



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105784887 B

(45)授权公告日 2018.09.25

(21)申请号 201610132825.8

(22)申请日 2016.03.09

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 105784887 A

(43)申请公布日 2016.07.20

(73)专利权人 上海烟草集团有限责任公司  
地址 200082 上海市杨浦区长阳路717号

(72)发明人 任雯黎 刘百战 陈磊 吴达

(74)专利代理机构 上海光华专利事务所(普通合伙) 31219

代理人 夏怡琚

(51)Int.Cl.

G01N 30/14(2006.01)

(56)对比文件

- CN 202361796 U, 2012.08.01,
- CN 202361796 U, 2012.08.01,
- CN 2884202 Y, 2007.03.28,
- CN 101337178 A, 2009.01.07,
- CN 103226139 A, 2013.07.31,
- CN 204439604 U, 2015.07.01,
- CN 2773662 Y, 2006.04.19,
- JP H07275601 A, 1995.10.24,
- JP S58148959 A, 1983.09.05,

审查员 黎作佳

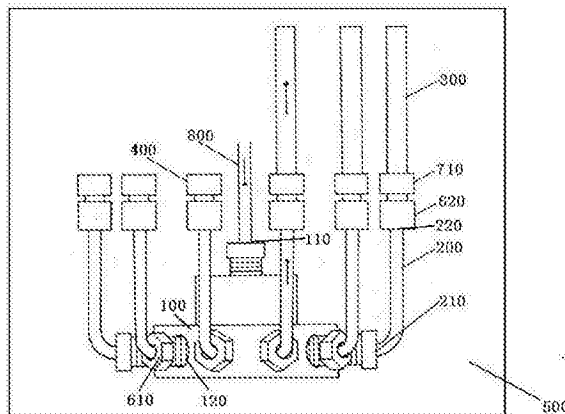
权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54)发明名称

热脱附管的老化装置及其老化方法

(57)摘要

本发明提供一种涉及热脱附管老化技术领域的热脱附管的老化装置及其老化方法,老化装置包括:中空底座,所述中空底座上设有气体流入口和若干个气体流出口;若干个流出气路管,所述流出气路管的进气端与相应的所述气体流出口连接,所述流出气路管的出气端安装热脱附管或者闷头。与商品化老化仪使用加热管套或加热模块对热脱附管进行加热不同,本发明采用烘箱中空气加热的方式,温度更均匀、精确,无任何冷点,过热点;且造价极低,大大节省了仪器成本。



1. 一种热脱附管的老化装置,其特征在于,包括:

中空底座(100),所述中空底座(100)上设有气体流入口(110)和若干个气体流出口(120);

若干个流出气路管(200),所述流出气路管(200)的进气端(210)与相应的所述气体流出口(120)连接,所述流出气路管(200)的出气端(220)安装热脱附管(300)或者闷头(400);所述热脱附管的老化装置放置于烘箱(500)中;

所述气体流入口(110)设置于所述中空底座(100)的顶部;

所述流出气路管(200)竖直设置,所述流出气路管(200)的进气端(210)处于所述流出气路管(200)的出气端(220)的下方。

2. 根据权利要求1所述的热脱附管的老化装置,其特征在于:若干个气体流出口(120)均布于所述中空底座(100)的侧面。

3. 根据权利要求1所述的热脱附管的老化装置,其特征在于:每个所述气体流出口(120)通过相应的座体转接件(610)与所述流出气路管(200)连接。

4. 根据权利要求1所述的热脱附管的老化装置,其特征在于:每个所述流出气路管(200)的出气端(220)上设有管体转接件(620)。

5. 采用权利要求1-4中任意一项所述的热脱附管的老化装置的老化方法,其特征在于:包括以下步骤:

将需要进行老化的热脱附管(300)安装在相应的流出气路管(200)的出气端(220),在未安装热脱附管(300)的流出气路管(200)的出气端(220)上安装闷头(400);

将热脱附管的老化装置放入烘箱(500)中,将工作气体通过所述气体流入口(110)通入所述中空底座(100),工作气体再分别通过流出气路管(200)后,从热脱附管(300)流出;

开启烘箱(500),使所述烘箱(500)的温度升高,对所述热脱附管(300)进行老化,所述热脱附管(300)的管内残留的化合物随着工作气体被带出。

6. 根据权利要求5所述的热脱附管的老化装置,其特征在于:所述工作气体的流量为50-150mL/min。

7. 根据权利要求5所述的热脱附管的老化装置,其特征在于:所述烘箱(500)的温度升高达到300℃-400℃。

## 热脱附管的老化装置及其老化方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及热脱附管老化技术领域,特别是涉及一种热脱附管的老化装置及其老化方法。

### 背景技术

[0002] 热脱附管是常用于热脱附分析中的主要物品,是装有一种或多种固体吸附剂的不锈钢或玻璃管。采样时,空气或其他气体样品从管中经过,携带的化合物被管中填装的吸附剂吸附在管内,后通过加热解吸将化合物吹出进行仪器分析。

[0003] 一般来说,热脱附管是要求反复使用的,每次使用前均需经过老化,在高温及一定的惰性气流下,将上次实验中管内吸附剂中残留的化合物吹扫出去,保证热脱附管的洁净,减小本底噪音,提高实验结果的准确性和可靠性,降低使用成本。

[0004] 目前对热脱附管的老化方法,一种是使用热脱附仪自带的老化程序进行老化,这种方法一批次仅能处理少量热脱附管,存在操作时间长的缺点。另外,还可以使用专用的商品化老化仪对热脱附管进行老化,这种仪器是通过加热管套对热脱附管进行加热,而加热管套通常存在温度控制不稳定,受热不均匀等问题。

### 发明内容

[0005] 鉴于以上所述现有技术的缺点,本发明要解决的技术问题在于提供一种结构简便、易于操作、加热均匀的热脱附管的老化装置及其老化方法。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明提供一种热脱附管的老化装置,包括:中空底座,所述中空底座上设有气体流入口和若干个气体流出口;若干个流出气路管,所述流出气路管的进气端与相应的所述气体流出口连接,所述流出气路管的出气端安装热脱附管或者闷头。

[0007] 优选地,所述热脱附管的老化装置放置于烘箱中。

[0008] 优选地,所述气体流入口设置于所述中空底座的顶部。

[0009] 优选地,若干个气体流出口均布于所述中空底座的侧面。

[0010] 优选地,每个所述气体流出口通过相应的座体转接件与所述流出气路管连接。

[0011] 优选地,每个所述流出气路管的出气端上设有管体转接件。

[0012] 优选地,所述流出气路管竖直设置,所述流出气路管的进气端处于所述流出气路管的出气端的下方。

[0013] 本发明还涉及一种采用以上所述的热脱附管的老化装置的老化方法,包括以下步骤:将需要进行老化的热脱附管安装在相应的流出气路管的出气端,在未安装热脱附管的流出气路管的出气端上安装闷头;将热脱附管的老化装置放入烘箱中,将工作气体通过所述气体流入口通入所述中空底座,工作气体再分别通过流出气路管后,从热脱附管流出;开启烘箱,使所述烘箱的温度升高,对所述热脱附管进行老化,所述热脱附管的管内残留的化合物随着工作气体被带出。

[0014] 优选地,所述工作气体的流量为50-150mL/min。

[0015] 优选地,所述烘箱的温度升高达到300°-400°。

[0016] 本发明的装置可根据需要,同时对若干根热脱附管进行老化,简单易操作,灵活且高效,节约工作时间,降低实验成本。与商品化老化仪使用加热管套或加热模块对热脱附管进行加热不同,本发明采用烘箱中空气加热的方式,温度更均匀、精确,无任何冷点,过热点;且造价极低,大大节省了仪器成本。

#### 附图说明

[0017] 图1显示为实施例1的热脱附管的老化装置的结构示意图。

[0018] 图2显示为实施例1的热脱附管的老化装置的俯视内部结构示意图。

[0019] 图3显示为使用实施例1的老化装置老化的热脱附管色谱图。

[0020] 图4显示为使用商品化老化仪老化的热脱附管的色谱图。

[0021] 图5显示为将采用实施例1的热脱附管的老化装置和老化方法老化后的热脱附管用于热脱附法测定某品牌卷烟烘丝过程中产生的烟草逸出物的热脱附-气相色谱/质谱色谱图。

[0022] 图6显示为环境空气中薄荷醇的热脱附-气相色谱/质谱色谱图。

[0023] 图7显示为使用实施例1的老化装置老化的热脱附管中残留薄荷醇的色谱图。

[0024] 图8显示为使用商品化老化仪的热脱附管中残留薄荷醇的色谱图。

[0025] 附图标号说明

[0026] 100 中空底座

[0027] 110 气体流入口

[0028] 120 气体流出口

[0029] 200 流出气路管

[0030] 210 流出气路管的进气端

[0031] 220 流出气路管的出气端

[0032] 300 热脱附管

[0033] 400 闷头

[0034] 500 烘箱

[0035] 610 座体转接件

[0036] 620 管体转接件

[0037] 710 密封固定螺母

[0038] 800 流入气路管

#### 具体实施方式

[0039] 以下由特定的具体实施例说明本发明的实施方式,熟悉此技术的人士可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点及功效。

[0040] 请参阅附图。须知,本说明书所附图式所绘示的结构、比例、大小等,均仅用以配合说明书所揭示的内容,以供熟悉此技术的人士了解与阅读,并非用以限定本发明可实施的限定条件,故不具技术上的实质意义,任何结构的修饰、比例关系的改变或大小的调整,在

不影响本发明所能产生的功效及所能达成的目的下,均应仍落在本发明所揭示的技术内容得能涵盖的范围内。同时,本说明书中所引用的如“上”、“下”、“左”、“右”、“中间”及“一”等的用语,亦仅为便于叙述的明了,而非用以限定本发明可实施的范围,其相对关系的改变或调整,在无实质变更技术内容下,当亦视为本发明可实施的范畴。

#### [0041] 实施例1

[0042] 如图1和图2所示,本实施例的热脱附管的老化装置包括:中空底座100,中空底座100上设有气体流入口110和若干个气体流出口120;若干个流出气路管200,流出气路管200的进气端210与相应的气体流出口120连接,流出气路管200与中空底座100连通,流出气路管200的出气端220安装热脱附管300或者闷头400,热脱附管的老化装置放置于烘箱500中,本实施例中,流出气路管200的数量为10个,中空底座100的气体流入口110上连接一流入气路管800。

[0043] 本装置使用时,将需要进行老化的热脱附管300安装在相应的流出气路管200的出气端220,在未安装热脱附管300的流出气路管200的出气端220上安装闷头400,由于未安装热脱附管300的流出气路管200与安装热脱附管300的流出气路管200相比较,是阻力较小的通道,设置闷头400起到密封作用,以避免工作气体从未安装热脱附管300的流出气路管200流出;将热脱附管的老化装置放入烘箱500中,将工作气体通过流入气路管800通入中空底座100,工作气体再分别通过流出气路管200,从热脱附管300流出;开启烘箱500,使烘箱500的温度升高,对热脱附管300进行老化,热脱附管300的管内残留的化合物随着工作气体被带出。

[0044] 商品化老化仪使用加热管套或加热模块对热脱附管300进行加热不同,本发明采用烘箱500中空气加热方式,温度更均匀、精确,无任何冷点,过热点。且造价极低,大大节省了仪器成本。本发明的装置可根据需要,同时对若干根热脱附管300进行老化,简单易操作,灵活且高效,节约工作时间,降低实验成本。

[0045] 为了便于热脱附管的老化装置放置于烘箱500中,将气体流入口110设置于中空底座100的顶部,若干个气体流出口120均布于中空底座100的侧面,该结构便于工作气体通过中空底座100通入流出气路管200,且使工作气体能够分流进入若干个流出气路管200中。

[0046] 每个气体流出口120通过相应的座体转接件610与流出气路管200连接,座体转接件610为座体转接螺母,座体转接件610便于气体流出口120与流出气路管200的安装与拆卸。

[0047] 每个流出气路管200的出气端220上设有管体转接件620,管体转接件620为管体转接螺母,管体转接件620便于流出气路管200与管体转接件620的安装与拆卸。

[0048] 流出气路管200竖直设置,流出气路管200的进气端210处于流出气路管200的出气端220的下方,该结构便于热脱附管的老化装置放置于烘箱500中,也便于工作气体排出。

[0049] 采用本实施例的热脱附管的老化装置的老化方法,包括以下步骤:将需要进行老化的热脱附管300安装在相应的流出气路管200的出气端220,在未安装热脱附管300的流出气路管200的出气端220上安装闷头400;将热脱附管的老化装置放入烘箱500中,使工作气体进入到流入气路管800中,之后通过气体流入口110通入中空底座100,工作气体再分别通过流出气路管200后,从热脱附管300流出;开启烘箱500,使烘箱500的温度升高,烘箱500的温度升高达到 $300^{\circ}$ - $400^{\circ}$ ,在高温下,对热脱附管300进行老化,热脱附管300的管内残留的

化合物随着工作气体被带出。

[0050] 工作气体的流量为50-150mL/min,工作气体的流量保证了工作气体在热脱附管300中流动能够将热脱附管300内的残留的化合物带出;工作气体为惰性气体,本实施例中,采用的惰性气体可以为氦气或氮气。

[0051] 实施例2

[0052] 如图1和图2所示,将待用的热脱附管300插入实施例1的热脱附管的老化装置中,采用实施例1的老化方法,热脱附管300与管体转接件620的连接处采用密封固定螺母710加以固定,不使用的流出气路管200采用闷头400堵住,以免漏气。将本老化装置设置于烘箱500内,打开工作气体氦气,调节工作气体的流量为100mL/min,设定烘箱500程序使烘箱500升温,从40℃,以20℃/min升至330℃,保持15min;再以20℃/min降温至40℃,即完成热脱附管300的老化。

[0053] 本实施例老化的热脱附管300的热脱附-气相色谱/质谱色谱图见图3。采用相同实验条件,使用商品化老化仪的热脱附管300的热脱附-气相色谱/质谱色谱图见图4。

[0054] 由图可见,与使用商品化老化仪的老化方式相比,使用本实施老化的热脱附管300所含杂质更少,本底干净,噪音低。实验准确性及可靠度更高。

[0055] 将采用实施例1的热脱附管的老化装置和老化方法老化后的热脱附管300用于热脱附法测定某品牌卷烟烘丝过程中产生的烟草逸出物,将采用本实施例老化的热脱附管300,在采样流量200mL/min,捕集时间10min的条件下,连续在线捕集烘丝过程产生的烟草逸出物,后使用热脱附分析烘丝过程中产生的烟草逸出物。

[0056] 热脱附仪条件

[0057] 氦气,15.7psi;预吹时间:5min;阀温:200℃;传输线温度:220℃;一级脱附温度:250℃,保持30min,脱附流量:50mL/min,进口分流:50mL/min;二级脱附温度:250℃,升温速率:20℃/min,保持4min;出口分流:30mL/min。

[0058] 气相色谱条件

[0059] Agilent DB-WAX毛细管色谱柱,60m×0.32mm i.d.×0.25μm df;载气为高纯氦气,传输线温度为220℃,程序升温:40℃,保持5min,以4℃/min升至200℃,保持15min,总分析时间60min。

[0060] 质谱条件

[0061] 采用EI电离方式,电子能量为70eV,离子源为230℃,四级杆温度为150℃,质量扫描范围:35~350amu,质谱仪检测方式:全扫描,运用NIST和Wiley标准谱库对数据进行谱库检索。得到谱图见图5。得到的定性定量结果,即某品牌卷烟烘丝过程烟草逸出物重要香气成分的检测结果,见表1。

[0062] 表1某品牌卷烟烘丝过程烟草逸出物重要香气成分的检测结果

| [0063] | 化合物     | 保留时间 (min) | 峰面积    |
|--------|---------|------------|--------|
|        | 2,3-丁二酮 | 6.508      | 108351 |

|        |               |        |         |
|--------|---------------|--------|---------|
|        | 2-戊基呋喃        | 15.559 | 44255   |
|        | 2-甲基-四氢呋喃-3-酮 | 16.63  | 45929   |
|        | 异戊酸异戊酯        | 18.096 | 68894   |
|        | 6-甲基-5-庚烯-2-酮 | 19.537 | 24928   |
|        | 糠醛            | 23.883 | 911737  |
|        | 甲酸            | 25.297 | 2391788 |
|        | 苯甲醛           | 25.983 | 1226454 |
|        | 丙酸            | 26.552 | 1312092 |
|        | gamma-丁内酯     | 29.493 | 394867  |
| [0064] | 苯乙酮           | 30.322 | 37041   |
|        | 糠醇            | 30.643 | 593913  |
|        | 茶香酮           | 31.683 | 17238   |
|        | 茄酮            | 32.894 | 15437   |
|        | 大马酮           | 35.657 | 1392    |
|        | 苯甲醇           | 37.108 | 2579802 |
|        | 苯乙醇           | 38.119 | 269976  |
|        | 2-乙酰基吡咯       | 39.683 | 457379  |
|        | 苯酚            | 40.528 | 411771  |
|        | 2-甲酰基吡咯       | 41.067 | 51207   |

[0065] 实施例3

[0066] 将采用实施例1老化的热脱附管300,在采样流量200mL/min,捕集时间30min的条件下,连续捕集薄荷卷烟生产环境空气,之后使用热脱附法测定环境空气中的薄荷醇。

[0067] 热脱附及GC/MS分析条件为:

[0068] 热脱附仪条件:高纯空气105.5kPa,15.3psi;阀门温度:200℃;预吹:1min;一级脱附:250℃,5min;二级脱附:250℃,4min;传输线温度:230℃。

[0069] 色谱柱:DB-Wax毛细管柱,60m×0.32mm i.d.×0.25μm df;载气:He;升温程序:150℃,5℃/min升至185℃,再以30℃/min升至230℃,保持6.5min。

[0070] 质谱仪检测方式:SIM。使用WILEY7N谱库和NIST05谱库进行检索。得到谱图见图6。

[0071] 热脱附管300的老化

[0072] 分别采用实施例1的老化装置和老化方法、商品化老化仪老化,在同样条件下老化已采集环境薄荷醇的热脱附管300。老化温度300℃,老化时间15min。之后,测定老化后热脱附管300中残留薄荷醇的含量,得到的结果见图6至图8及表2。可见,本发明老化装置能将热脱附管300中吸附的化合物基本完全吹出,残留极低,对后续实验的影响极小,为实验精度提供了保障。

[0073] 表2三种热脱附管300中薄荷醇含量

|        | 热脱附管 300 类型  | 薄荷醇峰面积  |
|--------|--------------|---------|
| [0074] | 未老化          | 9367069 |
|        | 使用实施例 1 装置老化 | 73771   |
|        | 使用商品化老化仪老化   | 149286  |

[0075] 因此,本发明提供的一种热脱附管300的老化方法,能够将管中吸附的残留化合物吹出,实现了热脱附管300的反复利用,降低了实验开支。同时,与商品化的老化仪相比,本

发明装置受热更均匀,温控更精准,使用更灵活,造价更低廉,在大大降低了实验成本的同时,提升了仪器的性能,从而为技术人员提供了一种良好的老化技术手段。

[0076] 综上,本发明有效克服了现有技术中的种种缺点而具高度产业利用价值。

[0077] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。



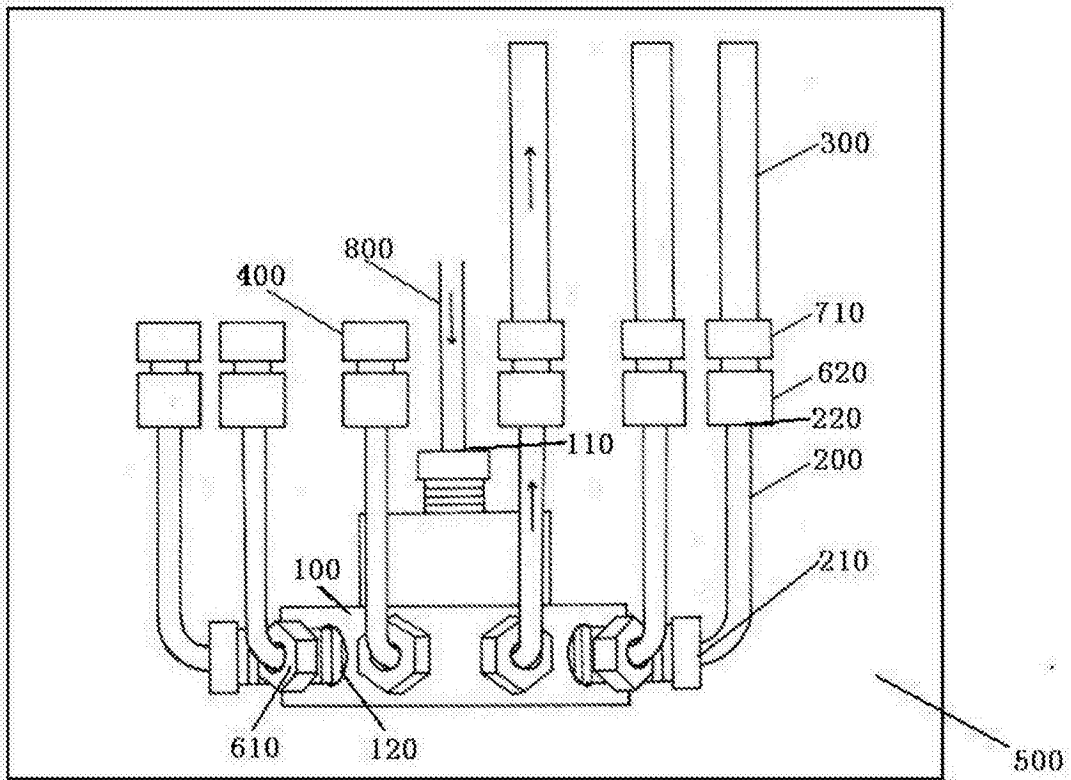


图1

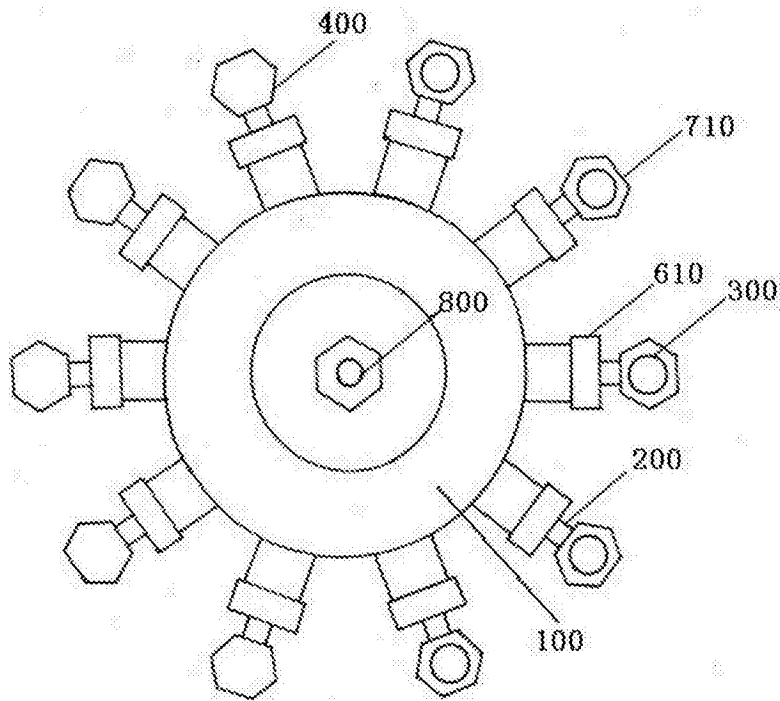


图2

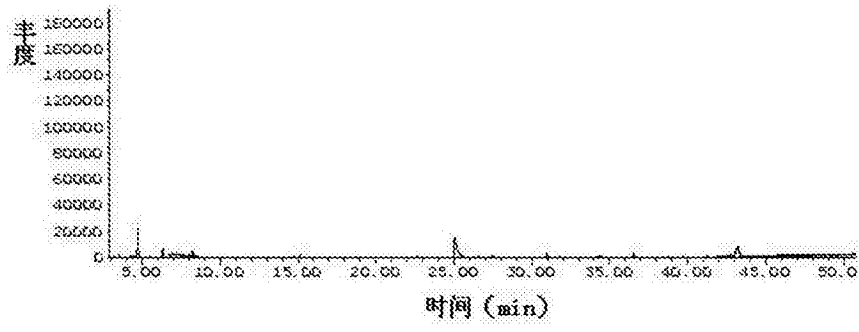


图3

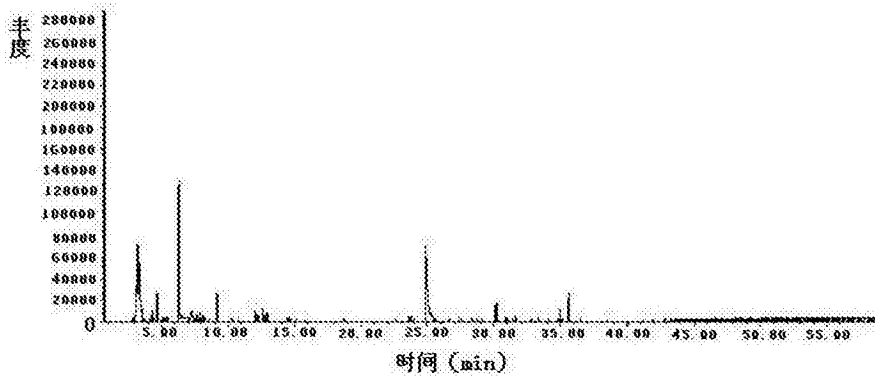


图4

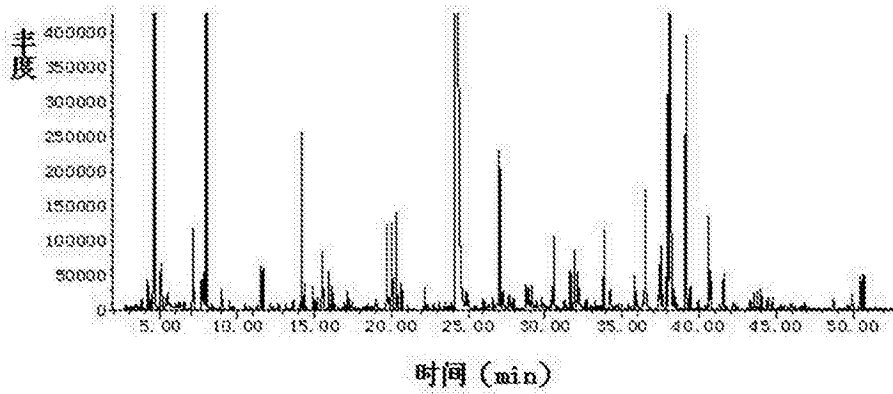


图5

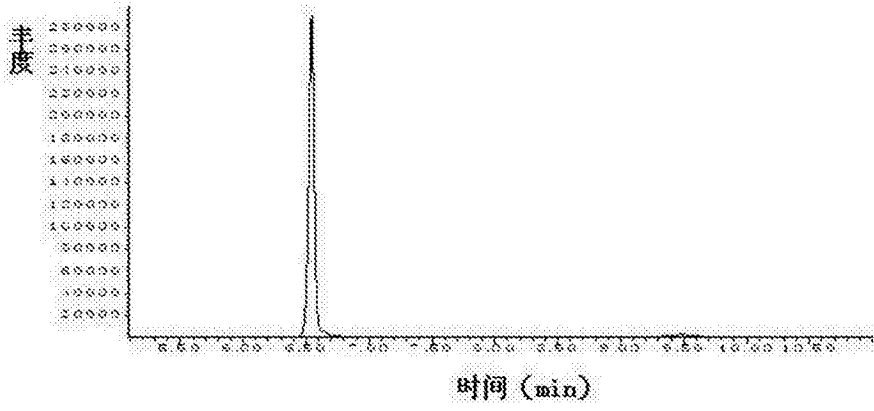


图6

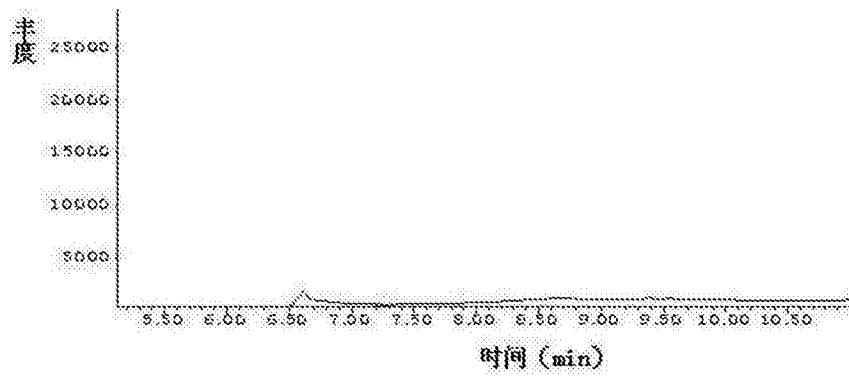


图7

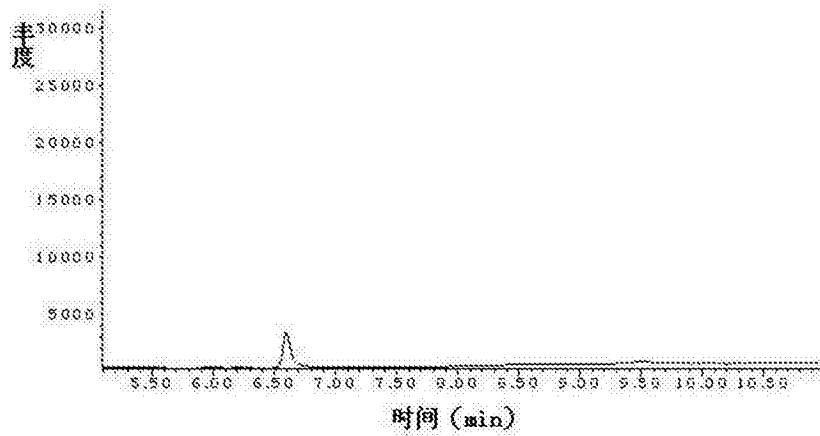


图8