



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104020237 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201410285700. X

(22) 申请日 2014. 06. 24

(73) 专利权人 武汉矽感科技有限公司

地址 430000 湖北省武汉市东西湖区五环大道 31 号

(72) 发明人 张伟 贺斌 刘立秋 马军
颜毅坚

(74) 专利代理机构 深圳市中原力和专利商标事务所 (普通合伙) 44289

代理人 王英鸿 曹抚全

(51) Int. Cl.

G01N 30/60(2006. 01)

G01N 30/30(2006. 01)

审查员 陈群霞

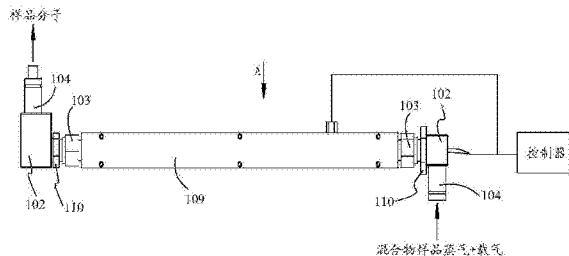
权利要求书1页 说明书5页 附图7页

(54) 发明名称

可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置

(57) 摘要

本发明提供了一种可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,通过在 FastGC 柱两侧设置通孔连接座、以及将所述 FastGC 柱和通孔连接座密封连接的连接件,并且在通孔连接座的另外一端设置可实现与离子迁移谱仪密封连接的空心连接棒,实现了 FastGC 柱改进装置与离子迁移谱仪的密封连接。进一步,本发明所述 FastGC 柱改进装置,还包括包绕 FastGC 柱、连接件和通孔连接座的温箱,温箱内设置有加热装置以及温度传感器,实现了 FastGC 柱的温度可控。由于 FastGC 柱改进装置包括的各部件,连接简单,方便,因此,便于安装和维护,又由于本发明所述 FastGC 柱改进装置省去了外购保温箱,极大地降低了成本。



1. 一种可与离子迁移谱仪联用的FastGC柱改进装置,其特征在于,包括:FastGC柱、设置在FastGC柱两侧并实现气体导通转向的通孔连接座、以及将所述FastGC柱和通孔连接座密封连接的连接件,通孔连接座的另外一端与可实现与离子迁移谱仪密封连接的空心连接棒密封连接。

2. 根据权利要求1所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,还包括一包绕所述FastGC柱、连接件和通孔连接座的保温箱,该保温箱包括保温箱外壳和保温箱上盖,保温箱内设置有用于支撑FastGC柱的可传热的支架,连接件置于支架上,FastGC柱与支架不接触,支架上设置有加热装置,保温箱内还设置有一温度传感器。

3. 根据权利要求2所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,所述支架带有凹槽,连接件设置在凹槽中,加热装置安装在支架底部,并由可传热的压板固定,加热装置的发热元件与支架和压板均接触。

4. 根据权利要求3所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,在凹槽上方还设置有与凹槽匹配的可传热的支架上盖。

5. 根据权利要求2所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,在保温箱内还设置有保温棉。

6. 根据权利要求2所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,所述支架侧面开设有测温孔,温度传感器设置在测温孔内。

7. 根据权利要求1所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,所述一个空心连接棒与离子迁移谱仪的进样系统密封连接,另外一个空心连接棒与离子迁移谱仪的迁移管密封连接。

8. 根据权利要求1至5任意一项所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,在所述连接件和FastGC柱之间设置有密封圈,在所述连接件和通孔连接座之间也设置有密封圈。

9. 根据权利要求1至5任意一项所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,所述通孔连接座为L形通孔连接座。

10. 根据权利要求1至5任意一项所述的FastGC柱改进装置,其特征在于,所述通孔连接座和空心连接棒之间设置有密封圈。

可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置

技术领域

[0001] 本发明涉及物质检测技术领域,尤其涉及一种可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置。

背景技术

[0002] 气相色谱(gas chromatography,GC)法,是一种已建立的分析技术,是利用待分离的各组分在流动相(载气)和固定相两相间具有不同的分配系数,对待分离的各组分进行分离。在流动相和固定相两相作相对运动时,这些组分在两相间的分配反复进行,即使组分的分配系数有微小的差异,最终也能实现各组分的分离。

[0003] 离子迁移谱仪(Ion Mobility Spectrometry ,IMS),是一种在大气压条件下分离离子的技术,依据不同物质离子在高电场下离子迁移率的非线性变化不同的特性而将其分离的离子分离检测仪器。

[0004] GC 和 IMS 可以联用,联用的分析方式可以进一步加强物质分析的精确度。而离子迁移谱仪(IMS)的迁移管是可以与其他化学分析仪器联合使用的,这种联合使用可以发挥不同仪器的优点,产生长处相互叠加的分析效果。当离子迁移谱仪(IMS)与气相色谱(GC)结合在一起使用时,获得的化学信息和测量特征比二者独立使用得到的检测分析结果加在一起的效果更好。

[0005] 联用的工作原理是:被测混合物样品从进样系统加入,由此获取的混合物样品蒸气随载气一起经过 GC 柱分离后流出,由此得到的样品分子通过载气输送到 IMS 中继续进行分析检测后并得到相应的检测结果。在联用检测过程中,对检测结果影响最大的是 GC 柱的柱温,GC 柱柱温是否稳定、是否受热均匀以及整体结构的气密性,都能对检测结果产生很大影响。

[0006] 目前的联用技术,在气相色谱和液相色谱法中,对 GC 柱进行加热通常采用恒温箱。恒温箱普遍采用外挂式结构安装,对 GC 柱进行加热、保温,GC 柱两端与 IMS 的连接接口采用卡套式连接,并且连接的气导管路较长。直接购买恒温箱,能够保证 GC 柱的柱温稳定、受热均匀要求,但是,GC 柱两端与 IMS 的连接接口处气导管的温度、受热是否均匀难以控制,由于连接的气导管路较长,管路上容易产生热损耗,测温点的选择难以客观的体现出实际温度,因此,不利于准确控制温度。此外,购买的恒温箱体积较大,难以集成到 IMS 内部,并且恒温箱价格较昂贵,购买成本高。

[0007] 目前的联用技术中,常采用快速气相色谱(FastGC)技术,顾名思义就是分析速度快的 GC, FastGC 技术最大优势就是可提高样品分析效率、分析时间短,其结构特点是 GC 柱长度较短。在现有技术中,采用毛细管 FastGC 柱直接加热,无需配备恒温箱,即可实现 GC 柱的快速加热,亦即采用在 FastGC 柱的金属外壳上通电流,对 FastGC 柱进行电阻式直接加热技术。如果采用进行电阻式直接加热技术的 FastGC 柱,由于整个 FastGC 柱金属外壳上没有可供安装温度传感器的测温孔,无法客观的体现出 FastGC 柱实际温度,所以,该技术不利于准确控制温度。除此之外,还需定制连接、安装固定 FastGC 柱以及起保温作用的结

构件,以满足具体的安装尺寸要求和使用要求。因此,采用这种方式价格较贵、成本高。

发明内容

[0008] 为此,本发明所要解决的技术问题是:提供一种可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,不但可以保证 FastGC 柱温度可控,而且还可以保证 FastGC 柱与 IMS 的连接接口的密封性,同时成本低,便于安装和维护。

[0009] 于是,本发明提供了一种可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,该装置包括:FastGC 柱、设置在 FastGC 柱两侧并实现气体导通转向的通孔连接座、以及将所述 FastGC 柱和通孔连接座密封连接的连接件,通孔连接座的另外一端与可实现与离子迁移谱仪密封连接的空心连接棒密封连接。

[0010] 所述 FastGC 柱改进装置还包括:一包绕所述 FastGC 柱、连接件和通孔连接座的保温箱,该保温箱包括保温箱外壳和保温箱上盖,保温箱内设置有用于支撑 FastGC 柱的可传热的支架,连接件置于支架上, FastGC 柱与支架不接触,支架上设置有加热装置,保温箱内还设置有一温度传感器。

[0011] 其中,所述支架带有凹槽,连接件设置在凹槽中,加热装置安装在支架底部,并由可传热的压板固定,加热装置的发热元件与支架和压板均接触。

[0012] 在凹槽上方还设置有与凹槽匹配的可传热的支架上盖。

[0013] 在保温箱内还设置有保温棉。

[0014] 所述支架侧面开设有测温孔,温度传感器设置在测温孔内。

[0015] 所述一个空心连接棒与离子迁移谱仪的进样系统密封连接,另外一个空心连接棒与离子迁移谱仪的迁移管密封连接。

[0016] 在所述连接件和 FastGC 柱之间设置有密封圈,在所述连接件和通孔连接座之间也设置有密封圈。

[0017] 所述通孔连接座位为 L 形通孔连接座。

[0018] 所述通孔连接座和空心连接棒之间设置有密封圈。

[0019] 本发明所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,通过在 FastGC 柱两侧设置通孔连接座、以及将所述 FastGC 柱和通孔连接座密封连接的连接件,并且在通孔连接座的另外一端设置可实现与离子迁移谱仪密封连接的空心连接棒,实现了 FastGC 柱改进装置与离子迁移谱仪的密封连接。

[0020] 进一步,本发明所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,还包括包绕 FastGC 柱、连接件和通孔连接座的温箱,温箱内设置有加热装置以及温度传感器,实现了 FastGC 柱的温度可控。

[0021] 由于 FastGC 柱改进装置包括的各部件,连接简单,方便,因此,便于安装和维护,又由于本发明所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置省去了外购保温箱,极大地降低了成本。

附图说明

[0022] 图 1 为本发明实施例所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置与离子迁移谱仪连接的总体结构示意图;

- [0023] 图 2 为本发明实施例所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置结构示意图；
- [0024] 图 3 为图 2 中 A 向视图；
- [0025] 图 4 为图 2 所示 FastGC 柱改进装置拆下保温箱上盖和外壳后的结构示意图；
- [0026] 图 5 为图 4 中 A 向视图；
- [0027] 图 6 为图 4 中 B-B 剖视图；
- [0028] 图 7 图 4 所示 FastGC 柱改进装置拆下支架上盖后的结构示意图；
- [0029] 图 8 为图 7 中 A 向视图；
- [0030] 图 9 为空载图谱示意图；
- [0031] 图 10 为测试物为己腈时的图谱示意图；
- [0032] 图 11 为测试物为正癸烷(己腈为溶剂)时的图谱示意图；
- [0033] 图 12 为测试物为 2,6-二甲基苯胺(己腈为溶剂)时的图谱示意图；
- [0034] 图 13 为测试物为正癸烷 120ppm+2,6-二甲基苯胺 120ppm 混标时正癸烷出峰谱图的示意图；
- [0035] 图 14 为测试物为正癸烷 120ppm+2,6-二甲基苯胺 120ppm (己腈为溶剂,混标)时 2,6-二甲基苯胺出峰谱图的示意图；
- [0036] 图 15 为测试物为正癸烷和 2,6-二甲基苯胺(用己腈做溶剂)混标在没有安装 FastGC 柱的情况下,由 IMS 测得的谱图示意图。

具体实施方式

- [0037] 下面,结合附图对本发明进行详细描述。
- [0038] 如图 1 所示,本实施例提供了一种可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置 100,其与离子迁移谱仪 IMS 连接。离子迁移谱仪进样系统中的混合物样品蒸气和载气进入 FastGC 柱改进装置 100 中,通过 GC 分离后,分离后的样品分子再进入到离子迁移谱仪中的迁移管内继续进行有效地分析检测。
- [0039] 如图 2 至图 8 所示,FastGC 柱改进装置 100 包括:FastGC 柱 101、通孔连接座 102、将所述 FastGC 柱 101 和通孔连接座 102 密封连接的连接件 103、以及空心连接棒 104。
- [0040] 其中,通孔连接座 102 设置在 FastGC 柱 101 两侧,并可以实现气体导通转向,本实施例为两个 L 形通孔连接座,连接件 103 将 FastGC 柱 101 和通孔连接座 102 密封连接,通孔连接座 102 的一端 FastGC 柱 101 密封连接,另外一端与空心连接棒 104 密封连接,一个空心连接棒 104 端进样的是混合物样品蒸气和载气,另外一个空心连接棒 104 端出样的是样品分子,出样到离子迁移谱仪中的迁移管内继续进行有效地分析检测。
- [0041] 为实现上述密封连接,可以在连接件 103 和 FastGC 柱 101 之间设置密封圈(图中未标识),在连接件 103 和通孔连接座 102 之间也设置密封圈(图中未标识),在通孔连接座 102 和空心连接棒 104 之间设置密封圈(图中未标识)。密封圈可以为 O 形。
- [0042] 为了克服现有技术中购买保温箱的高昂成本、以及安装保温箱的不便,本实施例在上述 FastGC 柱改进装置 100 上还进行了如下改进:
- [0043] FastGC 柱改进装置 100,还进一步包括:一包绕 FastGC 柱 101、连接件 103 和通孔连接座 102 的保温箱,该保温箱包括保温箱外壳 111 和保温箱上盖 105,保温箱内设置有用

于支撑 FastGC 柱 101 的可传热的支架 106, 连接件 103 置于支架 106 上, FastGC 柱 101 与支架 106 不接触, 支架 106 上设置有加热装置 107, 保温箱内还设置有一温度传感器 112。

[0044] 为了便于安装摆放, 其中, 支架 106 可以设置为带有凹槽的支架, 连接件 103 设置在凹槽中, 加热装置 107 安装在支架 106 底部, 并由可传热的压板 108 固定, 加热装置 107 的发热元件与支架 106 和压板 108 均接触, 见图 6。

[0045] 还可以在支架 108 的凹槽上方设置一与凹槽匹配的可传热的支架上盖 109。还可以在保温箱内设置起保温作用的保温棉。

[0046] 为了实现温度控制, 还在支架 106 的侧面开设测温孔, 温度传感器 112 设置在该测温孔内。

[0047] 本实施例所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置, 结构简单、成本低、易于实现、实用性强。特别是采用常规的 O 型密封圈作为气路密封件时, 整体结构的气密性能够得到有效保证, 同时气路各连接零件结构也较简单、易于加工。

[0048] 由于加热装置只对用于固定 FastGC 柱 101 的可传热材料制成的部件, 例如, 加热装置 107 仅对支架 106、压板 108 和支架上盖 109 加热, 而 FastGC101 又不与支架 106、压板 108 和支架上盖 109 相接触, 这就使得 FastGC 柱 101 的温度稳定和受热均匀得以保证, 从而满足使用要求。

[0049] 作为进样用的进样空心连接棒 104 和出样用的出样空心连接棒 104, 采用插入式结构, 该结构简单且加工方便, 安装、维护便捷, 将 FastGC 柱与离子迁移谱仪有机的联合起来。

[0050] 实际应用中, 将 FastGC 柱与 IMS 联用, 获得的化学信息和测量特征比二者独立得到的结果加在一起的效果有更好的改进。IMS 信号相应应在质和量上的改善则是源于混合物样品在 FastGC 柱中进行的预先分离, 理想的情况是混合物中各组分经色谱分离后被一个一个地送进 IMS 分析仪。样品经预分离后, 在反应区进行的离子反应就变得简单了, 对迁移管中离子分离的要求也会变得宽松了。

[0051] 本实施例中, 针对正癸烷和 2,6-二甲基苯胺(己腈为溶剂)的单标和混标进行了测试, 采用自动顶空进样方式, 得到如下的离子迁移谱图谱, 具体如下:

[0052] ①. 空载图谱:

[0053] 使用如下参数, 得到如图 9 所示的空载图谱:

[0054]

测试物质	进样加热体温度	FastGC 柱加热温度	进样量	放电时间	迁移率
	100°C	80°C		675μs	

[0055] ②. 己腈测试:

[0056] 使用如下参数, 得到如图 10 所示的图谱:

[0057]

测试物质	进样加热体温度	FastGC 柱加热温度	进样量	放电时间	迁移率
己腈	100°C	80°C	2500 ul	675μs	1.88

[0058] ③. 正癸烷(己腈为溶剂)测试:120ppm(单标)

[0059] 使用如下参数, 得到如图 11 所示的图谱:

[0060]

测试物质	进样加热体温度	FastGC 柱加热温度	进样量	放电时间	迁移率

正癸烷	100°C	80°C	2500 uL	675μs	1.59
-----	-------	------	---------	-------	------

[0061] ④. 2,6-二甲基苯胺(己腈为溶剂)测试:120ppm(单标)

[0062] 使用如下参数,得到如图 12 所示的图谱:

[0063]

测试物质	进样加热体温度	FastGC 柱加热温度	进样量	放电时间	迁移率
2,6-二甲基苯胺	100°C	80°C	2500 uL	675μs	1.71

[0064] ⑤. 正癸烷 120ppm+2,6-二甲基苯胺 120ppm(己腈为溶剂,混标)测试:

[0065] 使用如下参数,混标测试:

[0066]

测试物质	进样加热体温度	FastGC 柱加热温度	进样量	放电时间	迁移率
混标	100°C	80°C	2500 uL	675μs	1.59/1.71

[0067] (1) 如图 13 所示,为混标测试时,先出峰的正癸烷出峰谱图,迁移率为 1.59;

[0068] (2) 如图 14 所示,为混标测试时,接下来后出峰的 2,6-二甲基苯胺出峰谱图,迁移率为 1.71;

[0069] (3) 上述两种物质先后出峰时间,相差 10 秒。

[0070] ⑥. 正癸烷和 2,6-二甲基苯胺(用己腈做溶剂)的混标在没有安装 FastGC 柱的情况下测得的谱图,两者没有先后出特征峰的现象,如图 15 所示。

[0071] ⑦. 结论:正癸烷与 2,6-二甲基苯胺测试时在通过 FastGC 后有排队现象。

[0072] 因此,通过上述数据,验证了:将 FastGC 柱与 IMS 联用时,能够获得的化学信息和测量特征比二者独立得到的结果加在一起的效果有更好的改进。

[0073] 综上所述,本实施例所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,通过在 FastGC 柱两侧设置通孔连接座、以及将所述 FastGC 柱和通孔连接座密封连接的连接件,并且在通孔连接座的另外一端设置可实现与离子迁移谱仪密封连接的空心连接棒,实现了 FastGC 柱改进装置与离子迁移谱仪的密封连接。

[0074] 进一步,本发明所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置,还包括包绕 FastGC 柱、连接件和通孔连接座的温箱,温箱内设置有加热装置以及温度传感器,实现了 FastGC 柱的温度可控。

[0075] 由于 FastGC 柱改进装置包括的各部件,连接简单,方便,因此,便于安装和维护,又由于本发明所述可与离子迁移谱仪联用的 FastGC 柱改进装置省去了外购保温箱,极大地降低了成本。

[0076] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

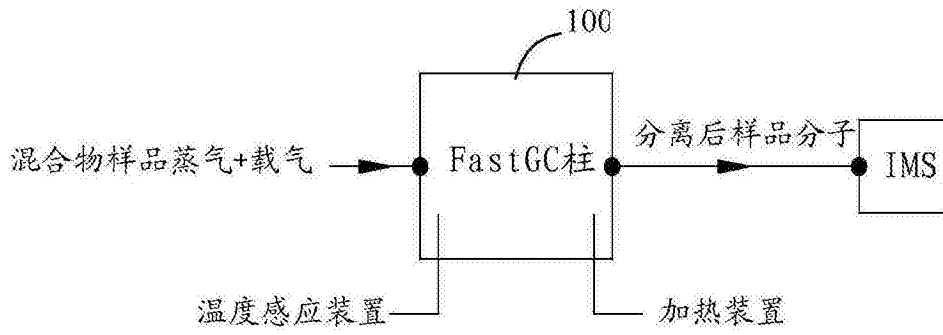


图 1

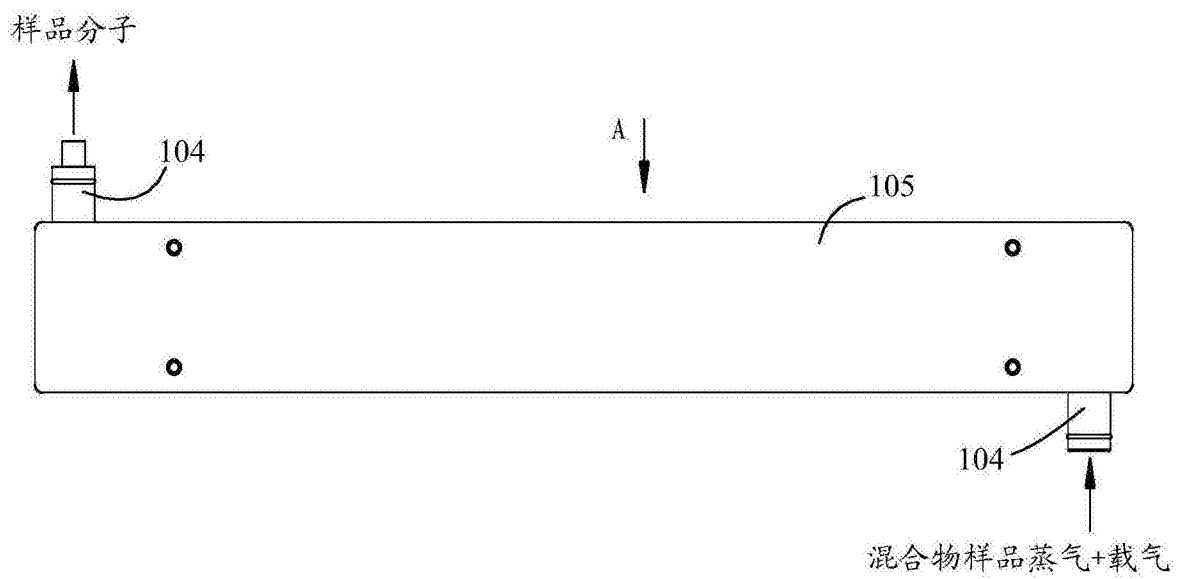


图 2

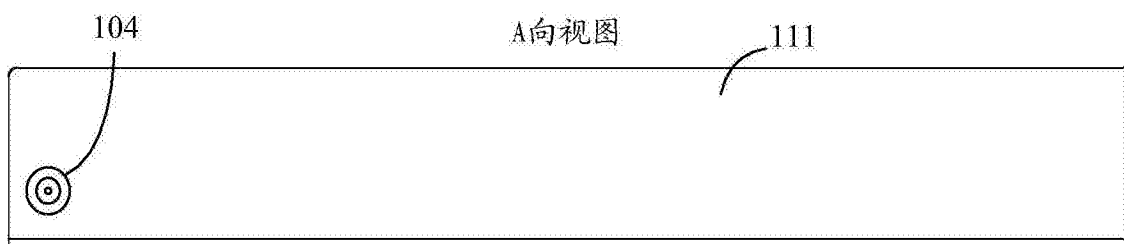


图 3

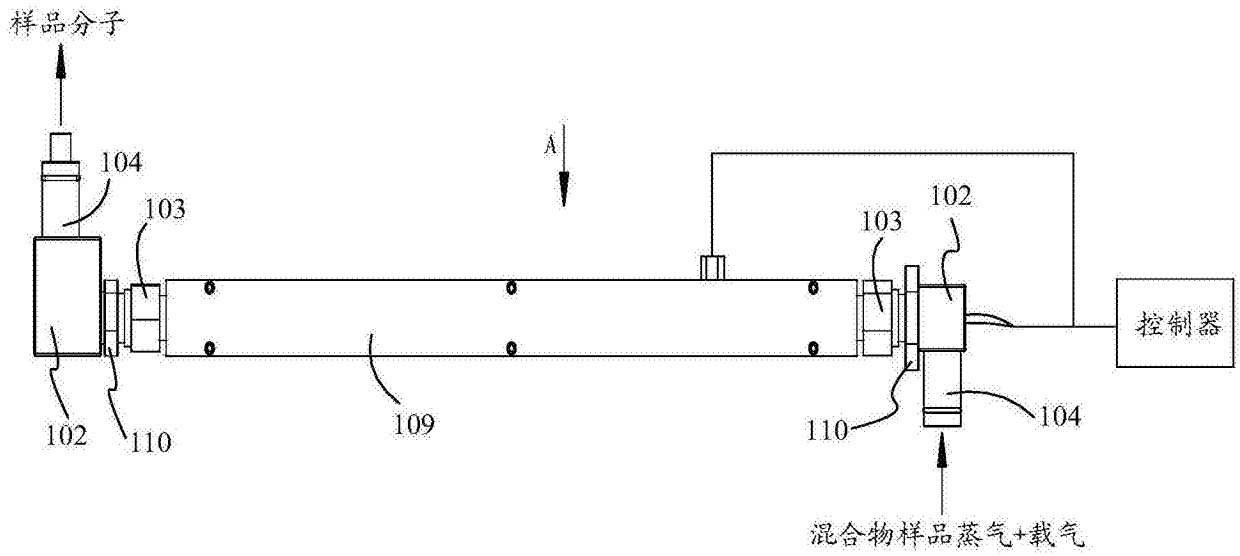


图 4

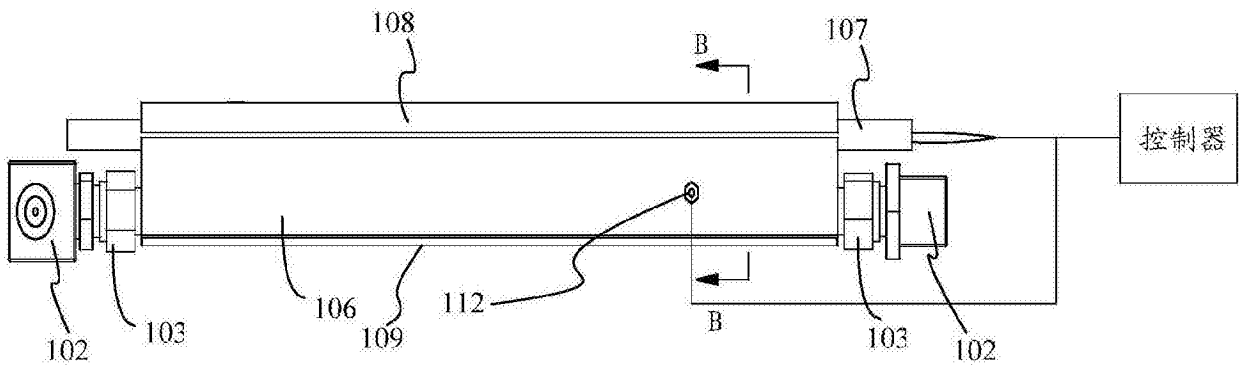


图 5

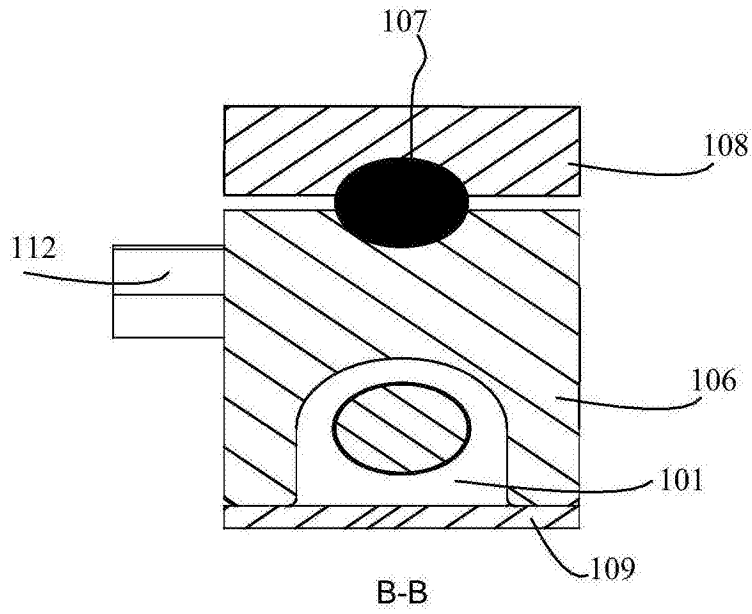


图 6

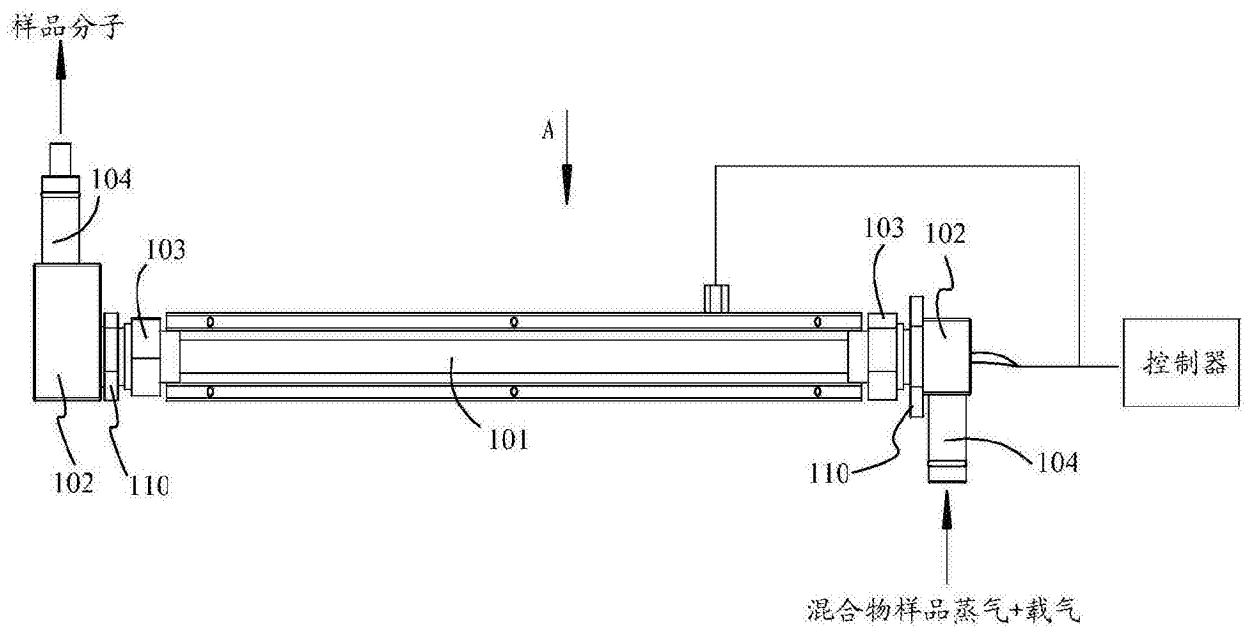


图 7

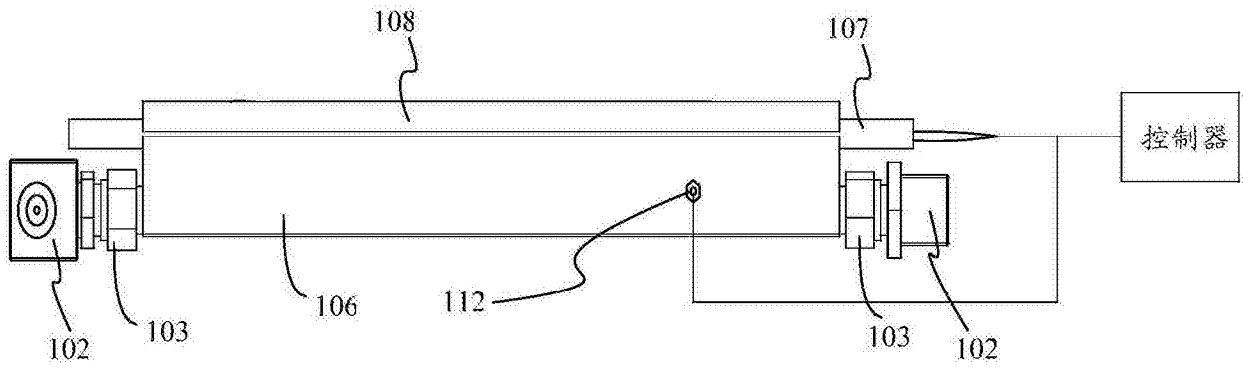


图 8

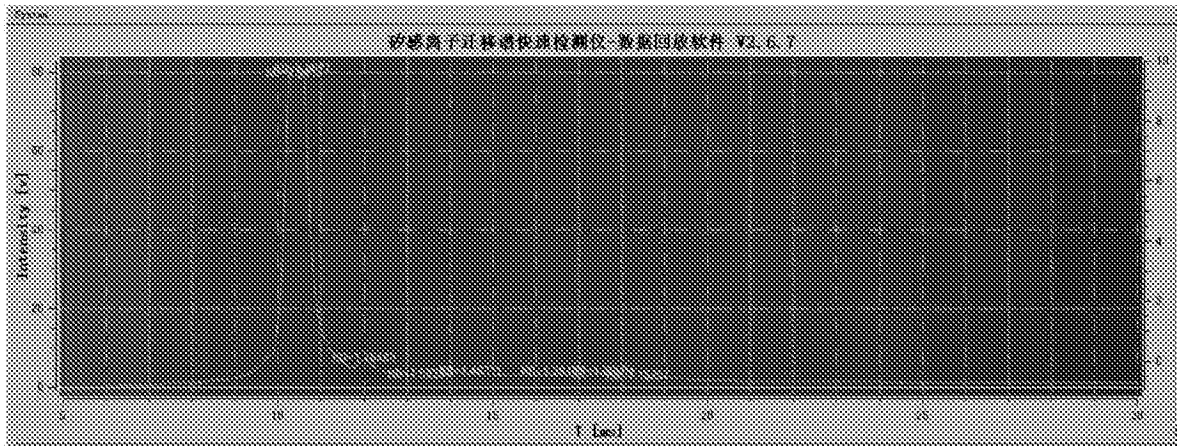


图 9

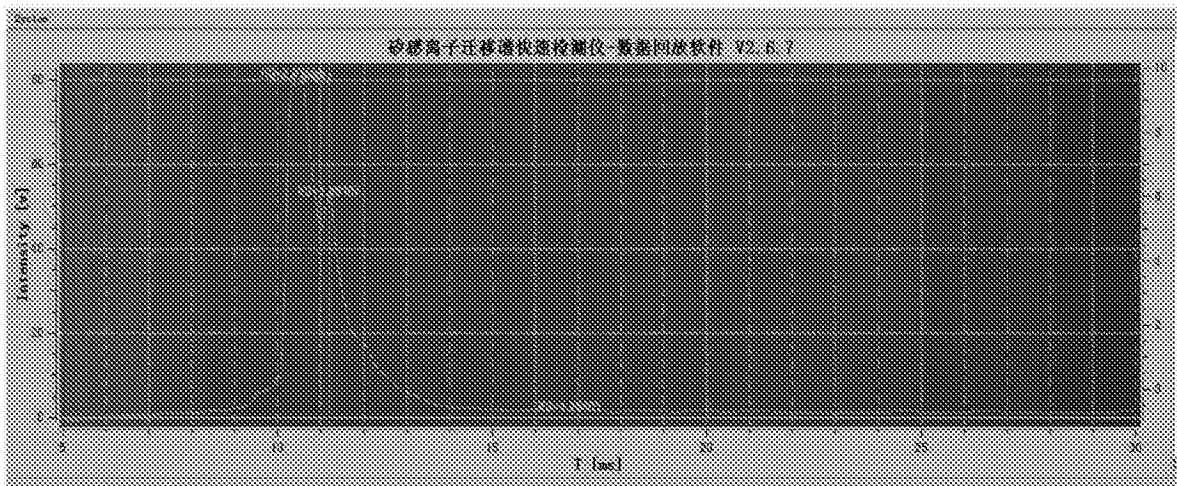


图 10

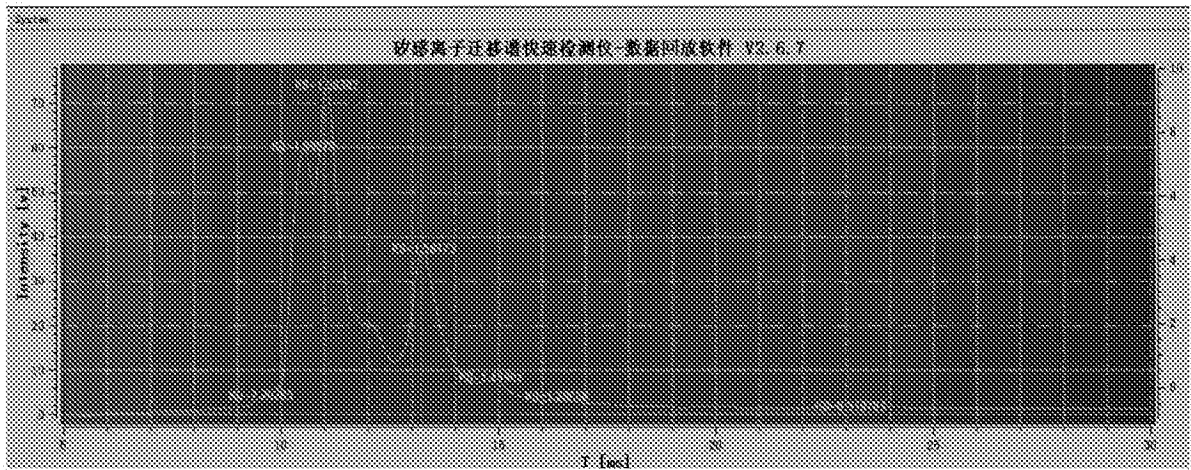


图 11

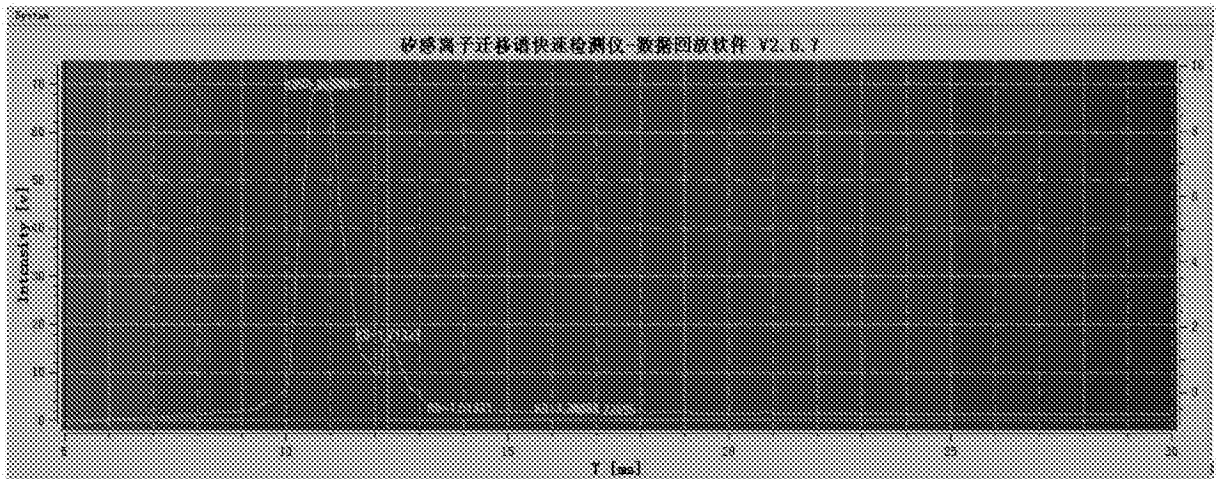


图 12

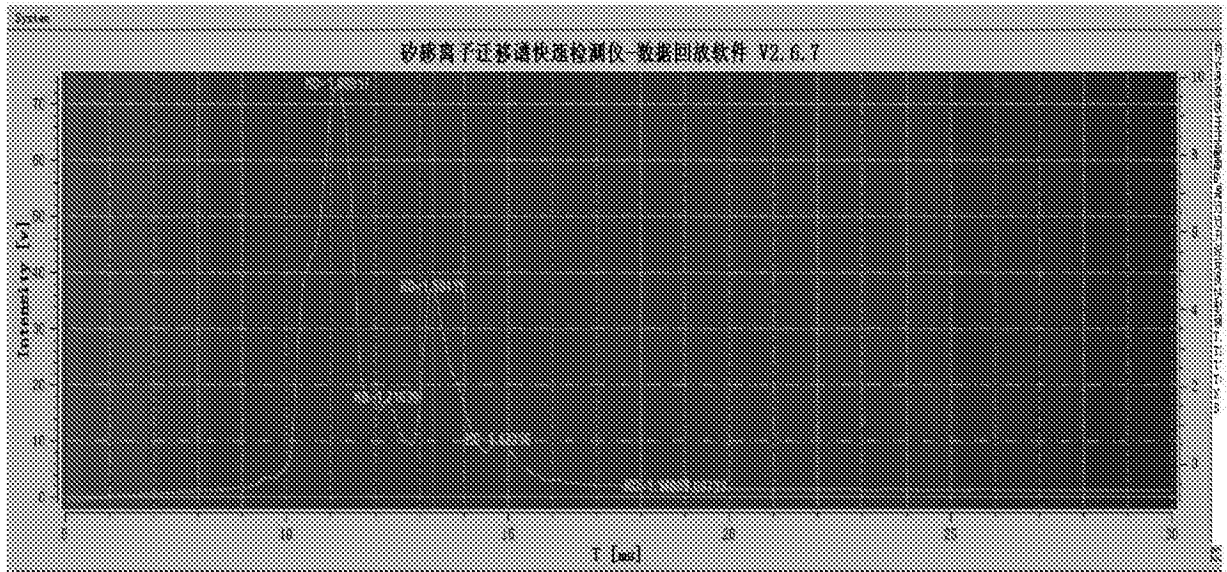


图 13

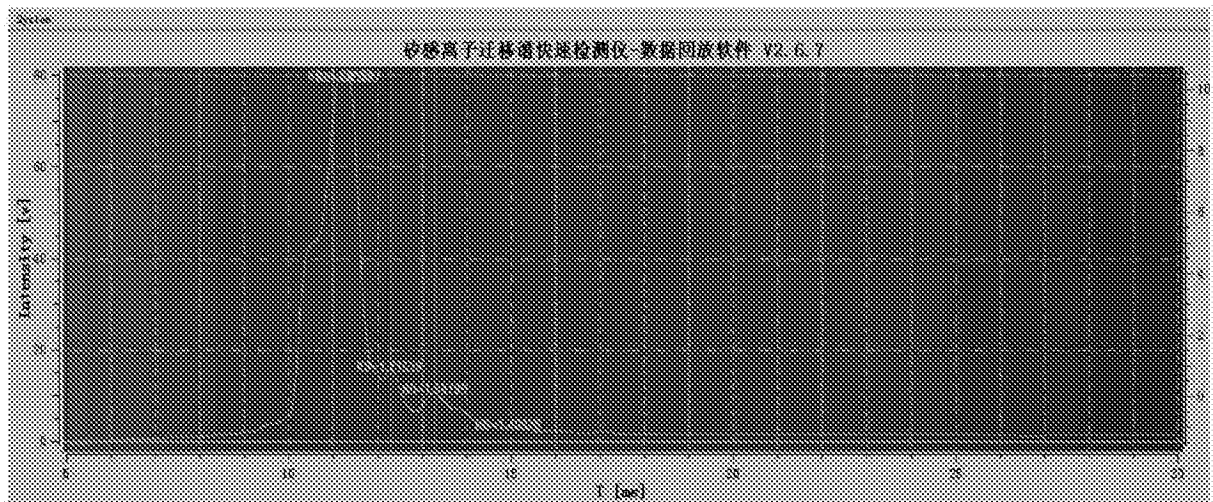


图 14

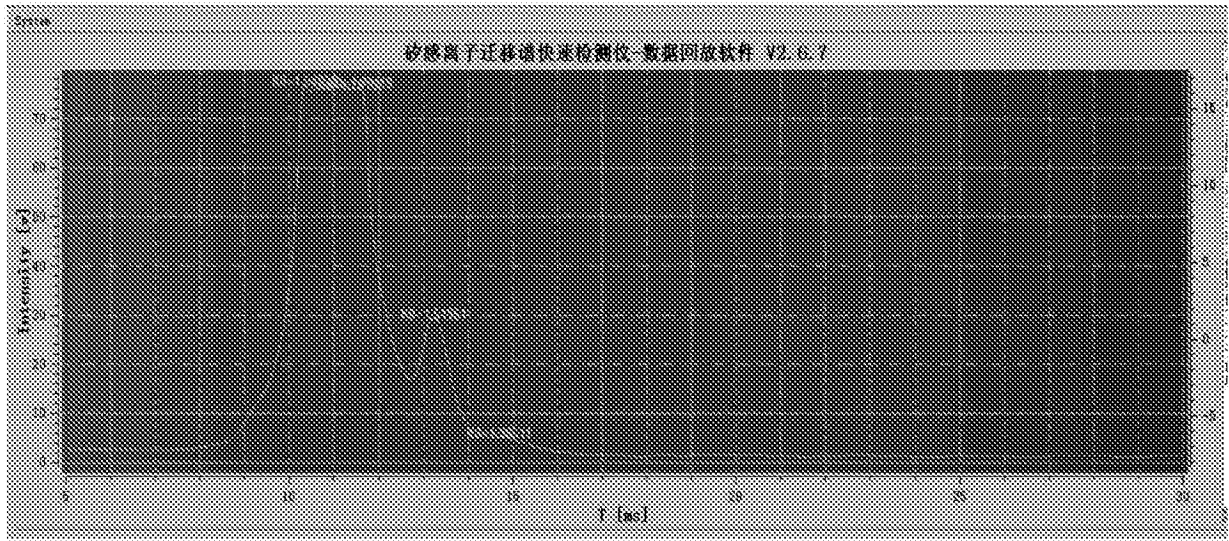


图 15