



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107084860 A

(43)申请公布日 2017.08.22

(21)申请号 201710477709.4

(22)申请日 2017.06.20

(71)申请人 海南聚能科技创新研究院有限公司

地址 571152 海南省海口市国家高新区狮子岭工业园光伏北路18号研发办公楼6层

(72)发明人 林仕伟 潘能乾 曹唱 周义龙

陈奕松 邢青涛

(51)Int.Cl.

G01N 1/14(2006.01)

G01N 30/20(2006.01)

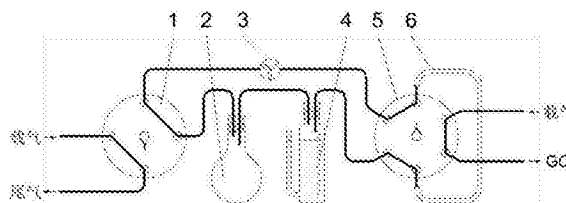
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

反应生成微量气体在线检测系统

(57)摘要

本发明公开了一种反应生成微量气体的在线检测系统,属于检测设备技术领域。在线检测系统包括反应器、气体收集部、定量采样部及气体循环部,各部件通过管路依次串联以形成循环回路;所述定量采样部包括六通阀及定量管;还包括气体检测部,其通过所述六通阀与所述循环回路并联;通过切换所述六通阀将所述定量管接入所述循环回路进行定量采样;再切换所述六通阀将所述定量管接入所述气体检测部进行检测分析。本发明为研究工作提供一项高效的检测技术,可以保证微量气体的有效采样及进样测试,实现对反应中产生微量气体的实时在线的定性和定量分析。



1. 一种反应生成微量气体在线检测系统,其特征在于,包括:反应器、气体收集部、定量采样部及气体循环部,以上各部件通过管路相串联以形成循环回路;

另还包括气体检测部;

所述定量采样部包括六通阀及定量管;

所述六通阀的6个接口分别连接所述气体检测部、定量管及所述循环回路;使通过切换所述六通阀将所述定量管接入所述循环回路进行定量采样;再切换所述六通阀将所述定量管接入所述气体检测部进行检测分析。

2. 如权利要求1所述的反应生成微量气体在线测试系统,其特征在于,所述气体收集部为容积可变化的集气容器,以保证所述循环回路中的气压与外部气压一致。

3. 如权利要求2所述的反应生成微量气体在线测试系统,其特征在于,所述集气容器为排液集气瓶。

4. 如权利要求1所述的反应生成微量气体在线测试系统,其特征在于,所述的气体检测部采用气相色谱,气相色谱的进样载气先接入六通阀,将所述定量管中的气样带出并接入气相色谱进行检测。

5. 如权利要求1所述的在反应生成微量气体线测试系统,其特征在于,所述气体循环部采用蠕动泵。

6. 如权利要求1-5中任一条所述的反应生成微量气体在线测试系统,其特征在于,所述循环回路中还接有1个四通阀,所述四通阀的余下2个接口分别接入惰性气体作为载气,以及尾气排放管路;

在开始反应检测前,通过切换所述四通阀将载气接入所述循环回路将其中的杂质气体排出;再切换所述四通阀回复至回路循环状态,开始进行反应检测。

7. 如权利要求6所述的反应生成微量气体在线测试系统,其特征在于,根据所述气体循环部的导气方向,按进气到出气顺序,所述循环回路中各部件的连接顺序依次为:四通阀——反应器——气体收集部——定量采样部——气体循环部——四通阀。

8. 一种采用权利要求1-7中任一条所述系统进行反应生成微量气体在线测试方法,其特征在于,先通过往循环回路中注入定量目标气体的方式模拟反应进行测试获得对应信号数据,以得到参考标准曲线;再进行反应测试,所得信号数据比对参考标准曲线进行计算,得到反应中生成的微量气体数据。

9. 如权利要求8所述的反应生成微量气体在线测试方法,其特征在于,一次完整的测试操作包括以下步骤:

步骤1:切换所述六通阀将所述定量管接入所述循环回路并启动所述气体循环部,往循环回路中接入惰性气体作为载气将杂质气体排净;

步骤2:将所述循环回路接回循环状态,开启所述气体循环部,开始反应;

步骤3:待到测样时间点,切换所述六通阀将所述定量管接入所述气体检测部,载气将所述定量管中的定量气样送入所述气体检测部进行检测;

步骤4:切换所述六通阀将所述定量管接回所述循环回路,不断进行气路循环以混合均匀各气体组分,待下个测样时间点重复步骤3以进行测试;

步骤5:重复步骤4和步骤3连续获得多个时间点的信号数据。

10. 如权利要求9所述的反应生成微量气体在线测试方法,其特征在于,每一组测试均

进行循环回路的内积测定,测定方法为:

反应结束后,再次重复步骤4和步骤3,获得反应不再产生气体后气体组分稳定的信号数据;

再至少进行1次注入已知定量的惰性气体,重复步骤4和步骤3,获得相应的信号数据;

选择一个气体组分的信号数据作为计算依据,选择至少2组信号数据构成方程组,算出该气体组分及循环回路的内积这两个未知量。

## 反应生成微量气体在线检测系统

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种反应生成微量气体在线检测系统,属于检测设备技术领域。

### 背景技术

[0002] 在很多科学研究及实际生产工作中,常需要对一些实时产生的气体进行检测,反应生成气体的测试系可以应用在基础化学、生命科学、环境科学、新能源、新材料等多个领域。但反应生成气体非常微量时,检测工作异常困难。

[0003] 气相色谱(GC)是常用的分析设备,其通过有别于气样组分的惰性气体作为载气将气样送入色谱柱中,由于不同组分在运动中进行反复多次的分配或吸附与解吸附,由于各组分在色谱柱中的吸附解吸的能力不同,不同组分最终得以分离;当组分流出色谱柱后,立即进入检测器;检测器能够将样品组分转变为电信号,电信号大小与被测组分量或浓度成正比;信号放大并实时记录,得到气相色谱图,从而根据谱图的峰位及峰强等信息对气样进行定性定量分析。

[0004] 但实际检测中,难以将反应产生的所有的气体收集并通入气相色谱(GC)等检测设备进行定性和定量的分析。即使可行,此种方法也是程序繁琐、效率低下,且并不能反映发生气体反应时实时情况。

[0005] 现有技术中,专利201020265986.2公开了一种微量气体收集及在线检测系统,其通过搭建真空管路,将反应器内抽真空后,将反应产生的气体定量取样进行检测。由于真空管路的内积一定,则取样量与全部待检气体有固定的比例关系,即可据此得到全部反应生成气体的数据。但该技术由于需要抽真空处理,则需要严格保证气密性;同时需要繁琐的抽真空步骤;且该专利采用固定的玻璃管路从而解决真空气压以及管路腐蚀问题,由此增加了装置搭建成本,并且玻璃易于损坏,不利于设备操作及维护。

[0006] 鉴于前述存在的技术问题,应开发一种新型高效的反应生成的微量气体在线检测系统,使其更具有实用性。

### 发明内容

[0007] 目的在于提供一种快速分断的开关触头及利用该结构的断路器,所采用的技术方案为:

[0008] 一种反应生成微量气体在线检测系统,包括:反应器、气体收集部、定量采样部及气体循环部,以上各部件通过管路相串联以形成循环回路;另还包括气体检测部;所述定量采样部包括六通阀及定量管。

[0009] 所述六通阀的6个接口分别连接所述气体检测部、定量管及所述循环回路;使通过切换所述六通阀将所述定量管接入所述循环回路进行定量采样;再切换所述六通阀将所述定量管接入所述气体检测部进行检测分析。

[0010] 进一步的,所述气体收集部为容积可变化的集气容器,以保证所述循环回路中的气压与外部气压一致。

[0011] 进一步的,所述集气容器为排液集气瓶。

[0012] 进一步的,所述的气体检测部采用气相色谱,气相色谱的进样载气先接入六通阀,将所述定量管中的气样带出并接入气相色谱进行检测。

[0013] 进一步的,所述气体循环部采用蠕动泵。

[0014] 进一步的,所述循环回路中还接有1个四通阀,所述四通阀的余下2个接口分别接入惰性气体作为载气,以及尾气排放管路;

[0015] 在开始反应检测前,通过切换所述四通阀将载气接入所述循环回路将其中的杂质气体排出;再切换所述四通阀回复至回路循环状态,开始进行反应检测。

[0016] 进一步的,根据所述气体循环部的导气方向,按进气到出气顺序,所述循环回路中各部件的连接顺序依次为:

[0017] 四通阀——反应器——气体收集部——定量采样部——气体循环部——四通阀。

[0018] 采用所述系统进行反应生成微量气体在线测试方法,先通过往循环回路中注入定量目标气体的方式模拟反应进行测试获得对应信号数据,以得到参考标准曲线;再进行反应测试,所得信号数据比对参考标准曲线进行计算,得到反应中生成的微量气体数据。

[0019] 一次完整的测试操作包括以下步骤:

[0020] 步骤1:切换所述六通阀将所述定量管接入所述循环回路并启动气体循环部,往循环回路中接入惰性气体作为载气将杂质气体排净;

[0021] 步骤2:将所述循环回路接回循环状态,开启所述气体循环部,开始反应;

[0022] 步骤3:待到测样时间点,切换所述六通阀将所述定量管接入所述气体检测部,载气将所述定量管中的定量气样送入所述气体检测部进行检测;

[0023] 步骤4:切换所述六通阀将所述定量管接回所述循环回路,不断进行气路循环以混合均匀各气体组分,待下个测样时间点重复步骤3以进行测试;

[0024] 步骤5:重复步骤4和步骤3连续获得多个时间点的信号数据。

[0025] 进一步的,每一组测试均进行循环回路的内积测定,测定方法为:反应结束后,再次重复步骤4和步骤3,获得反应不再产生气体后气体组分稳定的信号数据;再至少进行1次注入已知定量的惰性气体,重复步骤4和步骤3,获得相应的信号数据;选择一个气体组分的信号数据作为计算依据,选择至少2组信号数据构成方程组,算出该气体组分及循环回路的内积这两个未知量。

[0026] 反应停止后,其中某一种目标气体的量将保持不变,其与循环回路内积之比构成的浓度对应气体检测部信号。未知量为该气体组分及循环回路的内积,当内积变化量已知时,仅需两组信号数据构成方程组即可算出两个未知量。再根据得到的循环回路内积结果,即可算出不同测样点对应的反应生成气体量。

[0027] 采用前述技术方案,可以保证微量气体的有效采样及进样测试,实现对反应中产生微量气体的实时在线的定性和定量分析。本发明的反应生成微量气体在线检测系统至少具有以下有益效果:

[0028] (1) 由于不需要特殊的抽真空处理,避免繁琐操作;

[0029] (2) 同时省去了抽真空部件,设备结构简单,成本更低,并能够将设备做到小型化;

[0030] (3) 也可避免使用玻璃部件,设备坚固耐用等;

[0031] (4) 并且反应气路内部与外部气压一致,气密性及稳定性更有保障;

[0032] (5) 采用小管径的PE管、聚四氟乙烯管等均可满足设备使用,由此减小了反应气路内积,使反应生成的微量气体不被大比例稀释,从而提高检测精度。

[0033] 综上所述,本发明提供一套完整的反应生成微量气体在线检测系统技术方案,实现边进行反应,边在线测试,具有广泛的实用性。

### 附图说明

[0034] 图1是本发明中的反应生成微量气体在线检测系统结构示意图,图中为反应时定量采样状态;

[0035] 图2是本发明中的反应生成微量气体在线检测系统的洗气状态示意图;

[0036] 图3是本发明中的反应生成微量气体在线检测系统的进样检测状态示意图。

### 具体实施方式

[0037] 为进一步阐述本发明的技术手段及有益效果,以下结合附图及较佳实施例,对本发明的具体实施方式详细说明:

[0038] 设备的结构连接如附图1中所示,反应生成微量气体在线检测系统,包括:反应器(2)、气体收集部、定量采样部及气体循环部;气体循环部采用蠕动泵(3);气体收集部采用排水集气瓶(4),使循环回路中的气压与外部气压一致;定量采样部包括六通阀(5)及定量管(6)。系统还包括作为气体检测部的气相色谱,以及切换载气接入设备进行洗气的1个四通阀(1)。气相色谱带毛细管色谱柱及TCD检测器。

[0039] 根据蠕动泵(3)的导气方向,按进气到出气顺序,使用外径3mm内径2mm的PE管依照以下顺序串联各部件形成循环回路:四通阀(1)——反应器(2)——排水集气瓶(4)——六通阀(5)——蠕动泵(3)——四通阀(1)。

[0040] 四通阀(1)的余下2个接口分别接入惰性气体作为载气,以及尾气排放管路。使通过切换四通阀(1)实现循环回路接入载气或回路封闭以进行气路循环,如附图1、2中所示。

[0041] 六通阀(5)的6个接口分别连接气相色谱、定量管(6)及循环回路,使通过切换六通阀(5)使定量管(6)可分别接入循环回路及气相色谱,如附图1、3中所示。

[0042] 采用该系统进行反应生成微量气体在线,一次完整的测试操作包括以下步骤:

[0043] 步骤1:如附图2中所示,在开始反应检测前,切换六通阀(5)将定量管(6)接入循环回路,切换四通阀(1)将惰性气体——氩气作为载气接入循环回路并启动蠕动泵(3),将其中的杂质气体排净。

[0044] 步骤2:如附图1中所示,切换四通阀(1)回复至回路循环状态,开始进行反应检测;检查六通阀(5)确认定量管(6)接入循环回路,以便在反应时进行定量采样。

[0045] 步骤3:如附图3中所示,待到预设的测样时间点,切换六通阀(5)将定量管(6)接入气相色谱,载气将定量管(6)中的定量气样送入气相色谱进行检测,完成一次采样检测。

[0046] 步骤4:一次检测完成后切换六通阀(5)将定量管(6)接回循环回路,在蠕动泵(3)作用下不断进行气路循环以混合均匀各气体组分,待下个测样时间点重复步骤3以进行测试。

[0047] 步骤5:重复步骤4和步骤3连续获得多个时间点的信号数据。

[0048] 采用该系统进行反应生成微量气体测试,按以上步骤通过往循环回路中注入定量

目标气体的方式模拟反应进行标样测试以得到参考标准曲线;在相同的条件下再进行具体反应测试,保证每次进行测试时排水集气瓶的水位一致,即可由所得信号数据比对参考标准曲线直接对应得到反应中生成的微量气体量。

[0049] 为进一步提高检测精度,每一组测试均进行循环回路的内积测定,通过气体组分与内积之比折算为体积浓度,以气体体积浓度对应气相色谱信号强度作参考标准曲线。因同样检测条件下,气体浓度与气相TCD检测器的色谱信号为唯一确定的正比关系,由此,每次测试只需确认气相色谱参数一致,避免参考标准曲线对气路的要求,保证参考标准曲线的确定性。

[0050] 循环回路的内积测定方法为:反应结束后,再次重复步骤4和步骤3,获得反应不再产生气体后气体组分稳定的信号数据;再至少进行1次注入已知定量的惰性气体,重复步骤4和步骤3,获得相应的信号数据。因未知量仅为该气体组体积量及循环回路内积,当内积变化量已知时,仅需两组信号数据构成方程组即可算出两个未知量。再根据得到的循环回路内积结果,即可算出不同测样点对应的反应生成气体量。

[0051] 以上描述只是本发明的具体实施方式,各举例说明不对本发明的实质内容构成限制,所属技术领域的技术人员对前述的具体实施方式做修改或变形,不背离本发明的实质。

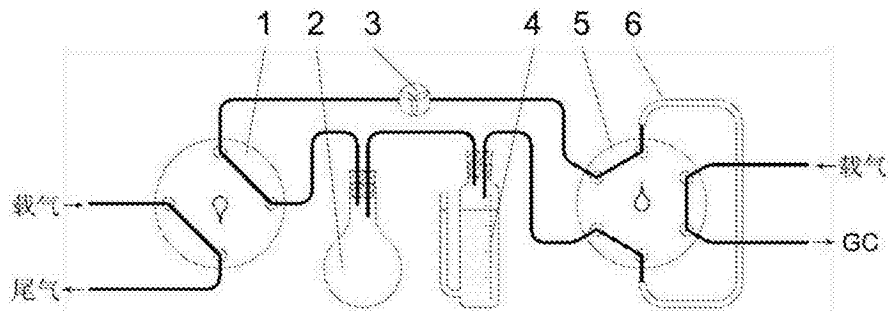


图1

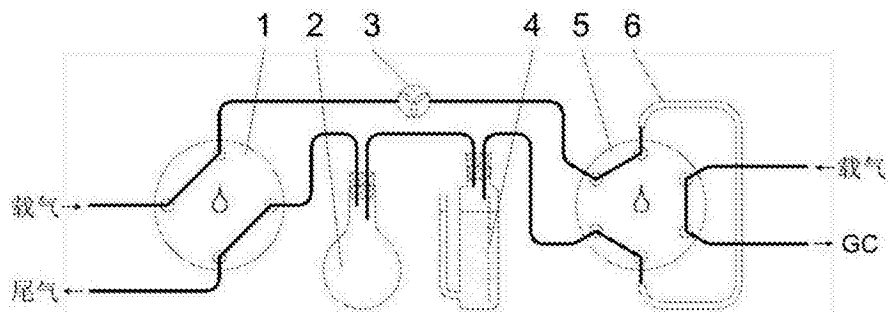


图2

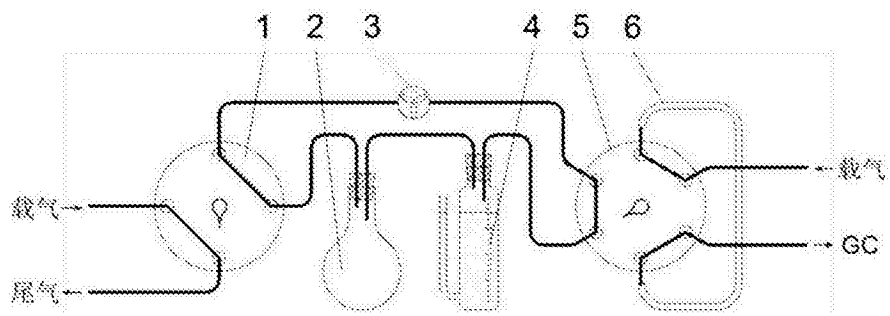


图3