

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

G01N 30/02 (2006.01)

G01N 30/20 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910164257.X

[43] 公开日 2010年1月27日

[11] 公开号 CN 101634647A

[22] 申请日 2009.8.25

[21] 申请号 200910164257.X

[71] 申请人 成都科林分析技术有限公司

地址 610041 四川省成都市人民南路4段11号省科协办公楼212室

[72] 发明人 何启发

[74] 专利代理机构 成都立信专利事务所有限公司

代理人 江晓萍

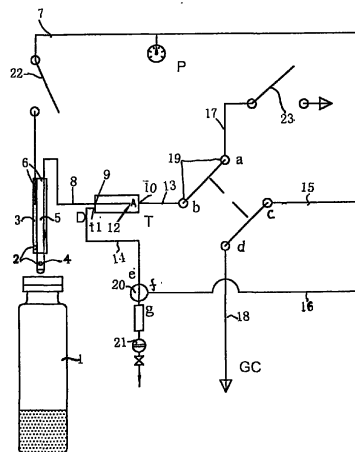
权利要求书1页 说明书4页 附图4页

[54] 发明名称

顶空样品吸附解析装置

[57] 摘要

本发明顶空样品吸附解析装置，有一端插入样品瓶中的含进载气孔和出气孔的双针，与进载气孔连通的第一载气管道，第一端与出气孔连通的第一连接管道，含进口、出口和吸附解析进出口的装有吸附剂的吸附管，与吸附管出口连通的第二连接管道，与吸附解析进出口连通的吸附解析管道，第二载气管道、第三载气管道，排气管道，与气相色谱仪连接的输送管道，第一连接管道的第二端穿过吸附管进口和吸附剂伸出吸附剂端面，在第二连接管道、排气管道、第二载气管道、输送管道间有切换阀，在第三载气管道与吸附解析管道间有第一控制阀、第二控制阀，本发明同时具有顶空和吹扫捕集功能，样品提取分析时间短，能获得更低的检出限和高灵敏度。



1、顶空样品吸附解析装置，包括样品瓶，其特征在于有一端插入样品瓶中的含进载气孔的外针和位于外针中的含出气孔的内针的双针，第一端与载气源连接而第二端与外针进载气孔连通的第一载气管道，第一端与内针出气孔连通的第一连接管道，含进口、出口和吸附解析进出口的装有吸附剂的吸附管，第一端与吸附管出口连通的第二连接管道，第一端与吸附管吸附解析进出口连通的吸附解析管道，第一端分别与载气源连通的第二载气管道、第三载气管道，排气管道，第一端与气相色谱仪连接的输送管道，第一连接管道的第二端穿过吸附管进口和吸附剂伸出吸附剂端面，在第二连接管道的第二端、排气管道、第二载气管道的第二端、输送管道第二端间装有控制第二连接管道与排气管道通、断及第二连接管道与输送管道通、断、及第二载气管道与输送管道通、断的切换阀，在第三载气管道第二端与吸附解析管道间有控制第三载气管道与吸附解析管道通、断的第一控制阀、第二控制阀，在第一载气管道上装有第三控制阀，排气管道上装有第四控制阀。

顶空样品吸附解析装置

技术领域：

本发明涉及的是一种分析仪器的样品前处理设备，特别与顶空样品吸附解析装置有关。

背景技术：

顶空分析就是将样品液体或固体放入一个密闭容器中，在样品和它上面的气体形成一种平衡，基于一种基本的物理规律，在样品固有的挥发性化合物将以气态形式出现在它的上方。两相之间的相对浓度将取决于这些化合物在当时的分压。只需提取一部份气相物质就能分析挥发性有机物而不受非挥发性物质的干扰，这就是顶空分析方法。能将样品快速准确地提取并送入气相色谱仪进行检测是现代分析仪器发展要求和趋势，而对有机挥发物低含量的检测也是现在科学发展和人民生活，如环境检测、食品安全等等的要求，即能够对样品进行在线浓缩。顶空样品气体直接被提取送入气相色谱仪能获得非常好的重现性，因为没有浓缩，因此样品的提取时间和分析时间都要短得多，缺点是最低检出限不如经过浓缩的提取；而经过浓缩的提取能获得更低的检出限和高灵敏度，需要浓缩过程的提取相应时间就要更长，其分析结果的重现性也要差一些。传统发展就出现了两种仪器：静态顶空，样品直接提取送入气相色谱仪；动态顶空，经过浓缩后再解析送入气相色谱仪。

发明内容：

本发明的目的是为了克服以上不足，提供一种气体约束技术，在不需更换任何硬件条件下获得具有顶空和吹扫捕集功能，样品提取分析时间短，能获得更低的检出限和高灵敏度的顶空样品吸附解析装置。在吹扫捕集过程中，提高吸附解析效率和重现性。

本发明的目的是这样来实现的：

本发明顶空样品吸附解析装置，包括样品瓶，其特征是有一端插入样品瓶中的含进载气孔的外针和位于外针中的含出气孔的内针的双针，第一端与载气源连接而第二端与外针进载气孔连通的第一载气管道，第

一端与内针出气孔连通的第一连接管道，含有进口、出口和吸附解析进出口的装有吸附剂的吸附管，一端与吸附管出口连通的第二连接管道，一端与吸附管吸附解析进出口连通的吸附解析管道，一端与载气源连通的第二载气管道、第三载气管道，排气管道，一端与气相色谱仪连接的输送管道，第一连接管道的第二端穿过吸附管进口和吸附剂伸出吸附剂端面，在第二连接管道的第二端、排气管道、第二载气管道的第二端、输送管道第二端间装有控制第二连接管道与排气管道通、断、及第二连接管道与输送管道通、断、及第二载气管道与输送管道通、断的切换阀，在第三载气管道第二端与吸附解析进出管道间有控制第三载气管道与吸附解析管道通、断的第一控制阀、第二控制阀，在第一载气管道上装有第三控制阀，排气管道上装有第四控制阀。

本发明工作时，转动切换阀，使第二连接管道直接与输送管道连通，样品瓶中的有机挥发物的顶空气体经过双针的出气孔及第一连接管道直接穿过吸附管而没有经过吸附，从第二连接管道和切换阀和输送管道连通到气相色谱仪没有吸附和解析过程，提取时间短，重现性好，快速完成分析任务；转动切换阀，使第二连接管道与排气管道连通，断开第四控制阀，打开第二控制阀，样品气体从吸附管经过吸附剂吸附，剩余载气经过吸附解析进出口、管道到第一控制阀，再经第二控制阀流出。当吸附完成后，转动切换阀、关闭第三控制阀，对吸附管加热，关闭第二控制阀，载气经过第一控制阀和吸附解析管道进入吸附管推动解析的样品流出吸附管再经切换阀进入气相色谱仪，同时由于样品瓶除第一管道外无其它出口，所以解析的样品气体不会返回样品瓶，对经过浓缩的样品分析仍可获得很低的检出限。

本发明通过对密闭顶空样品瓶加热使样品中挥发性有机物尽可能多地挥发到样品瓶内的上部份，然后将部分气体送入气相色谱仪进行分析。本发明通过阀开闭、切换既可以使高浓度样品气体被直接送入气相色谱仪进行分析，又可以使低浓度样品气体先经过低温吸附浓缩然后加热解析（释放）进入气相色谱仪进行分析；这样的转换不需要更换任何硬件，只需通过阀的控制改变气流的方向和大小即可实现，既提高了效率，又能满足低含量样品分析要求，同时节约了成本。

本发明装置同时具有顶空和吹扫捕集功能，样品提取分析时间短，能获得更低的检出限和高灵敏度，更重要的是顶空和吹扫捕集功能在不

更换任何硬件的条件下可以自由切换，可以直接使用顶空提取方法。如果要求对样品有更低的检出限，可以将顶空提取和样品捕集联合使用。

附图说明：

图 1 为本发明结构示意图。

图 2 为吸附管工作原理图。

图 3 为样品气体经过吸附剂时的本发明工作位置图。

图 4 为样品气体经过吸附剂后的本发明工作位置图。

图 5 为样品直接顶空提取而未浓缩时的本发明工作位置图。

具体实施方式：

参见图 1，本实施例顶空样品吸附解析装置，包括样品瓶 1，一端插入样品瓶中的含进载气孔 2 的外针 3 和位于外针中的含出气孔 4 的内针 5 的双针 6，第一端与载气源连接而第二端与外针进载气孔连通的第一载气管道 7，第一端与内针出气孔连通的第一连接管道 8，含有进口 9、出口 10 和吸附解析进出口 11 的装有吸附剂的吸附管 12，第一端与吸附管出口连通的第二连接管道 13，第一端与吸附管吸附解析进出口连通的吸附解析管道 14，第一端分别与载气源连通的第二载气管道 15、第三载气管道 16，排气管道 17，第一端与气相色谱仪连接的输送管道 18。第一连接管道的第二端穿过吸附管进口和吸附剂伸出吸附剂端面 A。在第二连接管道的第二端、排气管道、第二载气管道的第二端、输送管道第二端间装有控制第二连接管道与排气管道通、断及第二连接管道与输送管道通、断、及第二载气管道与输送管道通、断的切换阀 19。在第三载气管道第二端与吸附解析管道间有控制吸附解析管道与第三载气管道通断的第一控制阀 20、第二控制阀 21。在第一载气管道上装有第三控制阀 22，排气管道上装有第四控制阀 23。

参见图 2，第一连接管道的第一端穿过吸附管进口及吸附剂到达吸附剂端面的 A 处，第二连接管道及吸附解析管道分别从吸附管出口和吸附解析进出口引出。当吸附解析管道断开时，样品气体可以直接从第一连接管道穿过吸附管中的吸附剂直接到达第二连接管道，不经过吸附，这就是直接顶空进样功能；当第二连接管道断开、吸附解析管道连通时，样品经过吸附剂，在吸附剂上被浓缩，当浓缩完成后对吸附管加热，从吸附解析管道注入载气，第二连接管道连接到气相色谱仪，浓缩的样品就被解析释放由载气以与吸附时相反的方向推动样品到气相色谱仪，这

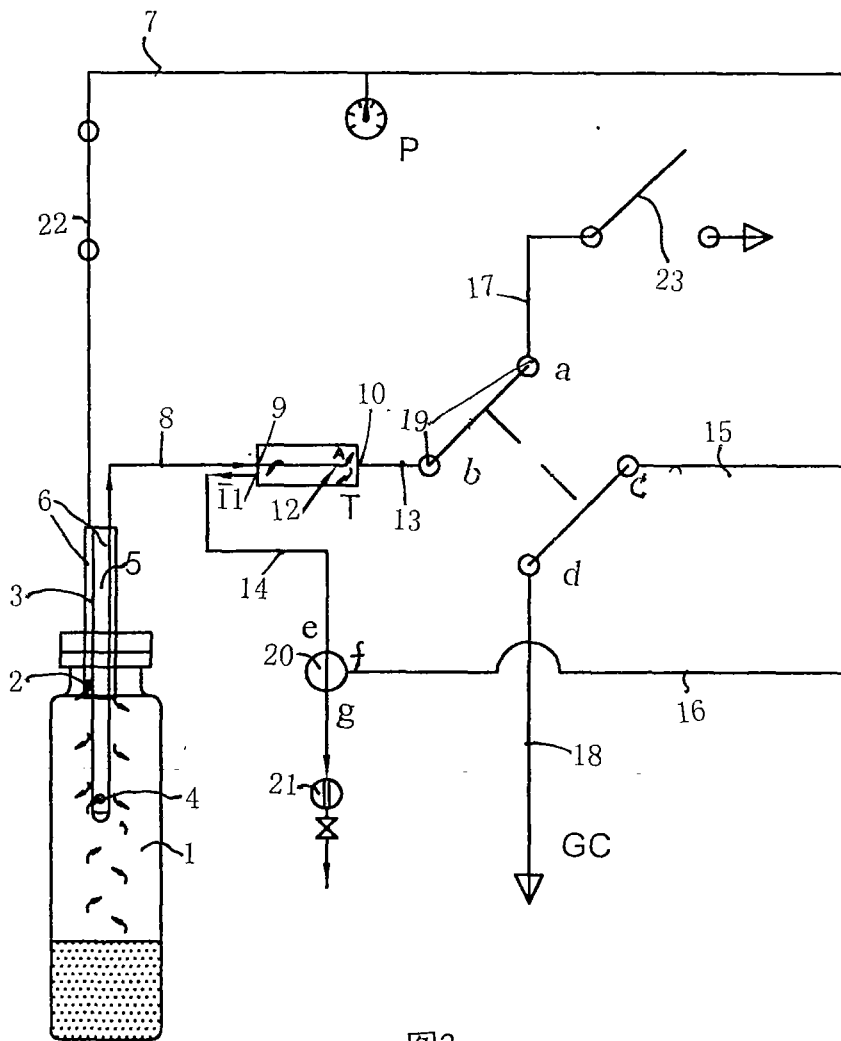
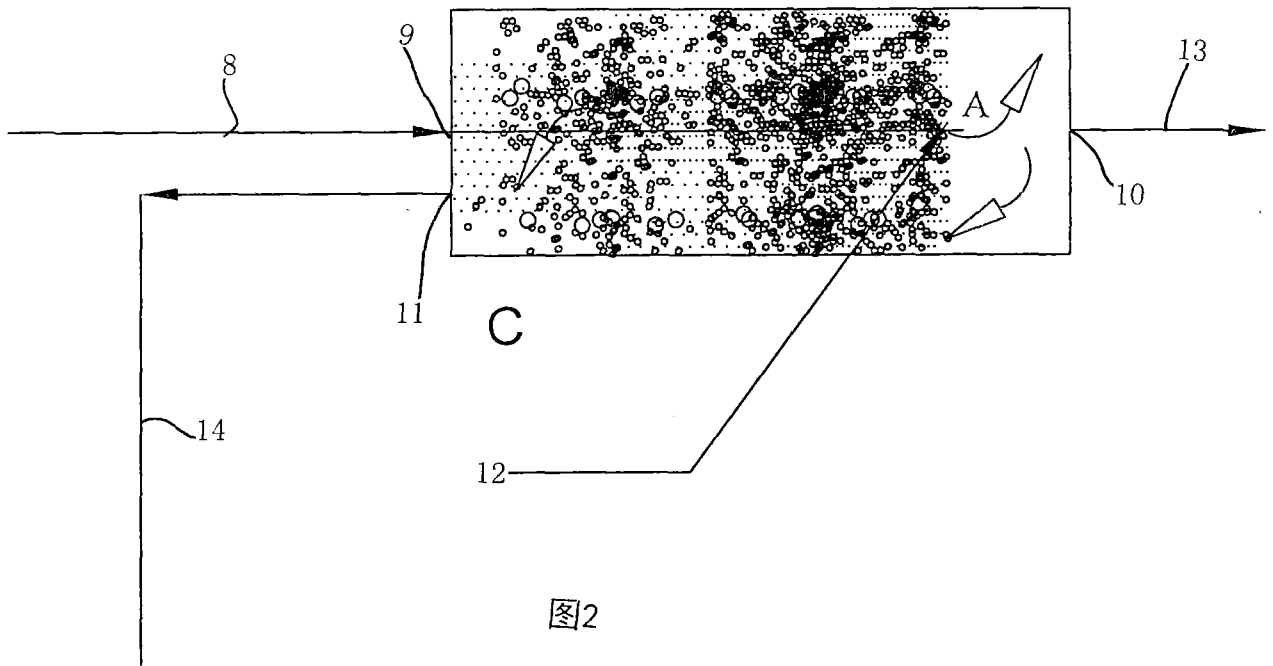
就是吹扫捕集的功能。

图 5 是样品直接顶空提取，没有经过浓缩的图，样品瓶中的有机挥发物的顶空气体经过双针的内管直接穿过吸附管而没有经过吸附，由切换阀 19 连通到气相色谱仪。没有吸附和解析过程，提取时间短，重现性好，快速完成分析任务。

图 3 是样品经过吸附剂的图。样品瓶中的有机挥发物的顶空气体经过双针的内管直接穿过吸附剂，由于切换阀 19 的 b 和 d 是断开的、第四控制阀 23 也是断开的，第一控制阀 20 的 e 和 g 联通，第二控制阀 21 也是打开的，样品气体从吸附管的 A 端在经过吸附剂吸附，剩余的载气从吸附剂进出口经过吸附解析管道到第一控制阀 20，再经过第二控制阀 21 流出。当吸附完成后进入图 4 所示的过程：第三控制阀 22 断开，对吸附管加热，第二控制阀 21 关闭，载气经过第一控制阀 20 的 e 和 f 从吸附剂进出口进入吸附管推动解析的样品流出吸附管经过切换阀 19 的 b 和 d 进入气相色谱仪，同时由于第二控制阀 22 断开，所以解析的样品气体不会返回样品瓶。对经过浓缩的样品分析可以获得很低的检出限。

本发明同时具备了顶空和吹扫捕集的功能；在这两种功能之间切换不需要更换任何硬件，只需通过阀门控制气流流向即可完成；在串联的捕集和解析管上实现了反向解析。

上述实施例是对本发明的上述内容作进一步的说明，但不应将此理解为本发明上述主题的范围仅限于上述实施例。凡基于上述内容所实现的技术均属于本发明的范围。



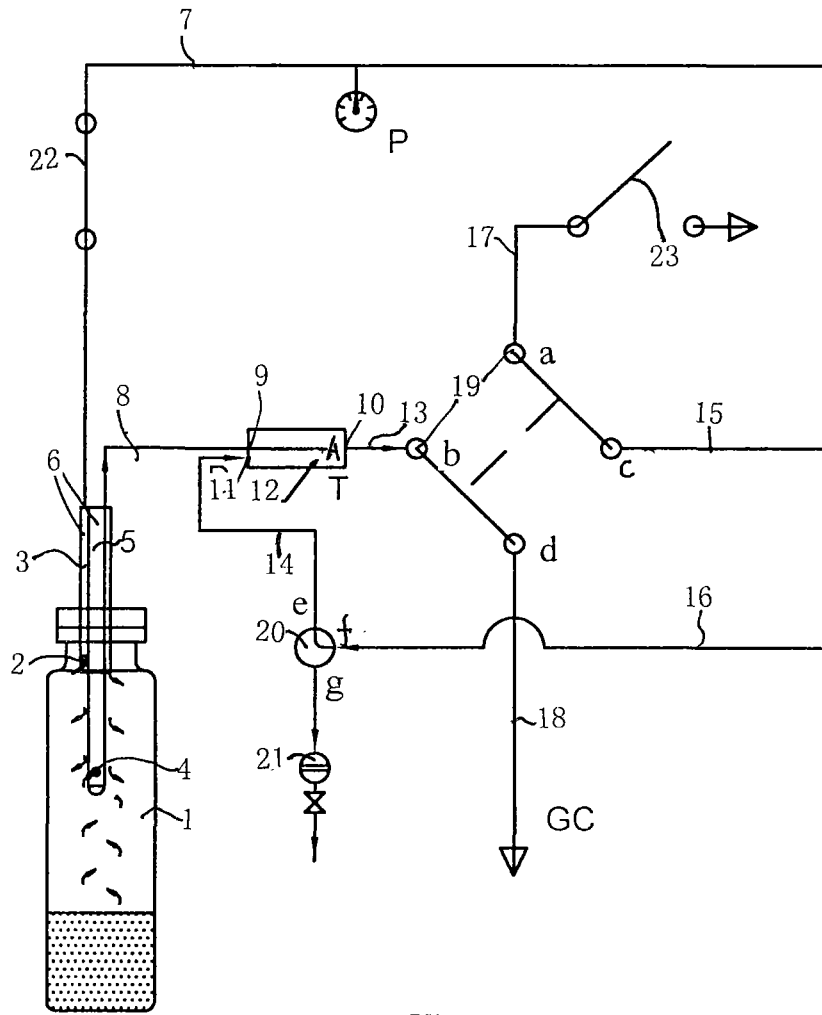


图 4

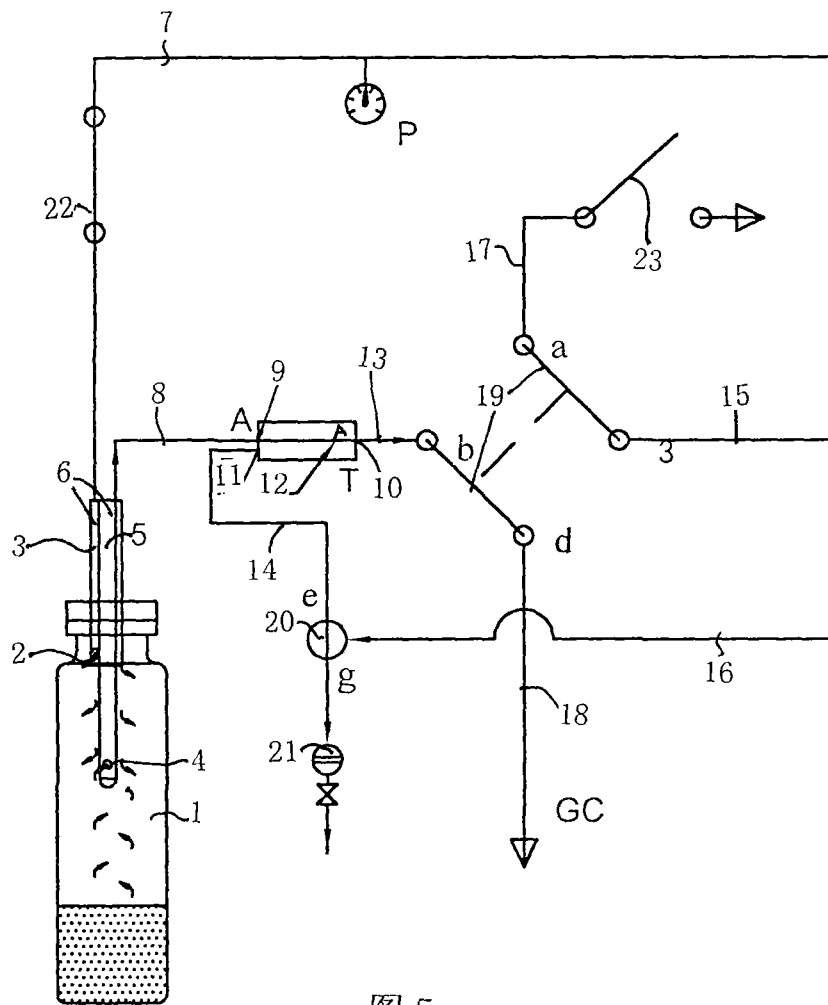


图 5