



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113740552 B

(45) 授权公告日 2023. 08. 22

(21) 申请号 202111031269.2

(22) 申请日 2021.09.03

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113740552 A

(43) 申请公布日 2021.12.03

(73) 专利权人 中国工程物理研究院材料研究所

地址 621700 四川省绵阳市江油市华丰新村9号

(72) 发明人 王泽骥 何康昊 胡俊 杨莞

陈闽 石岩

(74) 专利代理机构 北京高沃律师事务所 11569

专利代理师 石佳

(51) Int. Cl.

G01N 35/10 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 105651854 A, 2016.06.08

CN 106596381 A, 2017.04.26

CN 109390204 A, 2019.02.26

CN 212723193 U, 2021.03.16

JP 2015195112 A, 2015.11.05

US 2006000256 A1, 2006.01.05

JP H10252942 A, 1998.09.22

CN 103341330 A, 2013.10.09

CN 101246095 A, 2008.08.20

CN 110927240 A, 2020.03.27

CN 207112072 U, 2018.03.16

CN 101776509 A, 2010.07.14

JP 2008208723 A, 2008.09.11

CN 108151961 A, 2018.06.12

CN 111307921 A, 2020.06.19

CN 111665292 A, 2020.09.15

CN 1844443 A, 2006.10.11

石岩等.《氦对不饱和氧化铀吸氦行为的影响》.《核化学与放射化学》.2005,第27卷(第1期),第24-26页.

审查员 胡议文

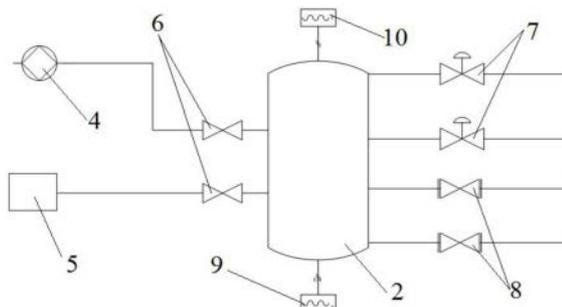
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种具备配气功能的进样系统

(57) 摘要

本发明公开了一种具备配气功能的进样系统,包括配气罐、真空规、分子泵组、进气阀门和气体分析仪器,配气罐上至少设置有两个不同量程的真空规,配气罐的柱面侧壁的进气管上连通有进气阀门、出气管分别连通有分子泵组和气体分析仪器,配气罐的稳定压力为 10^{-2} - 10^5 Pa。本发明采用恒温静态配气法,利用不同量程的真空规与相应的进气阀门配合能够准确配比低百分比气体和高百分比气体,可根据样品气基体及待测组分类型及大致含量,及时、针对性的临用新配标准气体,配气精度高;该系统结构紧凑,操作简便,可靠性高,采用模块化设计,可扩展性强,适用范围广,不仅适用于各工况下低百分比含量气体分析,也适用于常量气体分析。



CN 113740552 B

1. 一种具备配气功能的进样系统,其特征在于:包括配气罐、气压测量装置、分子泵组、进气阀门和气体分析仪器,所述配气罐上至少设置有两个不同量程的所述气压测量装置,所述配气罐的柱面侧壁上设置有若干个进气管和出气管,每个所述进气管上均设置有所述进气阀门,其中两个所述出气管分别连通有所述分子泵组和所述气体分析仪器,所述配气罐的稳定压力为 $10^{-2} - 10^5$ Pa;所述进气阀门包括至少一个计量阀和微漏阀,所述进气阀门用于连通样品源,所述气压测量装置为真空规,所述真空规包括小量程真空规和大量程真空规,所述小量程真空规的量程采用 $1.1 - 11$ hPa,所述小量程真空规用于测量低百分比含量气体,所述大量程真空规的量程采用 1100 hPa,所述大量程真空规用于测量整体进样或配气压力,两者的精度均为 0.2% FS,利用所述小量程真空规与所述微漏阀能够准确配比低百分比气体;利用所述大量程真空规与所述计量阀能够准确配比高百分比气体,所述具备配气功能的进样系统的漏率优于 $1 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。

2. 根据权利要求1所述的具备配气功能的进样系统,其特征在于:所述进气管设置有四个,所述进气阀门包括两个所述计量阀和两个所述微漏阀,所述计量阀为波纹管计量阀。

3. 根据权利要求1所述的具备配气功能的进样系统,其特征在于:所述气体分析仪器为质谱仪、气相色谱仪、拉曼光谱仪或者红外光谱仪。

4. 根据权利要求1所述的具备配气功能的进样系统,其特征在于:所述分子泵组和所述气体分析仪器与所述配气罐之间的管路上均设置阀门。

5. 根据权利要求1所述的具备配气功能的进样系统,其特征在于:所述进气管和所述出气管采用VCR接头接口或者CF法兰接口或者卡套连接或者焊接的连接方式,所述配气罐和管路均采用内外抛光的316L不锈钢。

6. 根据权利要求1所述的具备配气功能的进样系统,其特征在于:所述配气罐通过固定支架水平设置于一实验平台上,所述配气罐上设置有至少一个真空计。

一种具备配气功能的进样系统

技术领域

[0001] 本发明涉及气体进样系统的技术领域,特别是涉及一种具备配气功能的进样系统。

背景技术

[0002] 气相色谱、质谱等气体分析常用仪器采用进样系统,在设定参数(温度、压力、体积等)下将具有确定待测组分含量的标准气体及样品气引入,目前广泛应用的进样系统存在以下不足:

[0003] 1. 大多数进样系统,包括复杂的多阀多柱系统、中心切割微板流路系统等仅起到将气体在设定参数下引入分析装置的作用,对于温度、压力、体积等参数精确度控制良好,但不具备标准气体配制功能,只能依赖于商品化标准气体,对于氢同位素工程等特殊应用场景的样品气检测只能考虑定制标气,时效性差。

[0004] 2. 少数具备配气功能的进样系统仅能进行简单组分、常量标气配制;或根据经验方法配制特定组分低含量标气,专用于特定工况样品气分析。以上进样系统对于低百分比含量(1%以下至ppm,下同)气体样品分析均不具备普遍适用性,难以根据样品气基体及待测组分类型及大致含量,及时、针对性配制标准气体,分析灵活性差。

[0005] 3. 低百分比含量气体精确定量须绘制校准曲线。采用传统进样系统,需根据样品气基体及待测组分类型、大致含量向厂家定制一系列不同浓度标准气,当样品气中待测组分含量发生显著变化时,原有标准气可能不再适用,因而气体浪费大。同时,对于氢同位素等存在同位素交换反应的气体,低含量多组分标准气体无法临用新配还将显著影响测量准确度及精密度,造成分析结果不可靠。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种具备配气功能的进样系统,以解决上述现有技术存在的问题,可兼容多种气体分析仪器,使分析结果准确度及精密度、分析灵活性提高,缩短分析时间。

[0007] 为实现上述目的,本发明提供了如下方案:

[0008] 本发明提供了一种具备配气功能的进样系统,包括配气罐、气压测量装置、分子泵组、进气阀门和气体分析仪器,所述配气罐上至少设置有两个不同量程的所述气压测量装置,所述配气罐的柱面侧壁上设置有若干个进气管和出气管,每个所述进气管上均设置有所述进气阀门,其中两个所述出气管分别连通有所述分子泵组和所述气体分析仪器,所述配气罐的稳定压力为 10^{-2} - 10^5 Pa。

[0009] 优选的,所述进气阀门包括至少一个计量阀和或微漏阀,所述进气阀门用于连通样品源。

[0010] 优选的,所述进气管设置有四个,所述进气阀门包括两个所述计量阀和两个所述微漏阀,所述计量阀为波纹管计量阀。

- [0011] 优选的,所述气体分析仪器为质谱仪、气相色谱仪、拉曼光谱仪或者红外光谱仪。
- [0012] 优选的,所述气压测量装置为真空规,所述真空规包括小量程真空规和大量程真空规,所述小量程真空规的量程采用1.1-11hPa,所述小量程真空规用于测量低百分比含量气体,所述大量程真空规的量程采用1100hPa,所述大量程真空规用于测量整体进样或配气压力,两者的精度均为0.2%FS。
- [0013] 优选的,所述分子泵组和所述气体分析仪器与所述配气罐之间的管路上均设置阀门。
- [0014] 优选的,所述进气管和所述出气管采用VCR接头接口或者CF法兰接口或者卡套或者焊接的连接方式,所述配气罐和管路均采用内外抛光的316L不锈钢,所述具备配气功能的进样系统的漏率优于 $1 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。
- [0015] 优选的,所述配气罐通过固定支架水平设置于一实验平台上,所述配气罐上设置有至少一个真空计。
- [0016] 本发明相对于现有技术取得了以下技术效果:
- [0017] 本发明采用恒温静态配气法,利用不同量程的气压测量装置,与相应的进气阀门配合能够准确配比低百分比气体和高百分比气体,可根据样品气基体及待测组分类型及大致含量,及时、针对性的临用新配标准气体,配气精度高;该系统结构紧凑,操作简便,可靠性高,采用模块化设计,可扩展性强,适用范围广,不仅适用于各工况下低百分比含量气体分析,也适用于常量气体分析。

附图说明

- [0018] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。
- [0019] 图1为本发明具备配气功能的进样系统的PID流程图;
- [0020] 图2为本发明具备配气功能的进样系统的结构示意图一;
- [0021] 图3为本发明具备配气功能的进样系统的结构示意图二;
- [0022] 图4为本发明中四极质谱测试10ppm-160ppm范围内响应曲线;
- [0023] 图5为本发明中四极质谱测试在40ppm-70ppm范围内标准曲线;
- [0024] 图6为本发明中四极质谱测试在125ppm-160ppm范围内标准曲线;
- [0025] 其中:1-具备配气功能的进样系统,2-配气罐,3-真空计,4-分子泵组,5-气体分析仪器,6-阀门,7-计量阀,8-微漏阀,9-小量程真空规,10-大量程真空规,11-实验平台。

具体实施方式

[0026] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有付出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0027] 本发明的目的是提供一种具备配气功能的进样系统,以解决现有技术存在的问

题,使可兼多种气体分析仪器,使分析结果准确度及精密度、分析灵活性提高,缩短分析时间。

[0028] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明。

[0029] 如图1至图6所示:本实施例提供了一种具备配气功能的进样系统1,包括配气罐2、气压测量装置、分子泵组4、进气阀门和气体分析仪器5,配气罐2上至少设置有两个不同量程的气压测量装置,配气罐2的柱面侧壁的进气管上设置有若干个进气管和出气管,每个进气管上均设置有进气阀门,其中两个出气管分别连通有分子泵组4和气体分析仪器5,配气罐2的稳定压力为 10^{-2} - 10^5 Pa。

[0030] 进气阀门包括至少一个计量阀7和或微漏阀8,进气阀门用于连通样品源。本实施例中的进气管设置有四个,进气阀门包括两个计量阀7和两个微漏阀8,分别与一个进气管对应设置,可根据实际情况增加或减少进气管路和阀门的数目,计量阀7为波纹管计量阀,能精确调节进样压力,配气罐2的柱面侧壁设置进气阀门,死体积小,普遍适用于低百分比含量气体分析。进气阀门也可以为全装微漏阀,兼具计量阀和微漏阀的调节范围。

[0031] 气体分析仪器5为质谱仪、气相色谱仪、拉曼光谱仪或者红外光谱仪。

[0032] 气压测量装置为真空规,真空规包括小量程真空规9和大量程真空规10,小量程真空规9的量程采用1.1-11hPa,小量程真空规9用于测量低百分比含量气体,大量程真空规10的量程采用1100hPa,大量程真空规10用于测量整体进样或配气压力,两者的精度均为0.2%FS。若设置有多个真空规,可以在小量程和大量程之间添加量程为110hPa和5500hPa等实际中存在的一些量程的真空规。本实施例中可利用小量程的真空规与微漏阀8能够准确配比低百分比气体;利用大量程的真空规与计量阀7能够准确配比高百分比气体,可根据样品气基体及待测组分类型及大致含量,及时、针对性的临用新配标准气体,有效消除氢同位素等存在同位素交换的气体在存放过程中因反应造成的低含量组分浓度不可忽略变化,在保证分析结果准确度及精密度同时,极大提高分析灵活性,缩短分析时间,配气精度高,适用范围广。

[0033] 分子泵组4和气体分析仪器5与配气罐2之间的管路上均设置阀门6,控制气路通断。进气管和出气管与外部连接采用VCR接头接口或者CF法兰接口或者卡套连接或者焊接的连接方式,配气罐2和管路均采用内外抛光的316L高纯不锈钢,具备配气功能的进样系统1的漏率优于 1×10^{-9} Pa·m³/s。其中,分子泵组4结合大量程真空规10与计量阀7、微漏阀8可在较宽范围内精确调控压力、体积等进样参数,显著提高了分析精密度及准确度。配气罐2通过固定支架水平设置于一实验平台11上,配气罐2上设置有至少一个真空计3,实时监测配气罐2内的真空度或气压。

[0034] 本实施例以配气罐2进气、抽气、测量过程中均保证有且仅有一路管路阀门为通。进气管路分列一端,真空度达到低于 10^{-2} Pa,配气采用先低百分比,后高百分比的顺序依次进气。低百分比含量气体通过微漏阀8调节进气,并用小量程真空规9读取压力值,在压力达到设定范围后,关闭微漏阀8;高百分比含量气体通过计量阀7调节进气,并用大量程真空规10读取压力值,在压力达到设定范围,关闭计量阀7。在相同体积下,气体含量百分比为充气压力百分比,连接真空泵以及分析仪器的阀门靠近罐体,尽量增加流导,减小死体积。相应的,所有的管路都采用VCR接头和CF法兰连接,管路和配气罐2均采用316L高纯不锈钢制作,

内外抛光,使整体漏率优于 $1 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$,从而保证在配气充气过程内,压力相对稳定。通过低百分比含量气体能准确稳定在0.5Pa附近,总气压稳定在1bar,配气比例可以下探到5ppm。

[0035] 本实施例作为进样装置原理与高百分比配气原理相同,每次配气/进样,通过分子泵组4抽配气罐2,重新进样可以灵活切换。配气罐2体积相远大于进样体积,可以保证一段时间内进样压力稳定。

[0036] 性能测试实验:

[0037] 当本实施例的进气系统用于氢同位素分析领域时,可测试四极质谱检测器对极低百分比含量的D/H混合气体的工作曲线。

[0038] 通过一个微漏阀8连接高纯氖气(D_2),一个计量阀7连接高纯氢气(H_2)。每次通过分子泵组4将配气罐2抽到 10^{-2}Pa 数量级情况下,分别以增加1Pa左右的步长充入氖气,再通过计量阀7充入氢气到1个大气压。每次都能在几分钟内通过微漏阀8缓慢控制压力到设定压力附近,并能保持7分钟以上的稳定。

[0039] 四极质谱检测器为Faraday杯,每次进样外部进样压力为1bar,调节微漏阀8使得四极质谱腔内压力显示为 $1\text{E}^{-6} \text{hPa}$ 内外压力差为9个数量级,可保证内外压力在测量时间范围内稳定。测量低含量的氖气选择质量数为4amu的信号来表征,锁定扫描,多次测量取平均值,氖气相对含量由配气压力比算出。

[0040] 从图4可以看出,在极低相对含量的D/H中,15ppm-160ppm范围内,随着氖含量增多,4amu的信号呈上升趋势。氖气相对含量低时,信号小,系统误差大,导致线性度并不是很好,但是,若取点足够密集,可以得出精度在10ppm范围内气体含量,并且可以根据实际情况,在待测气体含量附近做出更加密集的数据点进行分析,完全可行。从图4还可以看出,响应曲线在一定范围内,有比较好的线性度。图5为采用本实施例的进样系统,四极质谱检测器测试在40ppm-70ppm范围内标准曲线,线性度达到0.98。图6为采用本进样系统,四极质谱检测器测试在125ppm-160ppm范围内标准曲线,线性度达到0.99。在如此低浓度范围内,线性度表现已经足够好。由此可见,可以根据样品的大致含量,选择不同浓度范围的标准曲线定量。本实施例的配气进样系统设计完全满足低浓度氢同位素混合标准气体配制及样品分析需求。

[0041] 本说明书中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述,以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想;同时,对于本领域的一般技术人员,依据本发明的思想,在具体实施方式及应用范围上均会有改变之处。综上所述,本说明书内容不应理解为对本发明的限制。

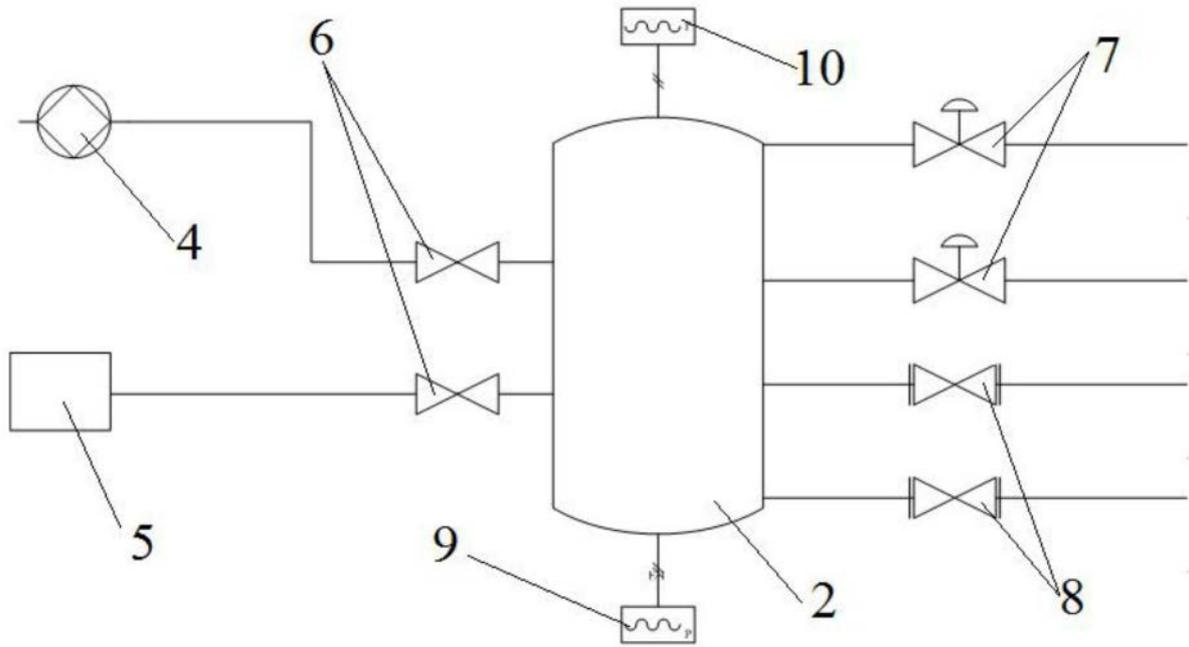


图1

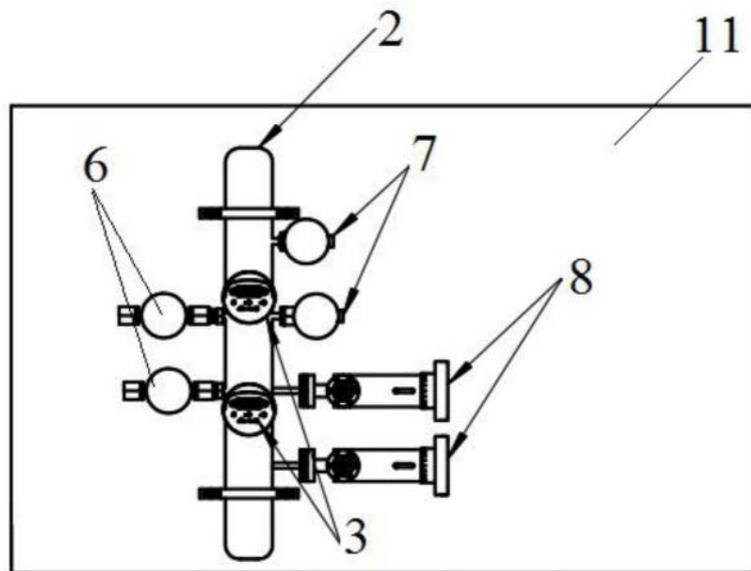


图2

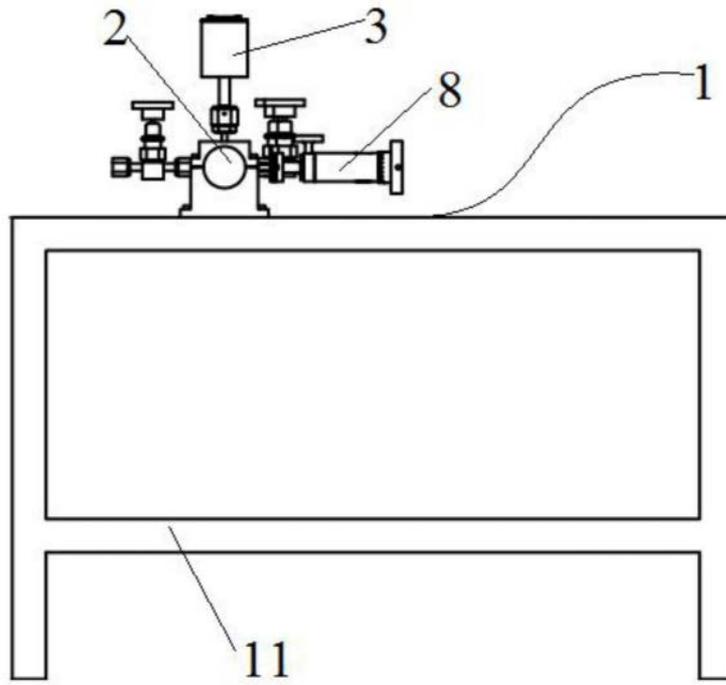


图3

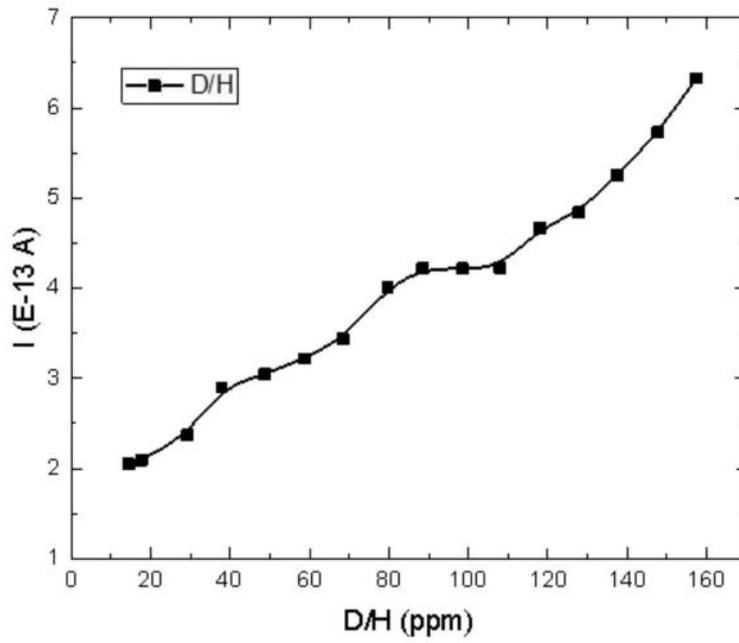


图4

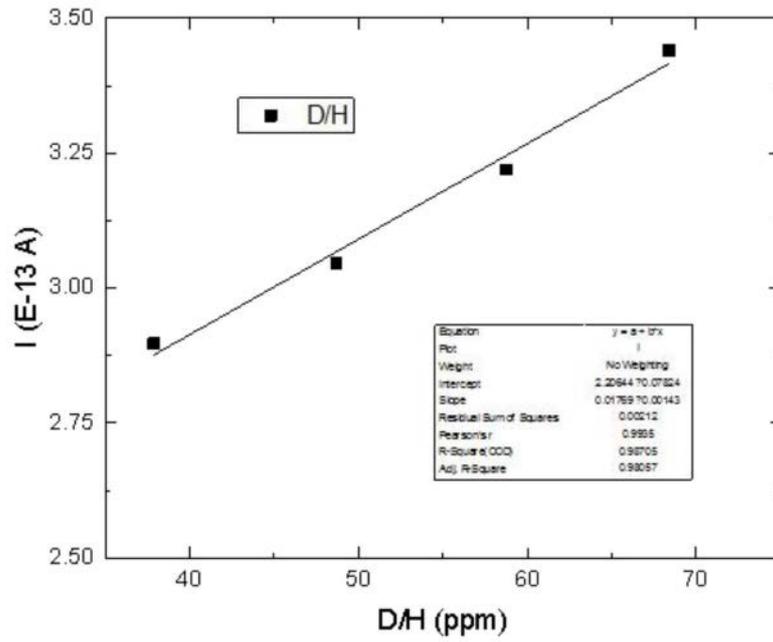


图5

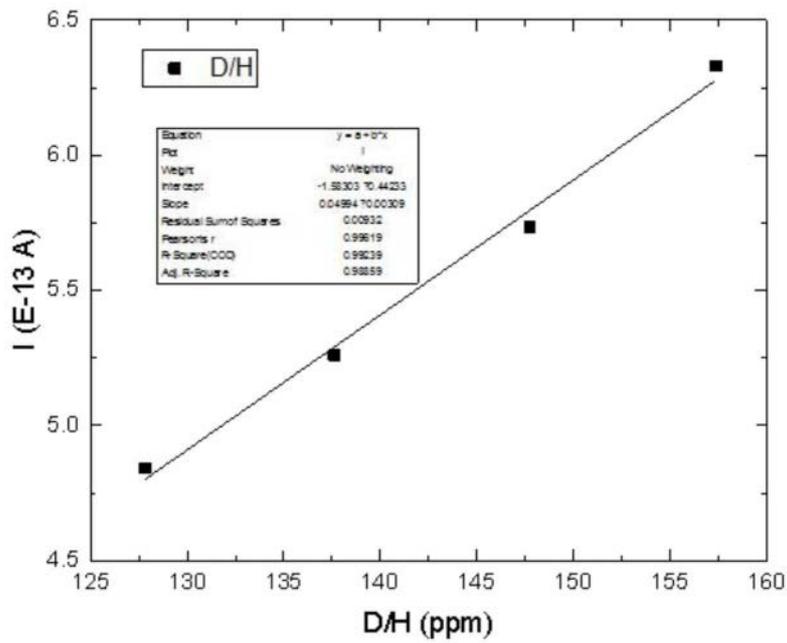


图6