



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106568876 A

(43)申请公布日 2017. 04. 19

(21)申请号 201611008022.8

(22)申请日 2016.11.16

(71)申请人 上海化工研究院

地址 200062 上海市普陀区云岭东路345号

申请人 上海天科化工检测有限公司

(72)发明人 薛晓康 张小沁 刘刚 商照聪
林建 丁卯

(74)专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限公司 31225

代理人 陈亮

(51)Int.Cl.

G01N 30/16(2006.01)

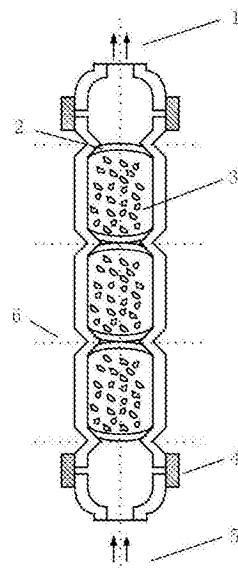
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置

(57)摘要

本发明涉及一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,包括多级贯通的玻璃管,相邻玻璃管的连接处为凹槽结构,填充在玻璃管中的吸附剂,设置在玻璃管顶端和底端的出气口及进气口。与现有技术相比,本发明可以使用不同的吸附剂进行多级吸附,选择性强、效率高、可靠性高以及轻便易操作。完成样品采集的采样玻璃管可利用预刻划痕分隔。并可将采集的样品直接通过顶空方式进入气质联用仪或气相色谱仪,不需另行转移,避免二次污染,可进行化学品定性、定量分析。



1. 一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,该装置包括:
多级贯通的玻璃管,相邻玻璃管的连接处为凹槽结构,
填充在玻璃管中的吸附剂,
设置在玻璃管顶端和底端的出气口及进气口。
2. 根据权利要求1所述的一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,相邻的玻璃管的连接处设有玻璃纤维布。
3. 根据权利要求1所述的一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,所述的凹槽结构处带有预刻划痕。
4. 根据权利要求1所述的一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,多级贯通的玻璃管内填充有不同的吸附剂。
5. 根据权利要求1或4所述的一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,所述的吸附剂为硅胶、氧化铝或活性炭。
6. 根据权利要求1所述的一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,其特征在于,所述的出气口及进气口处设有氟橡胶连接环。

一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置

技术领域

[0001] 本发明涉及一种采样装置,尤其是涉及一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置。

背景技术

[0002] 顶空分析(Headspace analysis)用于分析固体或液体顶部蒸气相中的有机挥发性物质。气相色谱和气质联用适用于分析挥发性和半挥发性的化合物,所以顶空分析不但可以作为独立的一种样品处理技术,也是一种非常适合与气质联用或气相色谱进行联用的分析方法。顶空分析可以直接得到样品所释放出的气体的化学组成,因此顶空分析法在挥发有机物分析方面有独特的意义和价值。顶空分析方法随着气质联用或气相色谱分析方法的发展也在不断更新和发展。尤其是近十年来对环境、食品及药品中挥发性有害物质的关注,使得顶空分析这一传统的分析方法再度成为分析化学工作者关注的热点。

[0003] 静态顶空分析法是较常用的方法,在仪器模式上可以分为三类:顶空气体直接进样模式、平衡加压采样模式和加压定容采样进样模式。其中的平衡加压采样模式系统由压力控制阀和气体进样针组成,待样品中的挥发性物质达到分配平衡时对顶空瓶内施加一定的气压将顶空气体直接压入到载气流中。但平衡加压采样模式的系统死体积小,具有很好的重现性。同样为了减少挥发性物质在管壁和注射器中的冷凝,应该对管壁和注射器加热到适当的温度,而且在每次进样前用气体清洗进样针。

[0004] 静态顶空分析与吸附法联用可进入气质联用或气相色谱,进行待测组分测定。吸附剂吸附待测组分可以使其与样品基本分离,达到富集浓缩的前处理目的。目前,用于吸附的商品化吸附管都是单一类型的吸附剂,即特定的一种吸附剂只可吸附特定的待测组分,无法实现多级贯流吸附。

[0005] 中国专利CN 203422237U公开了用于气质联用顶空分析的采样装置,包括内置固液吸附颗粒的顶空瓶,与顶空瓶联通,通过净化热空气对顶空瓶进行吹扫的通气导管,放置顶空瓶的密闭容器以及经抽气管道与密闭容器连接的抽气泵。在该专利中使用单一的吸附颗粒,且是单级的,只能吸附特定的待测组分。现申请的发明专利是采用多级贯流吸附式采样装置,可一次性串联多个不同的吸附单元,提高了吸附效率。

发明内容

[0006] 本发明的目的就是为了解决上述现有技术存在的缺陷而提供一种方便更换、选择性强的多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置。

[0007] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现:

[0008] 一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置,包括:

[0009] 多级贯通的玻璃管,相邻玻璃管的连接处为凹槽结构,多级贯流式的玻璃管更换容易,可预制多个多级贯流吸附采样;快速简便,适用于应急状态下采样等,并可将采集的样品直接放入顶空瓶进入气质联用仪或气相色谱仪,进行化学品定性、定量分析,

[0010] 填充在玻璃管中的吸附剂，

[0011] 设置在玻璃管顶端和底端的出气口及进气口。

[0012] 相邻的玻璃管的连接处设有玻璃纤维布，该种玻璃纤维布可耐高温300℃之间。非粘着性，不易粘附任何物质。耐化学腐蚀，能耐强酸、强碱、王水及各种有机溶剂的腐蚀。

[0013] 所述的凹槽结构处带有预刻划痕，采完样品之后，易于分离不同吸附剂的吸附材料，之后装入不同的顶空瓶中。

[0014] 多级贯通的玻璃管内填充有不同的吸附剂。

[0015] 所述的吸附剂为硅胶、氧化铝或活性炭，其中硅胶为一种亲水性的极性吸附剂，它主要用于气体混合物及石油组分的吸附等。氧化铝对极性物质有较强的亲和力，它主要用于极性化合物的吸附。活性炭含有很多毛细孔构造，具有优异的吸附能力，主要用于色素、气体吸附等。这些吸附材料多级贯流填装用于吸附不同组分。

[0016] 所述的出气口及进气口处设有氟橡胶连接环，起到连接采样管主体与出气口、进气口玻璃，可快速更换出气口、进气口玻璃，以方便进行连续采样。

[0017] 与现有技术相比，本发明针对所测定大气或气体中的多种特定待测组分，采用多级填装不同吸附剂或反应剂，然后将吸收管分级拆断，进行气质联用-顶空测定，其优点是：

[0018] 1) 选择性强。分别用各种极性、吸附孔径的吸附剂或特定固相反应剂，有效的吸附和富集待测组分，通过顶空进样脱附后进行测定。

[0019] 2) 效率高。可一次性串联多个不同吸附剂单元，同时进行抽气采样，可节约时间。

[0020] 3) 可靠性高。通过不同吸附剂对不同待测组分富集程度的比较，可准确判断其分布状态。

[0021] 4) 轻便易操作。与冷阱式富集装置比较，本装置体积和重量都大为减小。采样过程中进行简单的气体流量和时间控制即可。

附图说明

[0022] 图1为本发明的结构示意图；

[0023] 图2为多级贯通的玻璃管的结构示意图。

[0024] 图中，1-出气口，2-玻璃纤维布，3-吸附剂，4-氟橡胶连接环，5-进气口、6-预刻划痕。

具体实施方式

[0025] 下面结合附图和具体实施例对本发明进行详细说明。

[0026] 实施例

[0027] 一种多级贯流吸附式用于气质联用-顶空分析采样装置，其结构如图1所示，包括：

[0028] 多级贯通的玻璃管，相邻玻璃管的连接处为凹槽结构，如图2所示，多级贯流式的玻璃管更换容易，可预制多个多级贯流吸附采样；快速简便，适用于应急状态下采样等，并可将采集的样品直接放入顶空瓶进入气质联用仪或气相色谱仪，进行化学品定性、定量分析，填充在玻璃管中的吸附剂3，设置在玻璃管顶端和底端的出气口1及进气口5，出气口1及进气口5处设有氟橡胶连接环4。相邻的玻璃管的连接处设有玻璃纤维布2，该种玻璃纤维布可耐高温300℃之间。非粘着性，不易粘附任何物质。耐化学腐蚀，能耐强酸、强碱、王水及各

种有机溶剂的腐蚀。

[0029] 在凹槽结构处带有预刻划痕6,采完样品之后,易于分离不同吸附剂的吸附材料,之后装入不同的顶空瓶中。

[0030] 多级贯通的玻璃管内填充有不同的吸附剂3,包括硅胶、氧化铝或活性炭等,其中硅胶为一种亲水性的极性吸附剂,它主要用于气体混合物及石油组分的吸附等。氧化铝对极性物质有较强的亲和力,它主要用于极性化合物的吸附。活性炭含有很多毛细孔构造,具有优异的吸附能力,主要用于色素、气体吸附等。这些吸附材料多级贯流填装用于吸附不同组分。

[0031] 本发明在使用时,采用以下步骤:

[0032] (1) 在多级贯流玻璃管凹槽处预先刻上划痕,并安装氟橡胶连接环4连接多级贯流玻璃管和进出气口。

[0033] (2) 从下而上依次填装不同种类的吸附剂3,之间利用玻璃纤维布2分隔开。

[0034] (3) 在常温下,连接采样装置,在进气口通入高纯氮气一定的时间。后密封进气口和出气口以备用。

[0035] (4) 出气口连接抽气泵抽取待测气体或挥发有机物样品。根据待测气体或挥发有机物样品浓度确定采集时间。采集结束后密封进气口和出气口以备进样分析用。

[0036] (5) 切断不同吸附剂的玻璃管,放入顶空瓶中。将顶空瓶轧盖后放入气质联用或气相色谱顶空进样系统中进行有机挥发性物质的测定,并用空白进行对照。

[0037] 本技术领域中的普通技术人员应当认识到,以上的具体实施方式仅是用来说明本发明,而并非用作为对本发明的限定,只要在本发明的实质精神范围内,对以上所述具体实施方式的变化、变型都将落在本发明的权利要求书范围内。

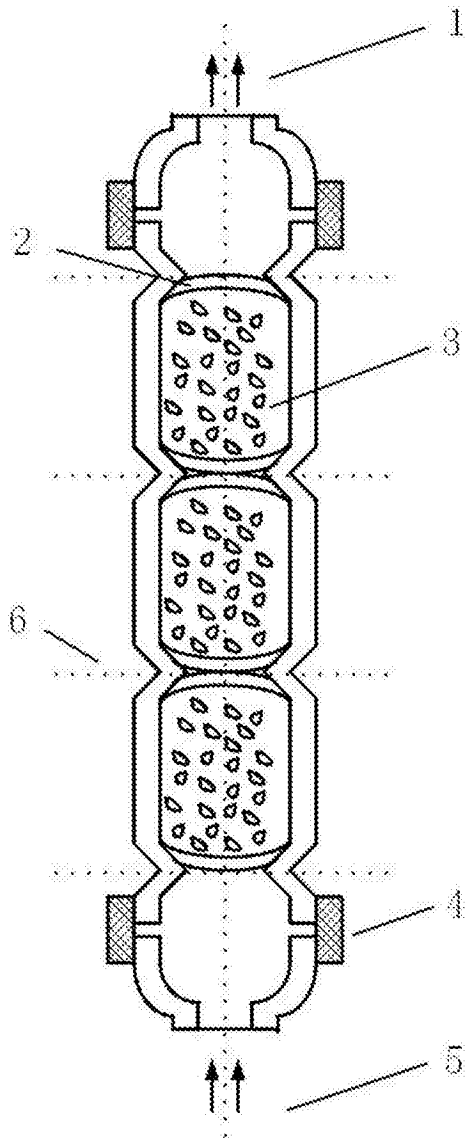


图1

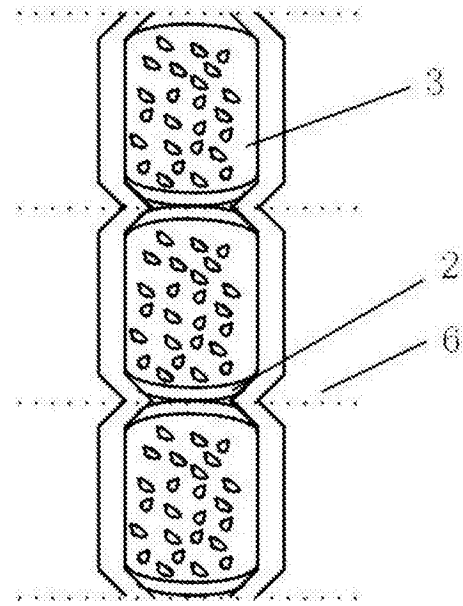


图2