流过同样样品管116的惰性气流(例如, 来自净化气体源115)推进, 其中, 惰性气流持续直到接收液体108被充分搅动, 以确保接收液体108能够快速驱散卤代硅烷样品以进行水解, 从而防止在引入点处反应物的过量形成。

[0021] 在一些实施例中, 将卤代硅烷样品导引到发生涡旋的接收液体108中的样品管116的端部可以是锥形的或耦合到喷嘴(例如, 如图1A所示)或者可以具有足够小的直径(例如, 约1mm或更小), 以减少卤代硅烷样品与接收液体108之间的横截面接触面积。锥形端部或喷嘴可以用于将卤代硅烷快速地注入接收液体108中, 以使卤代硅烷样品与接收液体108更好地混合。

[0022] 在卤代硅烷样品水解后, 可以蒸发接收液体108(与卤代硅烷混合的)。在一些实施例中(例如, 如图2所示), 可以通过从蒸发气体源118(例如, 第二罐等)经由第二管120(例如, 类似于管116的另一个管)(有时在本文中称为“蒸发气体附加线”)引入蒸发气体(例如, 氮气)来加速蒸发。可以可任选地加热蒸发气体以进一步加速接收液体108的蒸发速度。在一些实施例中, 蒸发气体附加线120和样品线/管116可以彼此平行。在一些实施例中, 蒸发气体附加线120和样品管116可以在接收液体108的容器106进行旋转的同时保持在固定位置。

[0023] 在一些实施例中, 系统100还包括排放端口, 其在容器106的区域周围具有净洗器。净洗器可以由腐蚀剂(例如, NaOH)组成。蒸发后, 少量的酸可以将样品中的残留物重新构成液相, 以供ICPMS或GFAA进行化学分析。如果不蒸发样品, 则可以代之以用氢氧化铵或其它碱溶液进行内联pH调整, 并且然后通过螯合柱(chelation column)。硅酸盐物质可以通过螯合柱来消耗, 而金属污染物保留在柱上。在一些实施例中, 阀门系统可用于导引样品液体通过柱。此外, 具有回路的阀门系统可用于限定通过柱的样品液体的体积。在一些实施方式中, 可以使用酸性溶液从柱洗脱金属污染物。洗脱的金属污染物可以直接被洗脱到ICPMS雾化器或GFAA管以供分析, 或者在一些实施方式中, 洗脱的金属污染物可以被洗脱到收集管中, 以便以后使用ICPMS或GFAA进行分析。

[0024] 示例性过程实施方式

[0025] 图3是例示了根据一个或多个公开的实施方式来使样品水解的方法200的流程图。在一些实施方式中, 方法200可以利用本文所述的系统100来执行。在这方面, 除了下面描述的步骤或操作之外, 方法200还可以包括相关于本文所述的系统100的实施例公开的任何步

骤或操作。

[0026] 在框202处,将接收液体(例如,诸如HF溶液之类的接收液体)放置在容器(例如,诸如容器106之类的容器)内。例如,接收液体可以预先装载在容器内,或者通过将接收液体导引到容器中的管或喷管馈送到容器中。

[0027] 在框204处,可以旋转容器以在接收液体中引起涡旋。例如,可以通过致动器(例如,电动机102)来直接旋转容器,或者可以旋转支撑容器的固定器以使容器有效地围绕容器的纵轴(例如,中心轴)旋转。在一些实施例中,沿一个方向(例如,顺时针或逆时针)旋转容器。在其它实施例中,以振荡的方式(例如,顺时针转动然后再逆时针转动,反之亦然)旋转容器。

[0028] 可任选地,在框206处,在将样品导引到液体中之前,可以将惰性气体导引到发生涡旋的接收液体中。例如,卤代硅烷样品可以由流过相同样品管116的惰性气体流推进,其中,惰性气体流持续直到接收液体108被充分搅动,以确保接收液体108能够快速驱散卤代硅烷样品以进行水解,从而防止在引入点处反应物的过量形成。

[0029] 在框208处,用样品管将样品(例如,卤代硅烷样品等)导引到发生涡旋的接收液体中。例如,样品可以通过管(例如,诸如管116之类的管)馈送到发生涡旋的接收液体中(即,馈送到快速搅动的液体中),以使得样品快速地散开并被接收液体水解。如图1B所示,样品管116可以取向为沿发生涡旋的接收液体108的流动方向释放卤代硅烷样品。例如,样品进入发生涡旋的接收液体108,发生涡旋的接收液体108迅速地将样品从样品管116抽走,防止在样品管116的出口处的聚合或发热反应。

[0030] 可任选地,在框210处,可以用第二管(例如,诸如蒸发气体附加线120之类的第二管)将蒸发气体(例如,氮气)导引到容器中。蒸发气体可以有助于蒸发接收液体(与卤代硅烷样品混合的接收液体),以使得可以将流体样品(即,接收液体和卤代硅烷样品混合物)导引到分析仪器(例如,ICPMS或GFAA仪器)。在一些实施例中,可以加热蒸发气体以加速流体样品的蒸发速度。

[0031] 应当理解,本发明由所附权利要求限定。尽管已经例示了本发明的实施例,但是显而易见的是,在不脱离本公开内容的范围和精神的情况下,本领域技术人员可以进行各种修改。

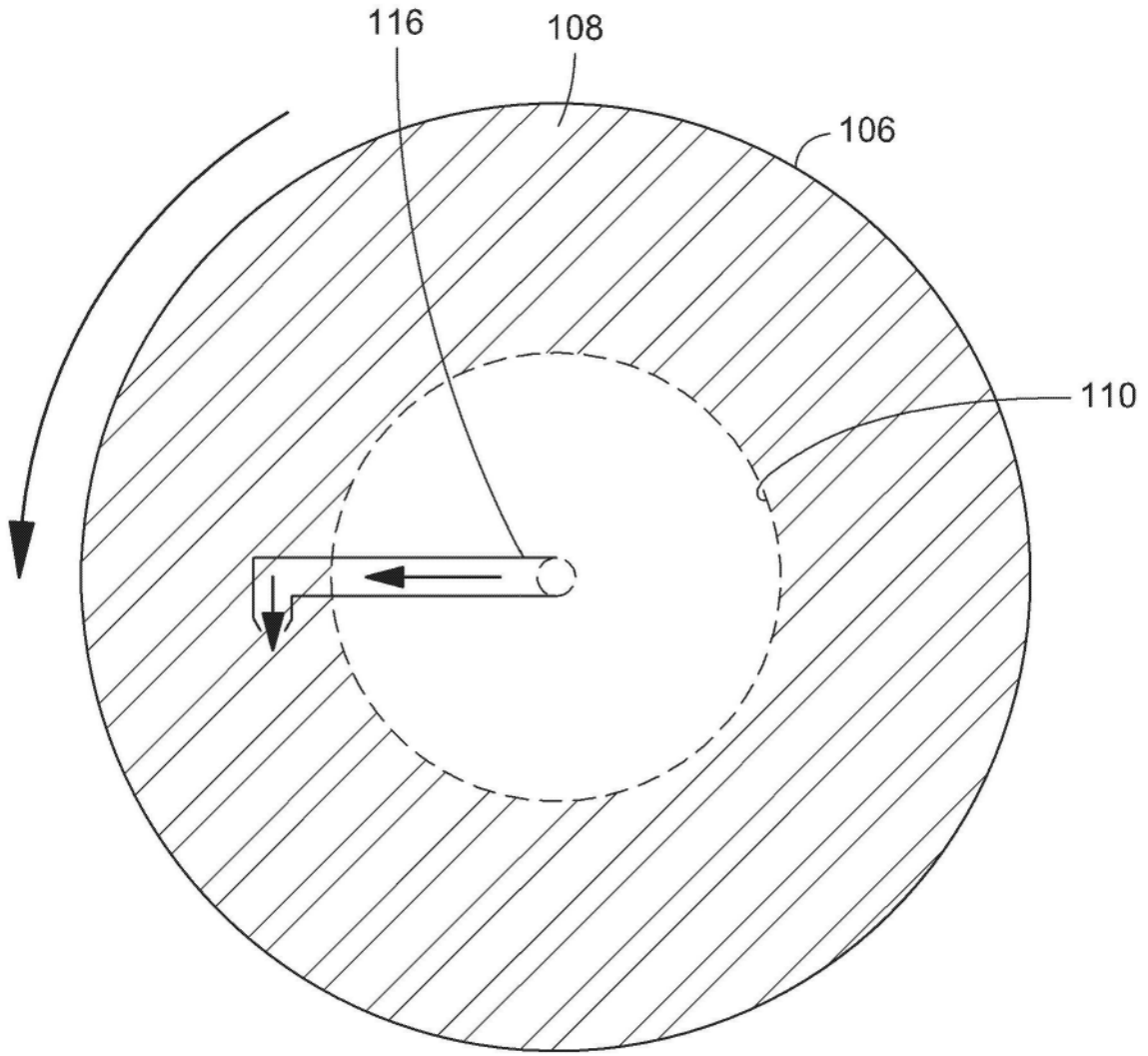


图1B

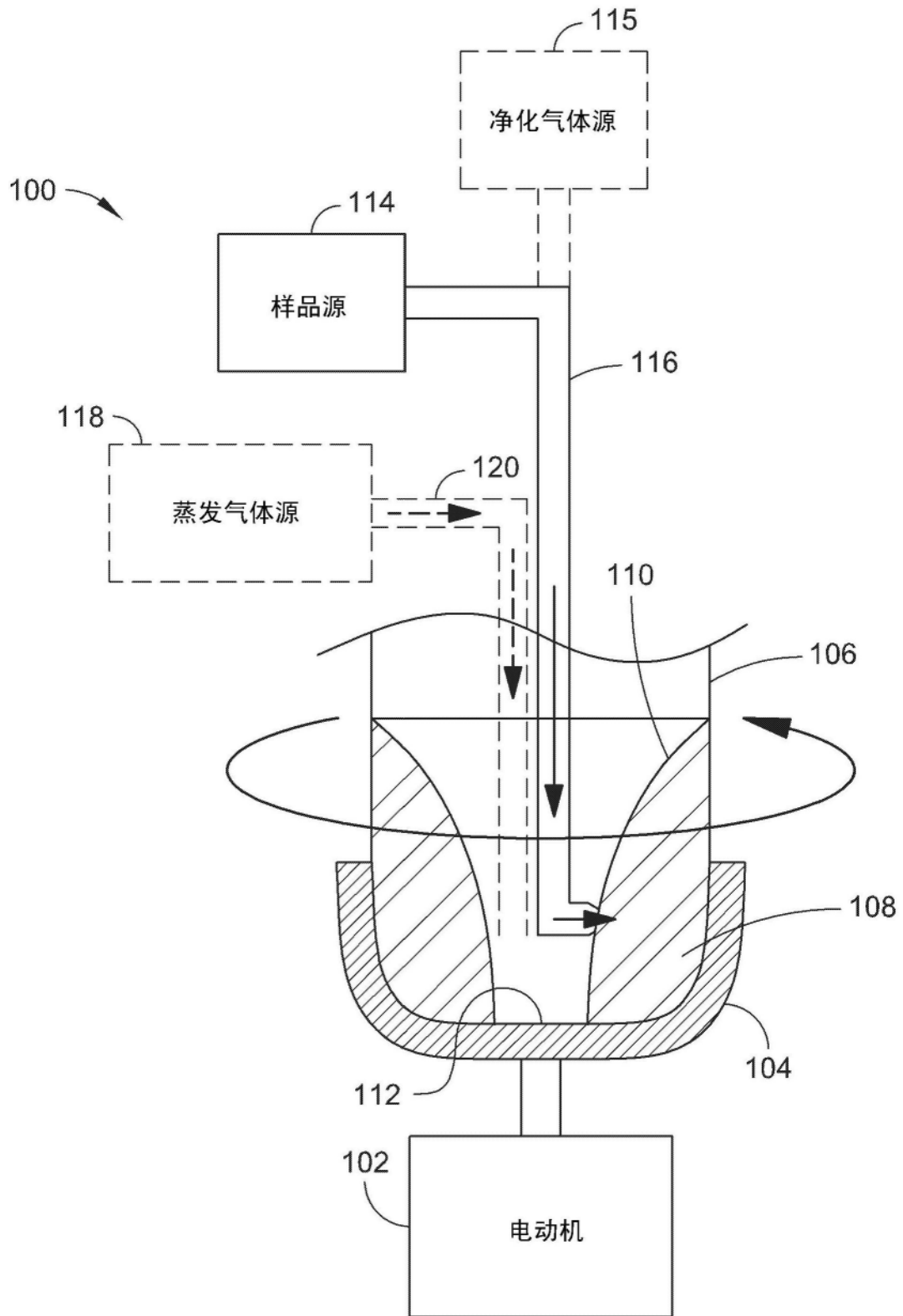


图2

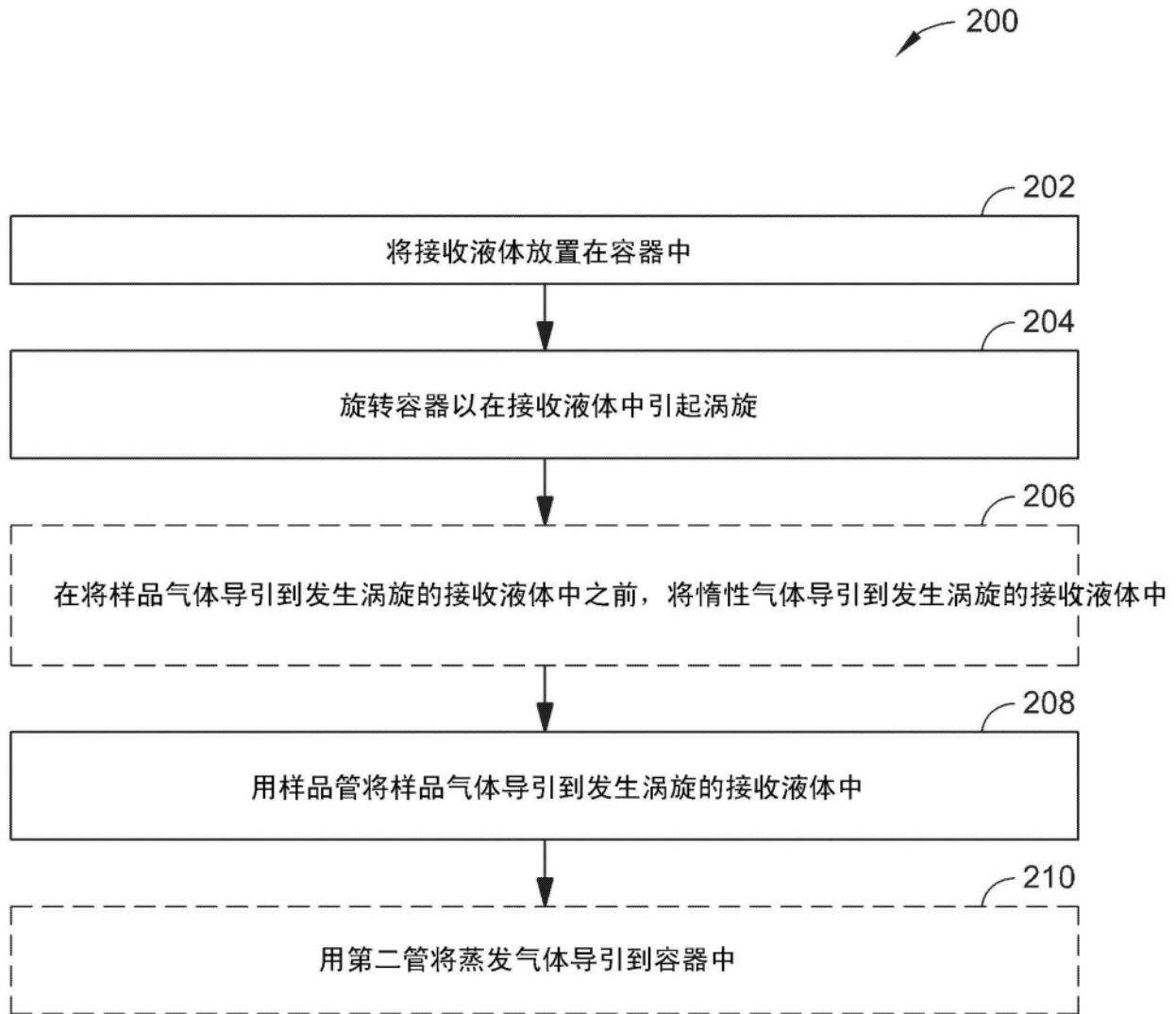


图3