



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105181419 B

(45)授权公告日 2017.11.17

(21)申请号 201510693062.X

(22)申请日 2015.10.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105181419 A

(43)申请公布日 2015.12.23

(73)专利权人 中国科学院合肥物质科学研究院

地址 230031 安徽省合肥市蜀山湖路350号

(72)发明人 沈成银 王鸿梅 黄超群 李爱悦
储焰南

(74)专利代理机构 北京科迪生专利代理有限责
任公司 11251

代理人 成金玉 孟娟

(51)Int.Cl.

G01N 1/28(2006.01)

(56)对比文件

CN 205067182 U, 2016.03.02,
WO 2006/070839 A1, 2006.07.06,
CN 201130114 Y, 2008.10.08,
CN 10278855 A, 2012.11.21,
CN 104716003 A, 2015.06.17,
CN 104761016 A, 2015.07.08,
WO 2015/115006 A1, 2015.08.06,
CN 103134875 A, 2013.06.05,
CN 103529115 A, 2014.01.22,

审查员 陈紫容

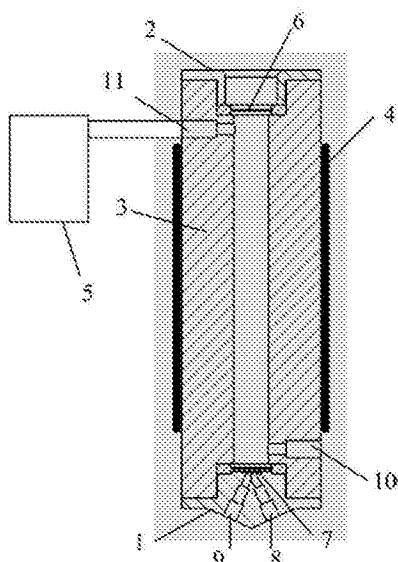
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的
在线和离线检测装置及检测方法

(57)摘要

本发明提出一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置及检测方法，包括在线进样口、离线进样口、喷雾筒、加热恒温套件、挥发性有机物检测装置、上微孔超声雾化片和下微孔超声雾化片；所述的在线进样口包括液体进样接口和液体出样接口；所述喷雾筒包括载气入口和载气出口；所述上微孔超声雾化片密封压于离线进样口与喷雾筒之间；所述下微孔超声雾化片密封压于在线进样口与喷雾筒之间；所述加热恒温套件包裹在喷雾筒周围；所述喷雾筒的载气出口与挥发性有机物检测装置相连。本发明可以实现微量水样中挥发性有机物的超高效提取，以及在线和离线检测。



1. 一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置，其特征在于包括：在线进样口（1）、离线进样口（2）、喷雾筒（3）、加热恒温套件（4）、挥发性有机物检测装置（5）、上微孔超声雾化片（6）和下微孔超声雾化片（7）；所述在线进样口（1）包括液体进样接口（8）和液体出样接口（9）；所述喷雾筒（3）开有载气入口（10）和载气出口（11）；所述上微孔超声雾化片（6）密封压于离线进样口（2）与喷雾筒（3）的一端之间；所述下微孔超声雾化片（7）密封压于在线进样口（1）与喷雾筒（3）的另一端之间；所述加热恒温套件（4）包裹在喷雾筒（3）周围；所述载气出口（11）与挥发性有机物检测装置（5）相连。

2. 根据权利要求1所述的一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置，其特征在于：所述上微孔超声雾化片（6）和下微孔超声雾化片（7）直径的范围为5mm～50mm；其中间部位密布通透的微孔，微孔直径为 $1\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ ；其产生的超声频率为20kHz～300kHz。

3. 根据权利要求1所述的一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置，其特征在于：所述喷雾筒（3）采用低吸附性的聚四氟乙烯材料或玻璃材料。

4. 根据权利要求1所述的一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置，其特征在于：所述挥发性有机物检测装置（5）为挥发性有机物检测的质谱装置、光谱装置或传感器。

5. 一种采用权利要求1-4任意之一所述的超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置进行检测的方法，其特征在于：能够实现水体中挥发性有机物的离线进样检测和在线进样检测，步骤如下：在线进样检测时，水样从在线进样口（1）的液体进样接口（8）连续进入，流经下微孔超声雾化片（7）后从液体出样接口（9）流出，下微孔超声雾化片（7）通电工作后，与下微孔超声雾化片（7）接触的水样通过微孔穿过下微孔超声雾化片（7），在喷雾筒（3）内形成雾状，水样中挥发性有机物在喷雾筒（3）内快速与周围载气达到平衡，载气从载气入口（10）进入，携带提取出的挥发性有机物从载气出口（11）进入挥发性有机物检测装置（5）；离线进样检测时，取微量水样滴于离线进样口（2）同侧的上微孔超声雾化片（6）表面，上微孔超声雾化片（6）通电工作后，微量水样穿过上微孔超声雾化片的微孔（6），在喷雾筒（3）内形成雾状，水样中挥发性有机物在喷雾筒（3）内快速与周围载气达到平衡，载气从载气入口（10）进入，携带提取出的挥发性有机物从载气出口（11）进入挥发性有机物检测装置（5）。

一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置及检测方法

技术领域

[0001] 本发明属于分析检测领域,具体涉及一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置及检测方法。

背景技术

[0002] 挥发性有机物是水体中的一大类重要污染物,具有持久性、迁移性,以及致癌、致畸、致突变的特性,所以水体中挥发性有机物在线检测在环境保护领域尤为受重视,另外,水体中挥发性有机物在线检测在体液代谢分析、细胞培养过程分析等生物医学研究和化学制备等领域同样具有重要意义。

[0003] 目前水体中挥发性有机物提取方法有固相萃取、固相微萃取法、液液萃取、顶空技术(含吹扫捕集法)、膜进样法、动态气体提取法、直接液体进样法等,被提取的挥发性有机物可以利用色谱或色谱质谱等有机物检测技术进行检测。其中前四种有机物提取方法均为离线富集取样方法,不满足在线检测需求,后三种虽可以在线提取挥发性有机物,但膜进样法的记忆效应导致响应较慢,动态气体提取法所需样品量大,直接液体进样法通过加热的载气对待测液体吹扫气化,通入的大量载气对目标有机物具有稀释作用。

[0004] 为此,发明专利“一种水中挥发性有机物喷雾提取的在线检测装置及检测方法”(ZL201210264400.4)中提出了一种水中挥发性有机物喷雾提取的在线检测装置及检测方法,利用加压喷雾的方式对水样进行雾化,利用质谱在线检测,实现了水中痕量挥发性有机物的在线提取和质谱检测。然而,该发明专利仅适合少量或大量样品的在线检测分析,不适合微量样品在线和离线检测分析。此外,该发明专利中的加压喷雾没有采用雾化气辅助雾化,避免了雾化气对有机物的稀释作用,但直接加压雾化的雾化效果有待提高,对有机物的提取效率和响应时间存在一定的影响。

发明内容

[0005] 本发明的技术解决问题:克服现有水体中挥发性有机物提取检测的不足,提供一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置及检测方法,可以实现对痕量水体中挥发性有机物进行超高效提取,并实现在线或离线的高灵敏检测。

[0006] 本发明技术解决方案:一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置,包括在线进样口、离线进样口、喷雾筒、加热恒温套件、挥发性有机物检测装置、上微孔超声雾化片和下微孔超声雾化片;所述在线进样口包括液体进样接口和液体出样接口;所述喷雾筒上开有载气入口和载气出口;所述上微孔超声雾化片密封压于离线进样口与喷雾筒的一端之间;所述下微孔超声雾化片密封压于在线进样口与喷雾筒的另一端之间;所述加热恒温套件包裹在喷雾筒周围;所述载气出口与挥发性有机物检测装置相连。

[0007] 所述的上微孔超声雾化片和下微孔超声雾化片的直径可在5mm~50mm;其中间部位密布通透的微孔,微孔直径在1μm~20μm;其产生的超声频率可在20kHz~300kHz。

[0008] 所述的喷雾筒可以是低吸附性的聚四氟乙烯材料或玻璃材料。

[0009] 所述的挥发性有机物检测装置可以是挥发性有机物检测的质谱装置、光谱装置和传感器等。

[0010] 本发明检测方法的特征在于可实现水体中挥发性有机物的离线进样检测和在线进样检测。该方法的具体工作过程如下：在线进样检测时，水样可从在线进样口的液体进样接口连续进入，流经下微孔超声雾化片从液体出样接口流出，给下微孔超声雾化片通电工作后，与下微孔超声雾化片接触的水样可穿过微孔超声雾化片，在喷雾筒内形成雾状，水样中挥发性有机物在喷雾筒内快速与周围载气达到平衡，载气从载气入口进入，携带提取出的挥发性有机物从载气出口进入挥发性有机物检测装置。离线进样检测时，可取微量水样滴于离线进样口同侧的上微孔超声雾化片表面，给上微孔超声雾化片通电工作后，微量水样可穿过上微孔超声雾化片的微孔，在喷雾筒内形成雾状，水样中挥发性有机物在喷雾筒内快速与周围载气达到平衡，载气从载气入口进入，携带提取出的挥发性有机物从载气出口进入挥发性有机物检测装置。

[0011] 本发明与现有技术相比的优点在于：

[0012] (1) 本发明可以实现微量水样中挥发性有机物的快速提取和高灵敏检测。由于微孔超声雾化片的使用，可以让微量水样快速超高效雾化，不仅所需样品量进一步减少，而且超高效雾化过程提高了有机物的提取效率和速度，特别适合于微量生物样品中挥发性有机物的提取检测。

[0013] (2) 本发明同时具备水样中挥发性有机物的在线提取和离线提取两种功能。在线取样和离线取样可以根据需要选择使用，既可以在样品量较多时在线进样，也可以在样品量较少时，通过微量进样器取样的方式离线进样。

附图说明

[0014] 图1为本发明的超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置示意图。

具体实施方式

[0015] 如图1所示，为本发明一种超声雾化提取水体中挥发性有机物的在线和离线检测装置包括在线进样口1、离线进样口2、喷雾筒3、加热恒温套件4、挥发性有机物检测装置5、上微孔超声雾化片6和下微孔超声雾化片7；所述的在线进样口1包括液体进样接口8和液体出样接口9；所述喷雾筒3开有载气入口10和载气出口11；所述上微孔超声雾化片6密封压于离线进样口2与喷雾筒3之间；所述下微孔超声雾化片7密封压于在线进样口1与喷雾筒3之间；所述加热恒温套件4包裹在喷雾筒3周围；所述载气出口11与挥发性有机物检测装置5相连。上微孔超声雾化片6和下微孔超声雾化片7的四周边缘有密封垫片，分别被压在线进样口1、离线进样口2与喷雾筒3之间。

[0016] 为了尽可能提高系统的响应速度，喷雾筒3的内径可在5mm～50mm范围内，高度可在50mm～400mm范围内；上微孔超声雾化片6和下微孔超声雾化片7对应直径可在5mm～50mm，其中间部位密布通透的微孔，微孔直径可在1μm～20μm，超声片厚度可在0.05mm～0.5mm；与液体进样接口8和液体出样接口9连接的管子内径应在0.05mm～5mm。

[0017] 为了提高水的雾化效果,上微孔超声雾化片6和下微孔超声雾化片7的超声频率可在20kHz~300kHz。

[0018] 检测待测水样前,先测空白水样,一方面清洗系统,一方面获取系统本底信号。

[0019] 在线进样检测时,水样可从在线进样口1的液体进样接口8连续进入,流经下微孔超声雾化片7从液体出样接口9流出,给下微孔超声雾化片7通电工作后,与下微孔超声雾化片7接触的水样可通过微孔穿过下微孔超声雾化片7,在喷雾筒3内形成雾状,水样中挥发性有机物在喷雾筒3内快速与周围载气达到平衡,载气从载气入口10进入,携带提取出的挥发性有机物从载气出口11进入挥发性有机物检测装置5;

[0020] 离线进样检测时,可取微量水样滴于离线进样口2同侧的上微孔超声雾化片6表面,给上微孔超声雾化片6通电工作后,微量水样可穿过上微孔超声雾化片的微孔6,在喷雾筒3内形成雾状,水样中挥发性有机物在喷雾筒3内快速与周围载气达到平衡,载气从载气入口10进入,携带提取出的挥发性有机物从载气出口11进入挥发性有机物检测装置5。

[0021] 喷雾检测水样时,为了避免载气对挥发性有机物的稀释,从载气入口10通入载气流量在0~1L/min;待测水样检测完成后,为了快速去除残留的样气,从载气入口10通入1L/min~10L/min的载气快速冲洗喷雾筒3。

[0022] 为了防止喷雾筒3的壁材料吸附和本底干扰,喷雾筒3可以是低吸附性的聚四氟乙烯材料或玻璃材料,并且喷雾筒3外部要有加热恒温套件4的包裹,维持喷雾筒3内恒温并且温度可调节。加热恒温套件4可以是包含电热线和保温棉的柔性筒状或片状材料,方便包裹捆扎在喷雾筒3外侧。

[0023] 与载气出口11相连的挥发性有机物检测装置5,可以是挥发性有机物检测的质谱装置、光谱装置和传感器等。

[0024] 本发明说明书未详细阐述部分属于本领域公知技术。

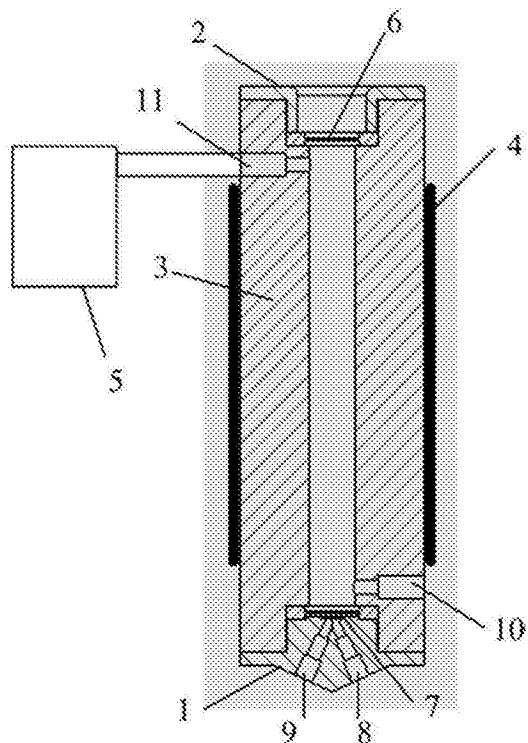


图1