



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112098587 A

(43) 申请公布日 2020.12.18

(21) 申请号 202010502346.7

(22) 申请日 2020.06.04

(30) 优先权数据

102019116547.4 2019.06.18 DE

(71) 申请人 耶拿分析仪器股份公司

地址 德国耶拿

(72) 发明人 克里斯蒂安·埃尔林

罗伯特·克内费尔

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 穆森 戚传江

(51) Int. Cl.

G01N 31/12 (2006.01)

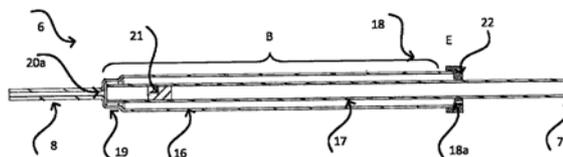
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

用于元素分析的反应管

(57) 摘要

本发明涉及用于元素分析的反应管。一种用于样品的元素分析的装置的燃烧管，该燃烧管包括具有样品出口的外管和具有入口的内管，其中，内管可以以可拆卸的方式被插入到外管中，使得外管至少部分地包围内管，其中，外管和内管被彼此相对布置，使得样品穿过内管的入口，通过内管进入外管，并通过样品出口到燃烧管以外，其中，内管和外管被配置为使得至少在内管被外管包围的区域中，样品基本上位于内管内部，其中，外管由石英玻璃制成，并且其中，内管由陶瓷制成。本发明进一步涉及一种用于对样品进行元素分析的装置，该装置包括根据本发明的燃烧管。



1. 一种用于样品的元素分析的装置(1)的燃烧管(6),所述燃烧管包括:

-外管(16),所述外管具有样品出口(8),和

-内管(17),所述内管具有入口(7),

其中,所述内管(17)能够以可拆卸的方式被插入到所述外管(16)中,使得所述外管(16)至少部分地包围所述内管(17),其中,所述外管(16)和所述内管(17)被彼此相对布置,使得所述样品从所述内管(17)的所述入口(7)穿过所述内管(17)进入到所述外管(16)中,并且通过所述样品出口(8)到所述燃烧管(6)以外,

其中,所述内管(17)和所述外管(16)被配置为使得样品基本上位于所述内管(17)中至少所述内管(17)被所述外管(16)包围的区域(B)中,

其中,所述外管(16)由石英玻璃制成,并且

其中,所述内管(17)由陶瓷制成。

2. 根据权利要求1所述的燃烧管(6),其中,所述陶瓷是氧化铝陶瓷或氧化锆陶瓷。

3. 根据权利要求1或2所述的燃烧管(6),具有用于将水引入到所述内管(17)的内部容积中的入口元件(23),所述入口元件可附接到所述内管(17)。

4. 根据权利要求3所述的燃烧管(6),其中,所述入口元件(23)包括能够被插入所述内管(17)中的套管(24),尤其是铂或铂合金的套管。

5. 根据前述权利要求中的至少一项所述的燃烧管(6),其中,所述外管(16)在所述样品出口(8)的区域中的直径小于在所述样品出口(8)的区域以外的直径。

6. 根据前述权利要求中的至少一项所述的燃烧管(6),其中,当被插入到所述外管(16)中时,所述内管(17)至少从所述外管(16)的背离所述样品出口(8)的第一端部区域(E)延伸到所述样品出口(8)。

7. 根据权利要求1-5中的至少一项所述的燃烧管(6),包括中间管(25),所述中间管能够被插入到所述外管(16)中,并且当被插入到所述外管(16)中时,至少部分地包围所述内管(17)。

8. 根据权利要求7所述的燃烧管(6),其中,所述中间管(25)被布置在所述外管(16)的面向所述外管(16)的所述样品出口(8)的区域(C)中。

9. 根据权利要求7或8所述的燃烧管(6),其中,所述中间管(25)由石英玻璃制成。

10. 根据权利要求7至9中至少一项所述的燃烧管(6),其中,所述中间管(25)的内部容积至少部分地填充有牺牲材料(26),特别是石英片或石英棉。

11. 根据权利要求7至10中的至少一项所述的燃烧管(6),其中,所述中间管(25)和/或所述内管(17)的内部容积至少部分地填充有过滤材料(21)。

12. 根据权利要求11所述的燃烧管(6),其中,所述过滤材料(21)被布置在所述中间管(25)的面向所述外管(16)的所述样品出口(8)的区域中。

13. 根据权利要求7至12中的至少一项所述的燃烧管(6),其中,所述中间管(25)的内部容积至少部分地填充有催化剂,特别是氧化铝或氧化铈上的铂。

14. 一种用于样品的元素分析的装置(1),包括根据前述权利要求中的至少一项权利要求所述的燃烧管(6)。

15. 根据权利要求14所述的装置(1),其中,所述装置(1)用于分析元素碳、氮、氟、硫、氯、氢或氧。

用于元素分析的反应管

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于样品的元素分析的装置的燃烧管以及涉及一种用于样品的元素分析的装置。

背景技术

[0002] 元素分析仪通常用于确定元素(例如碳、氢、氧、氮、硫、氯或氟)在固态、液态或气态样品中或取决于样品的一种或多种成分的浓度的被测量物中的比例。已知的用于元素分析的分析装置包括燃烧管,样品被引入燃烧管内并且通过供应反应气体而被热分解。例如,有机和无机的键合碳被转化为二氧化碳,氮被转化为二氧化氮,硫被转化为氧化硫,氯被转化为氯化氢或者氢被转化为水。该过程中产生的气体或气体混合物被流过燃烧管的载气引导通过干燥和吸收器单元到测量装置,该测量装置用于确定所讨论的被测量物。例如,高纯度氧气、氩气或氮气可用作反应气体和载气,特别是用于痕量分析。

[0003] 所使用的燃烧管通常由石英玻璃制成。然而,对于某些应用中,例如在具有高盐含量,特别是具有高含量的碱金属离子和/或碱土金属离子的样品的分析中,这具有导致快速失透的缺点,即导致出现结晶,包括在石英玻璃中形成裂纹。另外,对含氟样品的分析特别是在与碱金属离子和/或碱土金属离子的相互作用中,所形成的氢氟酸导致石英玻璃受到严重腐蚀。与在低盐样品的分析中所使用的反应管的使用寿命和/或使用期限相比,这导致反应管的使用寿命和/或使用期限非常低。

发明内容

[0004] 从该问题出发,本发明的目的是提供一种坚固的燃烧管,该燃烧管同样适用于含盐样品的分析。

[0005] 关于燃烧管,该目的通过一种用于样品的元素分析的装置的燃烧管来实现,该燃烧管包括具有样品出口的外管和具有入口的内管,其中,该内管能够以可拆卸的方式被插入到外管中,使得外管至少部分地包围内管,其中,外管和内管被彼此相对布置,使得样品穿过内管的入口,穿过内管进入外管,并通过样品出口到燃烧管以外,其中,内管和外管被配置成使得至少在内管被外管包围的区域中,样品基本上位于内管内部,其中,外管由石英玻璃制成,并且其中,内管由陶瓷制成。

[0006] 内管的入口既用作样品入口,又用作反应气体和/或载气的入口。特别地,反应气体和/或载气和样品可以通过相同的入口被引入反应管中。然而,两个单独的入口也是可能的。外管同样具有用于引入反应气体、载气和/或冲洗气体的气体连接件。反应气体、载气和/或冲洗气体可以是例如氧气或氩气。鉴于内管由陶瓷制成,可能且有利的是显著地增加反应管的使用寿命和/或使用期限,特别是在含盐样品的分析中。燃烧管通常在外管包围内管的区域中被加热。由于样品基本上仅位于该重要区域内的内管中,因此外石英玻璃管不被样品腐蚀。相反,陶瓷内管对碱金属离子和/或碱土金属离子和氢氟酸不敏感,并且因此不被这种类型的样品基质腐蚀。

[0007] 此外,根据本发明的解决方案有利地消除了对外管进行修改的需要。而是,可以保持现有的几何形状而无需对外管进行任何改变,使得根据本发明的燃烧管可用于已经存在的元素分析仪。这就意味着该领域中存在向下的兼容性。

[0008] 在一个实施例中,陶瓷是氧化铝陶瓷或氧化锆陶瓷。

[0009] 在另一个实施例中,燃烧管包括用于将水引入内管的内部容积中的入口元件,该入口元件可附接到内管。内管可以例如在入口元件的区域中被分裂,其中,入口元件被布置在两个分支中的一个分支中。但是,分裂不是绝对必要的。

[0010] 关于入口元件,还有利的是,入口元件包括可被插入到内管中的套管(特别是铂或铂合金)。当被附接到燃烧管时,套管然后优选地突出到内管的内部容积中。

[0011] 在又一实施例中,外管在样品出口的区域中的直径小于在样品出口区域以外的直径。特别地,燃烧管在样品出口的区域中变窄。在这种情况下,内管最多延伸到样品出口。

[0012] 在燃烧管的特别优选的实施例中,当内管已经被插入到外管中时,内管至少从外管的背离样品出口的第一端部区域延伸到样品出口。内管因此连续延伸直到外管的样品出口。内管还可以在外管的背离样品出口的区域中突出到外管之外。

[0013] 在替代的特别优选的实施例中,燃烧管包括中间管,该中间管可以被插入到外管中,并且在其已经被插入到外管中时至少部分地包围内管。内管因此至少部分地突出到中间管中,并且至少部分地位于内管被外管包围的区域中。

[0014] 在侵蚀性的样品例如含盐样品分析期间,中间管防止外石英玻璃管被腐蚀。中间管可以优选地以可拆卸的方式被插入到外管中,并且可以以可预确定时间间隔被更换。

[0015] 关于中间管,有利的是,将中间管布置在外管的面向外管的样品出口的区域中。样品因此从内管穿过中间管进入外管,并通过样品出口到燃烧管以外。

[0016] 有利的是,中间管由石英玻璃制成。

[0017] 还有利的是,中间管的内部容积至少部分地填充有牺牲材料,特别是石英片或石英棉的。

[0018] 含盐样品因此腐蚀中间管和牺牲材料。外管基本上不与样品接触,并因此不被腐蚀,特别是在样品被加热的区域中。优选地,在内管被外管包围的区域中至少部分地加热样品。

[0019] 进一步有利的是,中间管和/或内管的内部容积至少部分地填充有过滤材料。过滤材料优选被布置在面向外管的样品出口的区域中。

[0020] 还有利的是,中间管的内部容积至少部分地填充有催化剂,特别是氧化铝或氧化铈上的铂。这样,根据本发明的燃烧管也可以用于催化剂辅助样品分解。

[0021] 本发明的目的进一步通过一种用于样品的元素分析的装置来实现,该装置包括根据本发明的燃烧管。

[0022] 该装置优选是用于分析元素碳、氮、氟、硫、氯、氢或氧的装置。

[0023] 应当注意的是,结合根据本发明的燃烧管所描述的实施例也可以在细节上作必要修改后应用于根据本发明的装置,反之亦然。

附图说明

[0024] 参考以下附图更加详细地解释本发明。这些附图示出:

- [0025] 图1是现有技术的元素分析仪，
- [0026] 图2是现有技术的燃烧管，
- [0027] 图3a和图3b是根据本发明的具有连续内管的燃烧管，以及
- [0028] 图4a和图4b是根据本发明的具有中间管的燃烧管。
- [0029] 在附图中，相同的元件用相同的附图标记表示。

具体实施方式

[0030] 图1示出了现有技术的元素分析仪1的结构示意图。元素分析仪1包括具有用于引入样品的模块2和熔炉模块4，用于引入样品的模块2具有计量单元3，该计量单元3具有集成的样品供应。熔炉模块4具有熔炉5，熔炉5具有在此未示出的加热元件和绝热元件，燃烧管6设置在熔炉5中。气体制备单元9连接到熔炉5。熔炉模块4还包括装置控制单元10和介质管理单元11。

[0031] 燃烧管6具有入口7和样品出口8。入口7用于供应样品并引入所使用的反应气体和/或载气。在连续操作期间，燃烧管6通常被加热到在600°C和1300°C之间的内部温度。

[0032] 气体制备单元9被连接到检测器模块12，该检测器模块具有检测单元13和控制单元14，该检测单元13针对特定的待分析元素被适当地配置。元素分析仪1进一步包括上级单元15，该上级单元15例如用于评估测量信号并用于控制装置1的各个组件。

[0033] 应当注意的是，这里示出的元素分析仪1的结构仅应被理解为示例。本发明决不局限于这种元素分析仪1，而是可以应用于根据现有技术已知的相应装置1的各种变型。

[0034] 在图2中更加详细地示出了现有技术的燃烧管6。燃烧管6由石英玻璃制成并且具有外管16和在局部区域B中被外管16包围的内管17。相反，在入口7的区域中，内管17从外管16突出。气体和/或水可经由各种附加连接件18被引入到燃烧管6中。

[0035] 图3中示出了根据本发明的燃烧管6的第一种可能实施例。图3a所示的燃烧管具有石英玻璃外管16，该外管具有样品出口8，其中，外管16的直径在样品出口8的区域中减小或变窄。由陶瓷（例如氧化铝陶瓷）制成的内管17被插入到外管内部，在这里示出的实施例中，内管从外管16的样品出口8延伸到外管16的被布置在相反侧上的端部区域E，并在该端部区域E中从外管16突出。在其中外管16围绕内管17的区域B因此从样品出口8延伸到端部区域E。在端部区域E中布置有用于在内管17和外管16之间产生密封连接的连接元件22。连接元件22进一步具有气体连接件18a，该气体连接件例如可以向燃烧管6供应冲洗气体。

[0036] 此外，过滤元件21在样品出口8的区域中被插入到内管17中。然而，这种过滤元件21不是绝对必要的。在燃烧管6的面向样品出口8的区域中存在间隙19。在该区域中，冲洗气体可以例如在内管17和外管16之间流动。

[0037] 在燃烧管6的该实施例中，入口7用作样品入口以及反应气体和/或载气的入口。在位置20处面向样品出口8的区域中，样品从内管17进入外管16并通过样品出口8到检测器模块12。内管17可以例如在该区域中具有狭缝。

[0038] 图3b所示的根据本发明的燃烧管6的实施例与图3a的不同之处在于内管中的附加入口元件23。该入口元件23用于将水引入到内管17的内部容积中并且包括突出到内管17的内部容积中的套管24。套管24可以例如由铂或铂合金制成。

[0039] 图4示出了根据本发明的燃烧管6的进一步优选实施例。这里，燃烧管6还包括中间

管25,并且内管17部分地突出到中间管25中,但与图3的实施例形成对照,其没有延伸到样品出口8。

[0040] 中间管25被布置在外管16中的面向样品出口8的区域C中,并且同样由石英玻璃制成。在面向样品出口8的区域中,在中间管25的内部容积中布置过滤材料21,随后是牺牲材料26。在这种情况下,样品从内管17穿过特别是狭缝形的开口20a进入中间管25,并且从中间管25通过开口20b进入外管16,并且通过样品出口8到燃烧管6以外。

[0041] 中间管25保护外管16免受磨损。这是因为样品和反应气体和/或载气从陶瓷制成的内管17经由中间管25到样品出口,因此实际上不腐蚀外管16。

[0042] 催化剂也可以代替牺牲材料26而被布置在在中间管25中。在这种情况下,燃烧管6也可以被用于催化剂辅助样品分解。

[0043] 如在图3b的情况下一样,图4b中示出的实施例另外设置有用于将水引入到内管17的内部容积中的入口元件23。

[0044] 总之,本发明允许使用由陶瓷制成的内管17,该内管有利地对含盐样品(尤其是碱金属和/或碱土金属)不敏感。有效地防止了在每种情况下使用的样品和/或反应气体和/或载气与外管16之间的接触。这允许燃烧管6达到特别高的使用寿命。外管16不需要为此目的而被修改。

[0045] 附图标记

- [0046] 1 元素分析仪
- [0047] 2 样品供应模块
- [0048] 3 计量单元
- [0049] 4 熔炉模块
- [0050] 5 熔炉
- [0051] 6 燃烧管
- [0052] 7 入口
- [0053] 8 样品出口
- [0054] 9 气体制备单元
- [0055] 10 装置控制
- [0056] 11 介质管理单元
- [0057] 12 检测器模块
- [0058] 13 检测单元
- [0059] 14 控制单元
- [0060] 15 上级单元
- [0061] 16 外管
- [0062] 17 内管
- [0063] 18 连接件,气体连接件
- [0064] 19 内管与外管之间的间隙
- [0065] 20 开口,(a)内管,(b)中间管
- [0066] 21 过滤元件;过滤材料
- [0067] 22 连接元件

[0068]	23	入口元件
[0069]	24	套管
[0070]	25	中间管
[0071]	26	牺牲材料
[0072]	E	端部区域
[0073]	B	外管包围内管的区域
[0074]	C	布置有中间管的区域

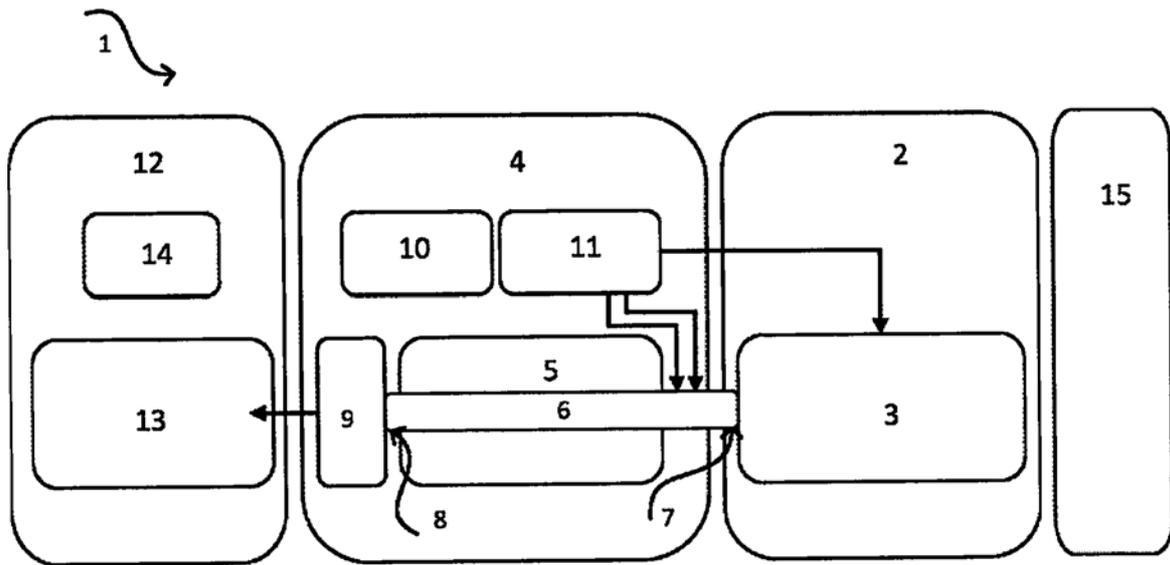


图1

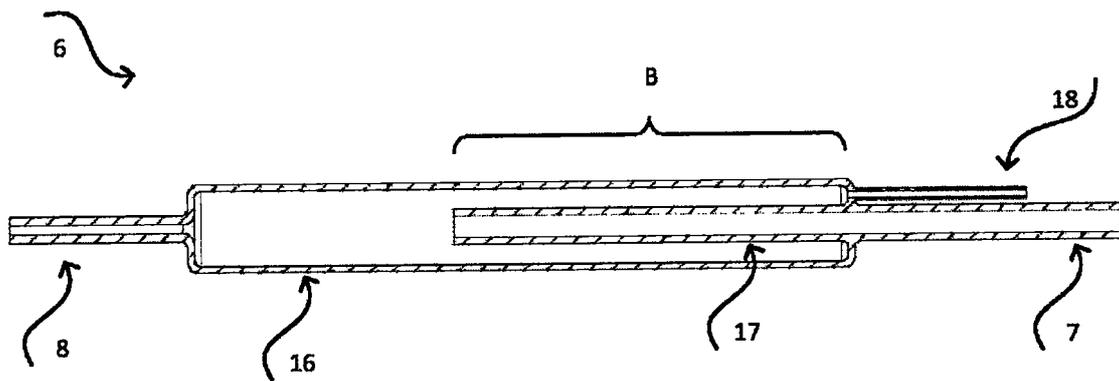


图2

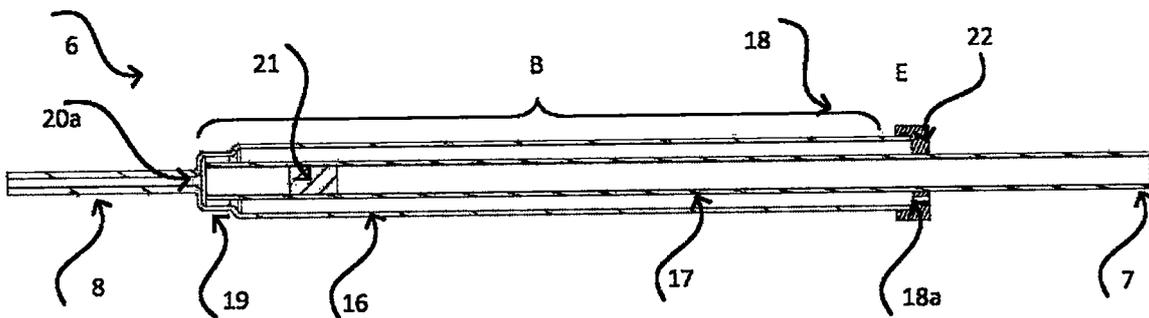


图3a

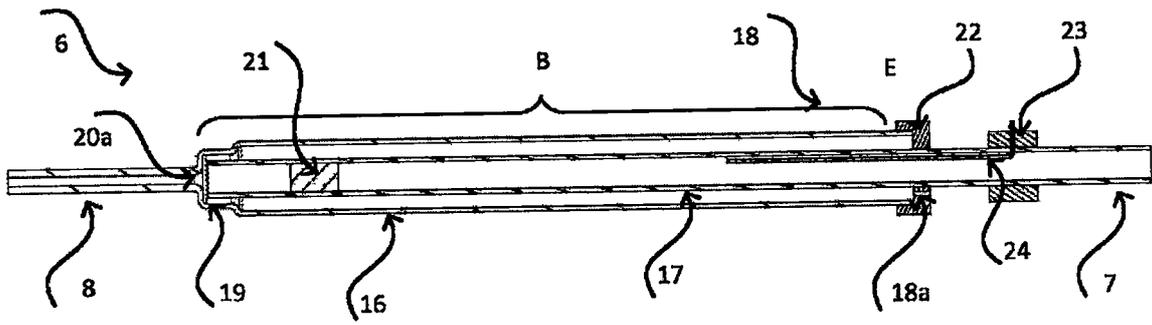


图3b

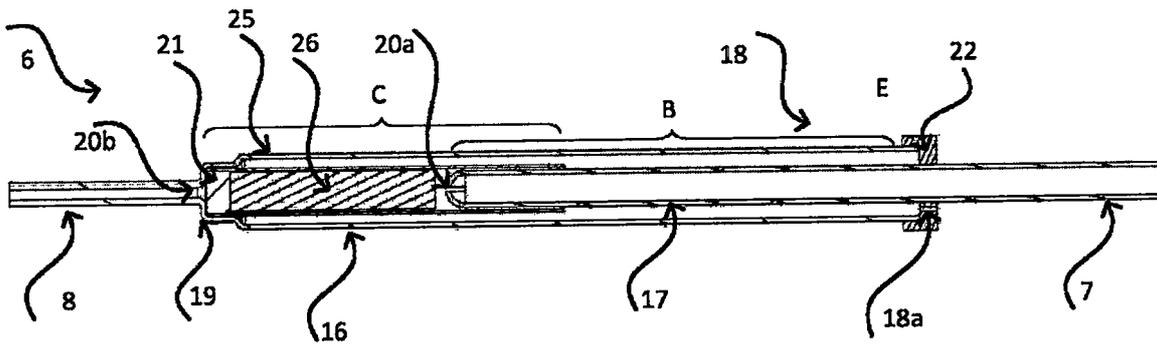


图4a

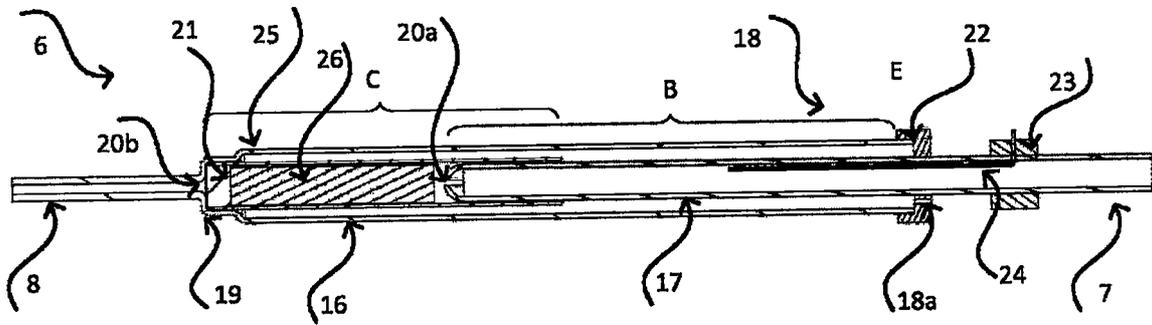


图4b