

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

G01N 27 / 403

G01N 27 / 27



[12] 实用新型专利说明书

[21] ZL 专利号 95229696.9

[45]授权公告日 1997年10月1日

[11] 授权公告号 CN 2263789Y

[22]申请日 95.12.22 [24]颁证日 97.8.23

[73]专利权人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022吉林省长春市斯大林大街109号

[72]设计人 林祥钦 严川伟 徐正炎

[21]申请号 95229696.9

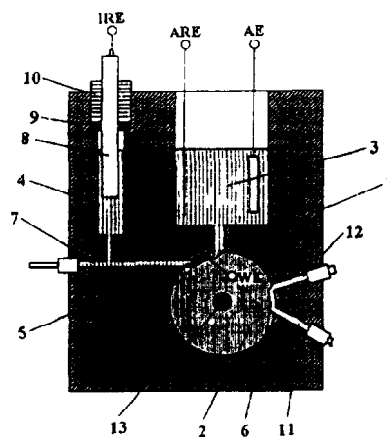
[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 2 页

[54]实用新型名称 塞型进样阀电化学池

[57]摘要

一种电化学和色谱在线联用的接口设计——塞型进样阀电化学池，该设计中，薄层电化学池的薄层腔与进样阀的定量管合二为一，薄层腔兼作定量管，是塞型阀芯上的微型凹槽，电解仅在薄层腔中进行，通过阀芯的切换操作实现色谱进样。



(BJ)第 1452 号

权 利 要 求 书

1. 一种塞型进样阀电化学池，其特征在于池体(1)是一个上部呈柱状下部是扁状的部件，由高化学惰性的合成材料制成，其下部扁状部分有一锥形塞孔，贮液池(3)和参比腔(4)是在池体(1)上部竖直方向的孔穴，底部均有孔向下通；辅助电极AE和辅助参比电极ARE分别是贵金属大面积电极和贵金属微电极，都安装在贮液池(3)中；孔(7)位于池体(1)中下部扁状部分，与参比腔(4)底部孔相交通，孔(7)外端与抽引装置相连接，里端直通至位于阀芯(2)锥面上开凿的微型凹槽薄层腔(5)；阀芯(2)是与池体(1)下部的锥形塞孔相配合的锥形塞，由高化学惰性的合成材料制成；薄层腔(5)呈长形，一端与孔(7)相通，另一端与贮液池(3)底部孔相通，薄层腔(5)中安装有贵金属细丝工作电极WE，从阀芯(2)上引出；在阀芯(2)锥面上有另一与薄层腔(5)相似的凹槽(6)，是一空腔；凹槽(6)的两端分别接色谱流动相入口(11)和出口(12)，IRE是内参比电极，安插在盐桥(8)中；密封垫(9)和螺丝(10)中间有孔，用于安装和固定盐桥(8)，如此安装后，参比腔(4)的上部是密封的，轴(13)与阀芯(2)之间固定，金属片(14)中间有孔，作为轴架，固定在池体(1)上；压力轴承(15)，高弹性胶垫(16)，也可以是弹簧。

说 明 书

塞型进样阀电化学池

本实用新型属于塞型进样阀电化学池的设计。

将廉价，方便和可控的电化学方法与具有高分离分析能力的色谱分析方法相串接，可以改善色谱的分析效果，甚至由于电化学发生的质点直接被送到色谱分离分析环节而非在线的电解-分析方式相比，样品转移的时间大大缩短，因而可能检测到某些短寿命的中间体。《D. J. Miner, P. T. Kissinger, *Biochemical Pharmacology*, 28(1979), 3285》和《G. W. Schieffer, *Anal. Chem.*, 53(1981), 126》分别提供了通过在线电化学/高效液相色谱联用获得了中间体的信息和改善了分析结果的实例。但这里所用的电化学池均为流通式池子，即电解液在流过工作电极区域时被电解衍化。这意味着电解较大量的样品，而且这种方式往往难以达到完全的电解转化，而各种色谱分析所需的样品量都非常小(微升级或更小)。显然这种流通方式提供的样品量对于色谱检测来说是过大的。所以，这种流通池式的接口方式的适用范围十分有限。然而至今，除上述文献报道的电化/色谱的流通池接口样式外，尚无其它的关于电化学和色谱在线联用的报道。

本实用新型的目的是提供一种塞型进样阀电化学池，把薄层电化学池的薄层腔做成色谱的液体样品进样阀的定量管，该进样阀是塞型设计，使被电解的部分仅为薄层腔微体积中的电解质溶液，采用双参比电极实现电位的调控，制样完毕时，通过阀的切换进样。

本实用新型的实施方案结合附图描述如下：

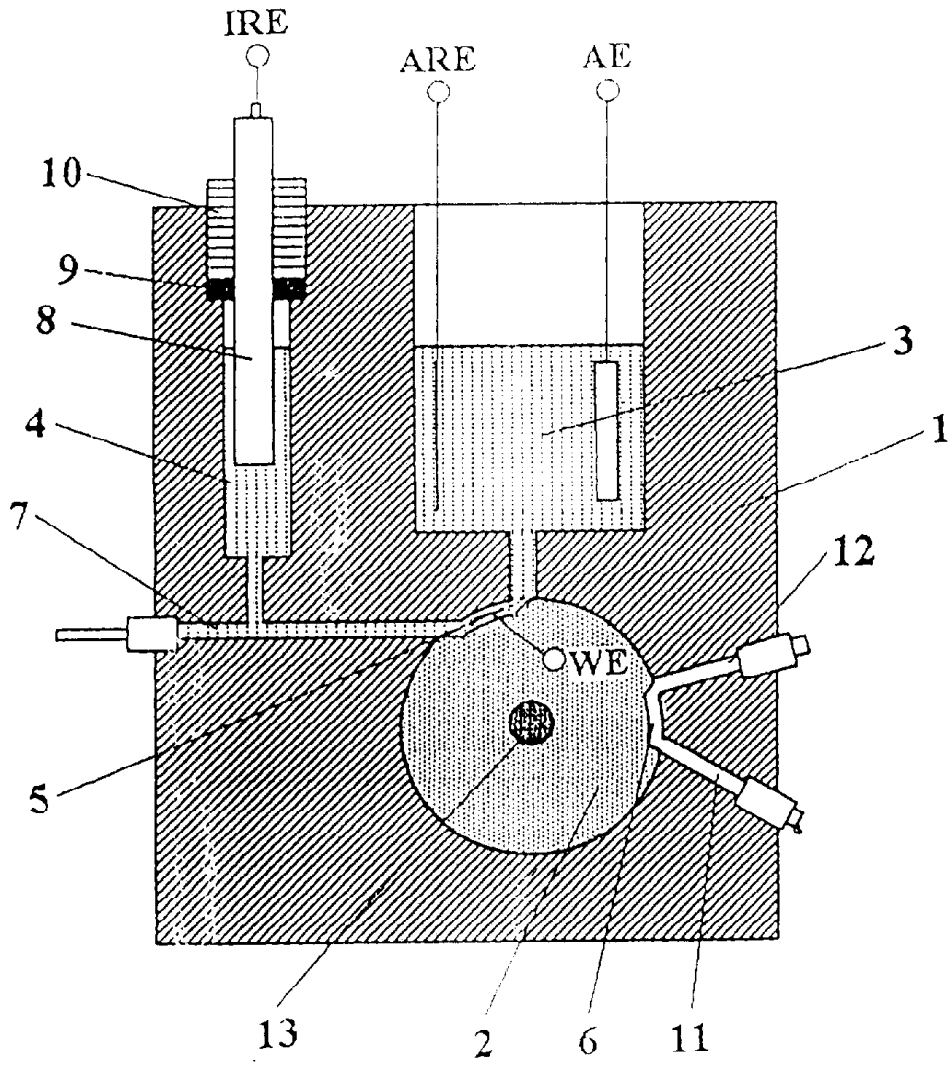
附图1是塞型进样阀电化学池示意图，附图2是池体(1)和阀芯(2)之间连接示意图。

池体(1)是一个上部呈柱状下部是扁状的部件，由高化学惰性的合成材料制成，其下部扁状部分有一锥形塞孔，贮液池(3)和参比腔(4)是在池体(1)上部竖直方向的孔穴，底部均有孔向下通，辅助电极AE和辅助参比电极ARE分别是贵金属大面积电极和贵金属微电极，都安装在贮液池(3)中，孔(7)位于池体(1)中下部扁状部分，与参比腔(4)底部孔相交通，孔(7)外端与抽引

装置相连接，里端直通至位于阀芯(2)锥面上开凿的微型凹槽薄层腔(5)，阀芯(2)是与池体(1)下部的锥形塞孔相配合的锥形塞，由高化学惰性的合成材料制成，薄层腔(5)呈长形，一端与孔(7)相通，另一端与贮液池(3)底部孔相通，薄层腔(5)中安装有贵金属细丝工作电极WE，从阀芯(2)上引出，在阀芯(2)锥面上有另一与薄层腔(5)相似的凹槽(6)，是一空腔，不在其中安装电极，凹槽(6)的两端分别接色谱流动相入口(11)和出口(12)，IRE是内参比电极，安插在盐桥(8)中，密封垫(9)和螺丝(10)中间有孔，用于安装和固定盐桥(8)，如此安装后，参比腔(4)的上部是密封的，轴(13)与阀芯(2)之间固定，(14)是中间有孔的金属片，作为轴架，固定在池体(1)上，压力轴承(15)高弹性胶垫(16)，也可以是弹簧，(15)和(16)可以保证池体(1)和阀芯(2)之间既可以灵活地相对转动又使两者的锥面间有良好的密封性，通过孔(7)的外端所连接的抽引装置可将贮液池(3)中的溶液充满薄层腔(5)，在色谱进样时，转动阀芯(2)，薄层腔(5)随阀芯(2)转过，代替槽(6)位置，于是流动相推动(5)中的电解混合液从出口(12)进入色谱系统，完成进样操作。

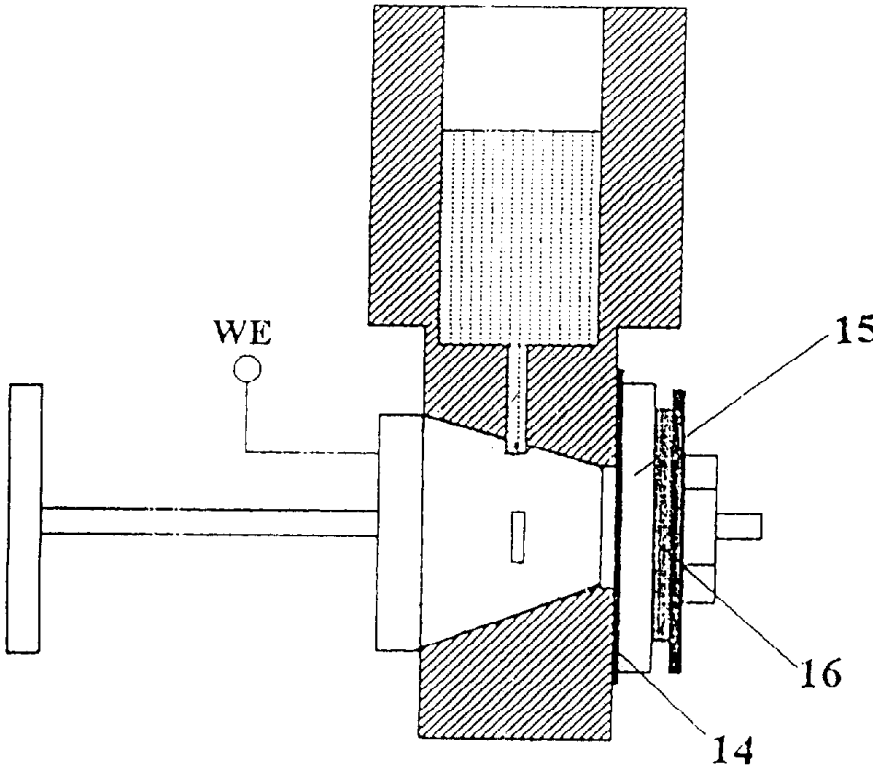
本实用新型设计的薄层腔中溶液达到完全耗竭性电解的时间在2分钟以内，因此制样迅速；由于是进样阀方式进样，所以进样速度快，电解制样仅为微薄层腔内电解，所以每次的制样量是微升量级，与色谱分析所要求的进样量相匹配；制做工艺难度小。

说明书附图



附图 1

说明书附图



附图 2