



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111386459 A

(43)申请公布日 2020.07.07

(21)申请号 201880052579.2

(22)申请日 2018.08.13

(30)优先权数据

102017118531.3 2017.08.14 DE

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2020.02.13

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2018/071903 2018.08.13

(87)PCT国际申请的公布数据

WO2019/034596 DE 2019.02.21

(71)申请人 特拉西斯股份有限公司

地址 比利时昂斯

(72)发明人 亚历山大·杰纳斯

莱因哈德·格鲁吉尔-恩德雷斯

(74)专利代理机构 北京安信方达知识产权代理有限公司 11262

代理人 武晶晶

(51)Int.Cl.

G01N 30/14(2006.01)

B01D 19/00(2006.01)

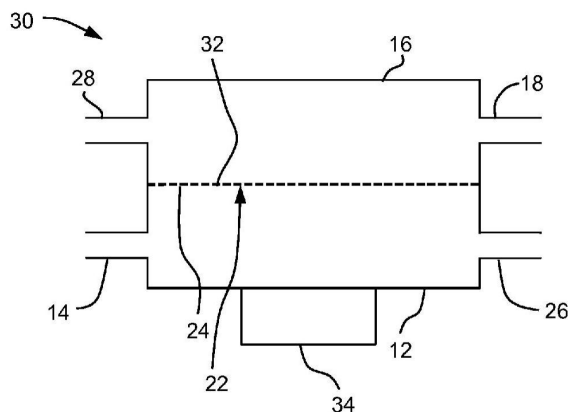
权利要求书1页 说明书9页 附图5页

(54)发明名称

用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备

(57)摘要

本发明涉及一种用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备(30),该设备包括液体隔室(12)和气体隔室(16),这些隔室由半渗透性分离层(32)分隔开,该流体隔室(12)包括用于该液体样品的供应管线(14),并且该气体隔室(16)包括可以与该气相色谱仪连接的出口(18)。加热元件(34)与该液体隔室(12)相关联。作为该半渗透性分离层(20)与该加热元件(34)的相互作用的结果,还可以制备少量的液体样品。



1. 一种用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,该设备具有流体空间(12)和气体空间(16,54,104),这些空间由半渗透性分离层(20,32,38,46,58,94,108)分隔开,该流体空间(12)包括用于该液体样品的供应管线(14),并且该气体空间(16,54,104)具有可与该气相色谱仪(76)连接的出口(18),其中该流体空间(12)和/或该气体空间(16,54,104)与至少一个加热元件(34,35,56,106)相关联。

2. 根据权利要求1所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)从至少一侧(22,48)是选择性地可渗透的。

3. 根据权利要求1或2所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)具有尺寸在0.05与5 μm 之间的孔(24)。

4. 根据权利要求1-3中任一项所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)是膜。

5. 根据权利要求4所述的设备,其特征在于,该膜由以下材料之一组成:聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯、聚酯、聚砜、纤维素衍生物、聚酰胺、聚丙烯酸酯、或聚丙烯。

6. 根据权利要求4或5所述的设备,其特征在于,该膜是细长的。

7. 根据权利要求1-6中任一项所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)包括至少两个层(40,42)。

8. 根据权利要求1-7中任一项所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)包括至少一个疏水层(40)。

9. 根据权利要求1-8中任一项所述的设备,其特征在于,该分离层(20,32,38,46,58,94,108)的厚度为10-300 μm 。

10. 根据权利要求1-9中任一项所述的设备,其特征在于,该气体空间(54)大于该液体空间(12)。

11. 根据权利要求1-10中任一项所述的设备,其特征在于,在该气体空间(54)中产生循环的泵送设备(100)。

用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,该设备包括具有用于液体样品的供应管线的流体空间和具有可以与气相色谱仪连接的出口的气体空间。

背景技术

[0002] 通常,对于要检查溶剂残留或其他有机组分的液体样品在气相色谱仪中进行分析。液体样品被直接注入进样器,在其中迅速蒸发。然后将样品或其部分供应至分离柱,进行气相色谱分离。样品的各种组分在它们流过时被分离,并且随后进入检测器,在检测器中它们被转换为可以进行分析的电信号。然而,样品经常含有不能直接注入的组分,因为它们可能损坏进样器、分离柱或检测器,或者可能导致其出现故障。在这种情况下,在单独的容器(也被称为顶空蒸发器)中提取并蒸发大量的样品。这是一种密封玻璃,并且其被加热使得被分析的样品组分或者‘(多种)分析物’离开液体并且可以在气相中富集。这通常在分析物的沸点范围内或沸点以上发生。如果在气相中已经达到平衡,则从其中提取样品并将该样品注入气相色谱仪中。样品的干扰组分通常保留在液体(或‘载液’)中。为在顶空蒸发器中制备样品,典型地需要1-10ml的样品体积,而大约1-10 μ l的样品体积足以用于直接注入气相色谱仪。

[0003] US 5,492,838涉及一种用于借助于膜进行连续流体提取和分析的方法和设备。为此,两个流体腔室由半渗透性结构分隔开。具有要提取的物质的流体流经一个腔室,而提取的流体流经另一个腔室。物质可以是要供应至气相色谱仪的气体。优选的膜是疏水的,并且由硅酮或聚丙烯组成。这些腔室可以形成为相邻的长方体或同心圆柱体。

[0004] US 4,590,098描述了由涂覆有特别薄的硅酮薄膜的聚合物生产各向异性膜的方法。用这些复合膜可以分离各种有机溶剂和气体。例如,它们可以被用在具有第一流体腔室的设备中,以便将第一流体腔室与较小的第二流体腔室分隔开。流体混合物穿过由烧结的多孔金属板支撑的复合膜。在该过程中,来自混合物的流体之一可以穿透膜并且因此被分离。

[0005] DE 26 04 003 A1披露了一种用于从液体中分离气体的设备。该设备包括储液管,该储液管由具有进液口(feed)和排液口(drain)的细长圆柱形套筒组成。管的内壁设置有可以形成为单螺纹的线圈。在储液管内布置有具有筛状开口的分离管。在这些开口上包裹着疏水薄膜,液体中存在的气体可以通过该疏水膜并被吸走。

发明内容

[0006] 本发明的一个目的是提供一种用于制备用于可以处理更少样品体积的气相色谱仪的液体样品的设备。

[0007] 通过在用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备中提供流体空间和气体空间来实现这个目的,这些空间由半渗透性分离层分隔开,其中该流体空间具有用于该液体样品的供应管线,并且其中该气体空间具有可以与该气相色谱仪连接的出口,其中该流体空

间和/或该气体空间与至少一个加热元件相关联。

[0008] 本发明的一个优点是防止或至少减少了液体、特别是载液对半渗透性分离层的渗透,而例如可能由加热元件产生的溶剂的蒸气可以容易地通过半渗透性分离层。因此,对于顶空分析,仅需要大约10–30 μ l的小体积样品,使得即使比如放射性药物等贵重的、稀少的样品也可以以经济的方式进行分析。该分离层使得可以避免放射性物质例如从水溶液进入气相。因此,它们保留在液体中并且不进入气相色谱仪。这防止了气相色谱仪及其环境受到污染。另外,该加热元件使得分析物即使在较低环境温度下也可以通过半渗透性分离层,因此允许在更短的时间内执行任意加热阶段并且达到稳定的平衡。结果,在水溶液的情况下形成更少的水蒸气,因此使气相色谱仪的部件(例如半导体结构)被水蒸气损坏的风险最小化。所制备的样品可以经由气体空间的出口直接进入气相色谱仪,因此防止了在从单独的容器中提取样品时可能在常规方法中发生的任何样品污染。一个或多个加热元件与该流体空间和/或该气体空间相关联。如果一个或多个加热元件与该流体空间相关联,则可以加热液体样品,因此加速了样品的蒸发,使得甚至更快地达到气相中的稳定平衡。另外,或替代性地,如果通过布置在该气体空间中的至少一个加热元件来加热该气体空间,则该气体空间中所包含的气体充当载体来输送气态分析物,将能够从液体样品中吸收更大量的气体,因此允许更大量的所制备的样品进入气相色谱仪。特别地,用于制备液体样品的设备还可以连接到微型气相色谱仪,而考虑到顶空蒸发器的尺寸和能量要求,现有技术的顶空蒸发器和微型气相色谱仪的组合将不是有利的。

[0009] 在优选的实施方案中,该分离层从至少一侧是选择性地可渗透的,因此允许其适于相应的样品。这提供了分析物从载液中特别有效的分离。该分离层的选择性渗透性可以优选地通过选择适当的材料或借助于涂层来提供。

[0010] 优选地,该分离层具有尺寸在0.05与5 μ m之间的孔。这允许从载液中特别有效地分离液体样品中的分析物。

[0011] 有利地,该分离层是膜。这种分离层特别薄并且仍然稳定,因此允许设备的总尺寸最小化。

[0012] 在优选的实施方案中,该膜由以下材料之一组成:聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯、聚酯、聚砜、纤维素衍生物、聚酰胺、聚丙烯酸酯、或聚丙烯。这些材料具有良好的耐化学性、易于灭菌、并且优选是疏水的,因此允许尽可能少的水蒸气通过。

[0013] 有利地,该膜是细长的。这种膜具有特别高的机械强度。更优选地,该膜由细长的PTFE组成,因此附加地为该膜提供了良好的疏水特性和耐化学性。

[0014] 优选地,该分离层包括至少两个层,该至少两个层还可以各自形成为膜。这允许增加该分离层的机械强度。例如就孔径或材料而言,该至少两个层可以各自不同地实现。这使得各种物质的渗透性都受到影响。

[0015] 有利地,该分离层包括至少一个疏水层。这防止或减少了水对该分离层的渗透,特别是当将水被用作载液时。这可以防止水进入该气体空间,并从那里到达并损坏气相色谱仪。

[0016] 优选地,该分离层的厚度为10–300 μ m、更优选为100–150 μ m。这种分离层的厚度允许分析物快速通过,而对于设备的制造和操作仍然具有足够的稳定性。

[0017] 有利地,该气体空间大于该液体空间。这允许即使用更少量的样品和特别可溶于

载液的分析物也可以获得足够的分析物浓度,使得即使是稀有的、昂贵的样品也可以进行有效分析。此外,这允许设备的总尺寸最小化。

[0018] 优选地,该设备具有泵送设备以在该气体空间中产生循环。这允许在该气体空间中定义含有分析物的气体的体积。加热元件的作用(即更快地达到稳定的平衡和/或可以从液体样品中吸收更大量的气体)可以通过泵送设备进一步得到增强。

附图说明

[0019] 将通过参考优选的示例性实施方案更详细地描述本发明。在附图中:

[0020] 图1示出了根据第一示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0021] 图2示出了根据第二示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0022] 图3示出了根据第三示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0023] 图4示出了根据第四示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0024] 图5示出了根据第五示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0025] 图5a示出了图5中的分离层的结构,

[0026] 图5b示出了替代性实施方案中的分离层的结构,

[0027] 图6示出了根据第六示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,

[0028] 图7示出了根据第七示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备,以及

[0029] 图8示出了在用于分析样本的系统中的根据第一示例性实施方案的设备。

具体实施方式

[0030] 图1示出了根据第一示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备10。设备10包括具有用于液体样品的供应管线14的流体空间12和具有出口18的气体空间16。出口18可以与气相色谱仪连接(见图8),因此允许将所制备的样品直接供应至气相色谱仪。在流体空间12与气体空间16之间布置有半渗透性分离层20。分离层20将样品分离成液相和气相。从插入流体空间12的样品中,旨在用于分析的样品组分的气体在一些情况下与溶剂一起通过分离层20进入气体空间16,直到达到稳定的平衡并且出现饱和。分离层20防止了液体、特别是在其中输送用于分析的样品组分(‘分析物’)的载液通过。加热元件(未示出)可以被布置在气体空间16和/或流体空间12上。

[0031] 分析物的实施例包括以下项的溶剂残留:乙醇、乙腈、丙酮、甲醇、以及2-丙醇。通常,载液由以下项组成:水、盐溶液、或具有比如pH缓冲液(例如,磷酸盐缓冲液或乙酸盐缓冲液)等添加剂或比如抗坏血酸等稳定剂的盐溶液。本文所提出的蒸发器防止载液和任何添加剂进入气相色谱仪,因为气相色谱仪可能会被它们损坏。特别地,添加剂(比如作为载

液的水中的食盐)允许更容易从载液中(特别是在极性溶剂中)分离分析物。本发明特别好地适合于使用可能存在于例如水溶液中的放射性药物的分析。分离层防止这些溶液中的放射性物质进入气体空间并从那里到达气相色谱仪。这防止了气相色谱仪及其环境受到污染。

[0032] 用于分离层的合适材料包括例如聚合物或陶瓷。如果将分离层实现为聚合物膜,则优选以下材料:聚四氟乙烯(PTFE)、聚偏二氟乙烯(PVDF)、聚酯、聚砜、纤维素衍生物、聚酰胺、聚丙烯酸酯、或聚丙烯。特别地,在下面所讨论的所有实施方案中,包括细长PTFE薄膜的膜或由其组成的分离层被证明是特别有效的。优选地,分离层从至少一侧22是选择性地可渗透的。这可以通过选择适当的聚合物来实现。分离层特别适合于防止放射性物质进入气体空间。优选地,分离层至少在面对流体空间12的侧22上是疏水的,因此甚至更有效地防止来自样品的液体通过分离层20进入气体空间16,并从那里进入气相色谱仪。在此所描述的实施方案中,分离层具有孔24,其可以优选具有在大约0.05与大约5 μm 之间的直径。在图1至图6示出的示例性实施方案中,分离层的厚度优选在大约10与大约300 μm 之间,以便提供良好的机械强度。与制造有关的孔径和膜厚度的波动都是可能的。

[0033] 例如,图1中示出的分离层20是具有良好疏水特性的聚四氟乙烯膜。替代性地,在这个实施例中,膜可以由聚偏二氟乙烯组成。在图1示出的实施例中,孔24的尺寸大约是0.2 μm ,并且膜厚度大约是120 μm 。然而,在一些变体中,孔径还可以是大约0.5 μm ,并且厚度可以在150 μm 的范围内。

[0034] 图1示出的设备10具有壳体,该壳体由铝组成并且包括流体空间12和气体空间16。铝壳体提供了尤其良好的导热性,并且对水性样品大多是惰性的。在其他示例性实施方案中参考图2至图6所述的设备还优选地具有铝壳体。作为铝的替代物,还可以使用例如不锈钢或钢、黄铜、铜、具有镍表面涂层的青铜、锡、锌、铈、铬、铂、或金用于壳体。

[0035] 液体样品可以在室温(即大约20 $^{\circ}\text{C}$ 或略高)下或多或少地蒸发。在替代性实施方案中,液体样品还可以被略微加热以便加速气体空间16中的(多种)分析物的富集,如下面参考图2所述的。

[0036] 图2示出了根据第二示例性实施方案的用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备30。设备30与图1的设备10的不同之处在于,第二示例性实施方案中的分离层32是聚丙烯膜。替代性地,该膜还可以由例如包括聚碳酸酯的聚酯组成。在此所述的实施例中,孔24的尺寸是大约0.05 μm ,并且膜32的厚度是大约30 μm 。在一些变体中,聚酯膜的孔尺寸还可以是大约0.1 μm ,并且厚度可以是大约40 μm 。

[0037] 另外,设备30具有溢流口26,通过该溢流口可以将样品液体从流体空间中排干或从流体空间12中排出。用于载气的入口28被布置在气体空间16处,该载气优选是过滤过的并且用该载气可以将气态样品输送到气相色谱仪。

[0038] 另外,图2示出的示例性实施方案中,设备30的流体空间12与加热元件34相关联。加热元件34加热流体空间12中的液体样品,从而加速分析物的蒸发以及其通过分离层32,并允许在更短的时间段内达到气相中的稳定平衡。为此,借助于加热元件34将液体样品加热到大约40 $^{\circ}\text{C}$ -45 $^{\circ}\text{C}$ 。替代性地,还可以将液体样品加热至更高的温度(例如在60 $^{\circ}\text{C}$ 与100 $^{\circ}\text{C}$ 之间的温度),这可能是必要的,例如如果必须检测比如二甲基亚砜(DMSO)和二甲基甲酰胺(DMF)等难以蒸发的溶剂的话。液体样品可以被加热到的最高温度通常取决于分离层32的

材料以及对液体和气体的连接的最高允许温度。

[0039] 在替代性实施方案中,可以在气体空间上布置附加的加热元件。例如,这可以被用来加热用于所制备样品的载气。以这种方式,载气可以吸收更大量的通过分离层的气态样品,并将其传递到气相色谱仪,因此使更大量的样品可用于分析。对于较小的、紧凑的设备,加热元件可以仅被布置在气体空间上,因为由于设备的导热性,流体空间也会被加热。

[0040] 图3示出了根据本发明的第三实施方案的设备36。设备36包括分离层38,该分离层包括在流体空间12与气体空间16之间的两个层40、42。加热元件(未示出)可以被布置在气体空间16和/或流体空间12上。双层分离层38由两个纤维素衍生物(例如乙酸纤维素和/或硝酸纤维素和/或由乙酸纤维素和硝酸纤维素组成的混合聚合物)的层40、42组成,并且具有比相同厚度的单层分离层更大的抗压强度。分离层38可以形成双层40、42膜或由两个膜形成,并且膜或两个膜中的至少一个可以附加地被拉长。第一层40中的孔24的尺寸是在 $1.2\mu\text{m}$ 的范围内,并且第二层42中的孔的尺寸是大约 $1.0\mu\text{m}$ 。因此,分离层38的渗透性受到影响,因为一些离开载液的物质将能够通过第一层40,但是由于较小的孔径将不能够通过第二层42。层厚度在此大约是 $50\mu\text{m}$ 。在一些变体中,它还可以是大约 $60\mu\text{m}$ 。两个层可以具有相同或不同的厚度。在替代性实施方案中,分离层38的层40、42还可以由相同材料或不同聚合物类别的材料制成。比如PTFE、PVDF、PA、聚砜、聚丙烯酸酯、或聚丙烯等其他材料还可以被用于分离层的一个或多个层。例如,第一层40可以是由孔径为 $0.5\mu\text{m}$ 的细长PTFE组成的膜。第二层42可以是层压有PTFE膜的聚丙烯层。双层分离层的厚度可以是大约 $120\mu\text{m}$ 。替代性地,分离层还可以由多于两个层组成,例如三个、四个或五个层。这些可以各自由相同的材料或不同的材料制成。优选地,在替代性实施方案中,分离层的至少一个层40、42是疏水的,更优选地层40更紧密地面向流体空间,使得在水性载液的情况下尽可能少的水蒸气将进入气体空间。

[0041] 图4示出了根据本发明的第四示例性实施方案的设备44。布置在流体空间12与气体空间16之间的分离层46是由聚酰胺(例如尼龙)制成的膜。在一些变体中,膜还可以由聚砜(例如聚醚砜)制成。分离层46面向流体空间12的侧48的表面具有涂层50,该涂层使分离层46从这一侧48选择性地可渗透。这样做的目的是仅使某些物质能够通过分离层46的孔24进入气体空间16。因此,设备44可以被用于制备含有多种蒸发物质的液体样品,因此允许从液体样品中有针对性地过滤出某种物质。选择性涂层50可以由例如硅酮、聚氨酯、硅胶、氧化铝、分子筛(沸石)、溶胶凝胶或活性炭组成。例如,选择性涂层50可以比膜的材料更具疏水性。在替代性实施方案中,选择性涂层还可以是亲水的。这种涂层可以吸收例如由于疏水膜中的材料缺陷而已经通过膜的不期望的水残留。在气相色谱仪中分析所制备的样品之后,可以从膜涂层中例如通过加热除去水并排干。图4的设备44包括布置在气体空间16上的加热元件35。由于紧凑的设计,在此示出的加热元件35不仅仅加热气体空间16;相反,热量被传递到流体空间12,因此还将液体样品加热到例如大约 40°C - 45°C 并加速分析物向气相的转变。

[0042] 在这个实施例中,形成分离层46的经涂覆膜的孔24的直径在 $1.5\mu\text{m}$ 的范围内。在一些变体中,它们还可以具有大约 $2\mu\text{m}$ 的尺寸。取决于设计,未经涂覆膜的厚度是大约90或 $100\mu\text{m}$,而在优选实施方案中选择性涂层50比未经涂覆膜薄。在这些优选的实施方案中,经涂覆膜的厚度小于 $100\mu\text{m}$ 。

[0043] 图5示出了根据第五实施方案的设备92。在这个实施方案中,在流体空间12与气体空间16之间存在分离层94,该分离层由两个细长的疏水性PTFE膜96组成,每个膜在一侧上层压有聚丙烯层98。加热元件(未示出)可以被布置在气体空间16和/或流体空间12上。分离层94的结构以简化的方式在图5a中示出,没有沿着截面A的孔。这使单个膜96更刚性并且允许在制造期间更好地进行处理。在这个实施例中,每个膜96的孔径是 $0.5\mu\text{m}$,并且经涂覆膜96的厚度分别是大约 $120\mu\text{m}$ 。四层结构改善了在气体空间16中不期望的样品组分(例如水性气溶胶)的保留特性。在替代性实施方案中,代替膜96之一或除了两个膜96之外,亲水性膜(例如由乙酸钠纤维素、混合纤维素酯、涂覆的乙酸钠纤维素、或聚碳酸酯组成)可以被布置在流体空间12与气体空间16之间。在图5b中以简化形式示出了分离层94的结构,该分离层具有单个PTFE膜96、聚丙烯涂层98以及亲水膜99,这些还可以形成支撑结构。这种膜99可以例如位于聚丙烯层98上并且指向气体空间16。亲水性膜99还可以被作为薄膜施加或被设计为网格。在其他变体中,除了或代替膜96之一和/或亲水膜99,玻璃纤维层(例如具有在 $0.1-0.6\text{mm}$ 的范围内的厚度)和石英纤维层(厚度最高达 1mm)可以被布置在流体空间12与气体空间16之间,因此形成用于分离层94的支撑结构。其他替代实施方案还可以包括多于一个亲水膜99。总的来说,代替四个层,分离层还可以包括五个、六个、七个、八个、九个、十个或更多个层。

[0044] 图6示出了根据本发明第六实施方案的设备52。在此示出的设备52中,气体空间54大于流体空间12。这对于特别可溶于载液并因此抵抗上升到气体空间54中的分析物是特别有利的。由于更大的气体空间54,在液体样品中分析物的初始浓度相等的情况下,形成比具有与流体空间12尺寸相等的气体空间的情况更高的分析物浓度,以便实现稳定的平衡。例如,流体空间12的体积可以是大约 $10\mu\text{l}$,并且气体空间54的体积可以是大约 10ml 或更大。在此示出的实施例中,加热元件56被布置在流体空间12上,该加热元件将液体样品加热到大约 40°C ,因此加速了分析物进入气体空间54。另外,设备52具有泵送设备100以在气体空间54中产生循环。这允许在气体空间54中定义含有分析物的气体的体积。气体的均质性得到改善,并且减少了气体在传递到气相色谱仪期间的压降或稀释。泵送设备100可以例如是吸气泵。在一些变体中,这种泵送设备100还可以被加热例如到高于 45°C 的温度,因此加热循环气体,以便加速气体空间中分析物的吸收。

[0045] 在流体空间12与气体空间54之间的分离层58可被实施为类似于上述附图中的分离层之一。例如,膜可以被用作分离层58,该膜由PTFE或聚丙烯酸酯(例如,丙烯酸共聚物)制成,其分别具有大约 $170\mu\text{m}$ 或大约 $180\mu\text{m}$ 的厚度以及大约 $3\mu\text{m}$ 或大约 $5\mu\text{m}$ 的孔径。

[0046] 图7示出了根据本发明的第七实施方案的设备102。在此示出的设备102中,气体空间104小于流体空间12。液体样品中的分析物浓度特别随着分析物而变化,这些分析物没有很好地溶解在载液(例如用水作为载液的非极性溶剂)中,并且因此容易上升到气体空间104中,但是当气体空间较小且流体空间12相对较大时仅在很小的程度上上升到气体空间104中。因此,可以假定浓度大致恒定。如果要对样品液体执行附加研究的话,这特别是有利的。因此,即使在低温下,在气相中也形成稳定的平衡,因此消除了对于流体空间的加热元件的需要。然而,在此示出的实施例中,加热元件106被布置在流体空间12处,其可以例如被用于仅在较高温度下蒸发的分析物。在流体空间12与气体空间104之间的分离层108可以被实施为类似于上述附图中的分离层之一。例如,膜可以被用作分离层108,该膜由PTFE或

聚丙烯酸酯(例如,丙烯酸共聚物)制成,其分别具有大约70 μm 或大约80 μm 的厚度以及大约3 μm 或大约5 μm 的孔径。

[0047] 图8示出了用于分析样品的系统60。在这个系统中,液体样品从容器62通过本文所提出的设备68中的管线64输送,以便制备用于气相色谱仪的液体样品。箭头69指示液体样品的输送方向。

[0048] 在此示出的示例性实施方案中,用于制备液体样品的设备68对应于关于图2详细描述的设备30,而没有加热元件。它包括流体空间12和气体空间16,以及在流体空间12与气体空间16之间的分离层32。在替代性系统60中,图3至图5示出的设备之一还可以被用于制备液体样品。

[0049] 气体空间16接收从阀70经由压缩空气管线72输送的载气。空气以及氦气、氮气、氩气、或另一种惰性气体或气体混合物可以被用作载气。箭头71指示载气的流动方向。载气的压力用压力传感器74来监测,并且载气经由过滤器(未示出)到达设备68的气体空间16。液体样品中含有的分析物借助于加热元件(未显示)在设备68的流体空间12中蒸发,并且通过分离层32的孔24进入气体空间16。一旦在气相中达到稳定的平衡,就将气态样品经由出口18直接注入到气相色谱仪76中进行分析。该用于制备液体样品的方法被称为‘停流(stop-flow)’方法。

[0050] 设备68以及图1至图5示出的用于制备液体样品的设备10、30、36、44、52还可以在连续流或逆流中操作以代替停流方法。与停流方法不同,在这些方法中,液体样品作为连续流被引导通过设备,蒸发后的分析物经由分离层32进入气体空间16。来自气体空间16的、所制备样品的合适量(例如1 μl)可以借助于过滤后的载气流而被传递(例如以规律的时间间隔或在任何时间)到气相色谱仪上。

[0051] 气相色谱仪76是微型气相色谱仪,其与典型的气相色谱仪不同,就其尺寸而言更小。迄今为止,微型气相色谱仪已经仅被用于气态样品。由于本文所提出的用于制备液体样品的设备的尺寸较小并且与以从1ml-10ml的体积运行的经典的顶空蒸发器相比所需仅10 μl -30 μl 的较小样品量,液体样品可以被制备用于微型气相色谱仪并可以特别快速且经济地进行分析。因此,本文所提出的设备非常适合于贵重的、稀有的样品,比如放射性药物。

[0052] 在替代性实施方案中,所制备的样品还可以被注入经典的气相色谱仪中。

[0053] 可以经由管线82和阀84通过泵80从气相色谱仪76中去除过量的样品材料和载气。可以经由管线88和阀90通过真空泵86将流体空间12中剩余的载液从流体空间12中排出。替代性地,可以通过管线64中的真空或通过泵86将样品返回到容器62。然后,设备68准备制备另一种液体样品。

[0054] 除了在此示出的实施方案以外,用于制备用于气相色谱仪的液体样品的设备的其他实施方案也与本发明一致。在这些实施方案中,分离层可以例如具有除上述渗透特性之外的其他渗透特性。优选地,分离层是选择性地可渗透的。分离层的孔径还可以偏离前述尺寸。优选地,孔径在0.05与5 μm 之间,并且还可以取决于例如用于分离层的材料,除上述实施例中列出的材料以外的材料对于分离层是可接受的。因此,例如,一个、两个或更多个细长的膜可以被用作分离层。另外或替代性地,分离层还可以具有一个、两个、三个、四个或更多个疏水层。例如,所使用的膜中的一些或全部可以由比如聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯、聚酯、聚砜、纤维素衍生物、聚酰胺、聚丙烯酸酯或聚丙烯的材料组成,并且可以是经涂覆或未经

涂覆的。

[0055]	附图标记
[0056]	10 设备
[0057]	12 流体空间
[0058]	14 供应管线
[0059]	16 气体空间
[0060]	18 出口
[0061]	20 分离层
[0062]	22 侧
[0063]	24 孔
[0064]	26 溢流口
[0065]	28 入口
[0066]	30 设备
[0067]	32 分离层
[0068]	34 加热元件
[0069]	35 加热元件
[0070]	36 设备
[0071]	38 分离层
[0072]	40 层
[0073]	42 层
[0074]	44 设备
[0075]	46 分离层
[0076]	48 侧
[0077]	50 选择性涂层
[0078]	52 设备
[0079]	54 气体空间
[0080]	56 加热元件
[0081]	58 分离层
[0082]	60 系统
[0083]	62 容器
[0084]	64 管线
[0085]	68 设备
[0086]	69 箭头(输送方向)
[0087]	70 阀
[0088]	71 箭头(流动方向)
[0089]	72 压缩空气管线
[0090]	74 压力传感器
[0091]	76 气相色谱仪
[0092]	80 泵

[0093]	82	管线
[0094]	84	阀
[0095]	86	真空泵
[0096]	88	管线
[0097]	90	阀
[0098]	92	设备
[0099]	94	分离层
[0100]	96	膜
[0101]	98	层
[0102]	99	膜
[0103]	100	泵送设备
[0104]	102	设备
[0105]	104	气体空间
[0106]	106	加热元件
[0107]	108	分离层
[0108]	A	截面

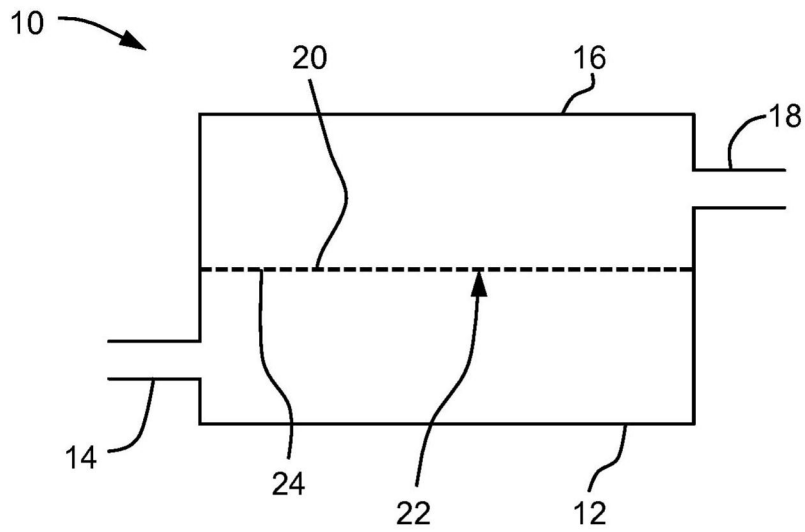


图1

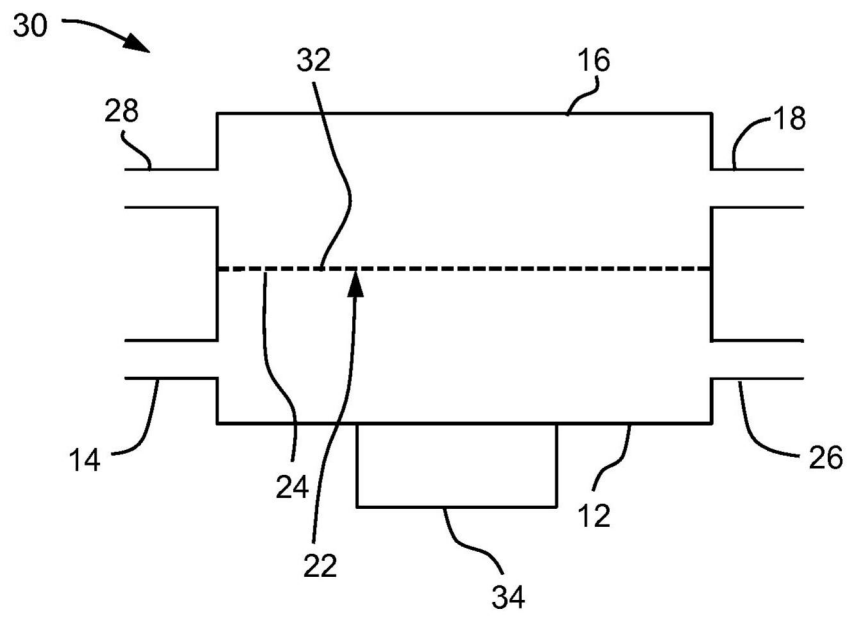


图2

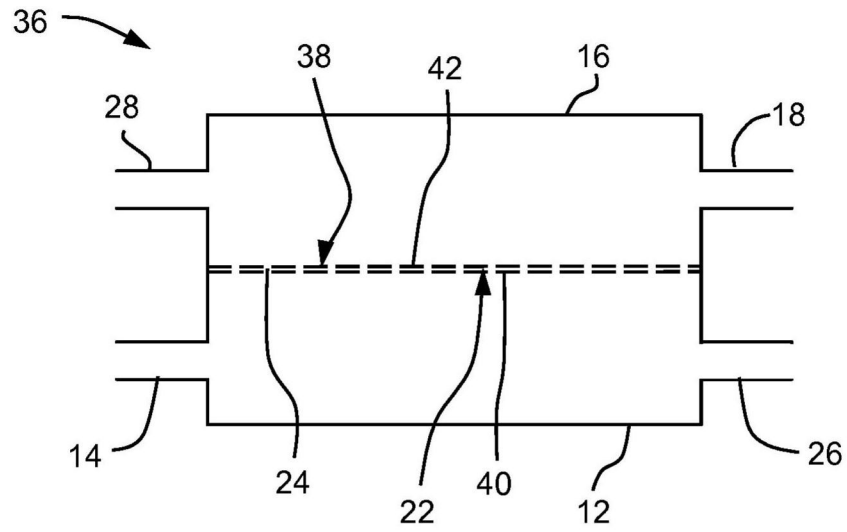


图3

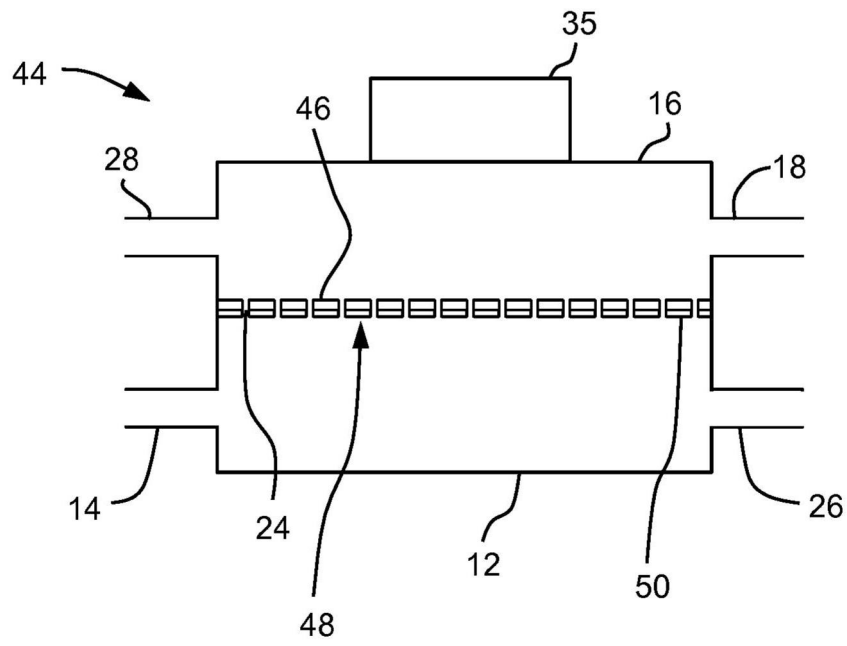


图4

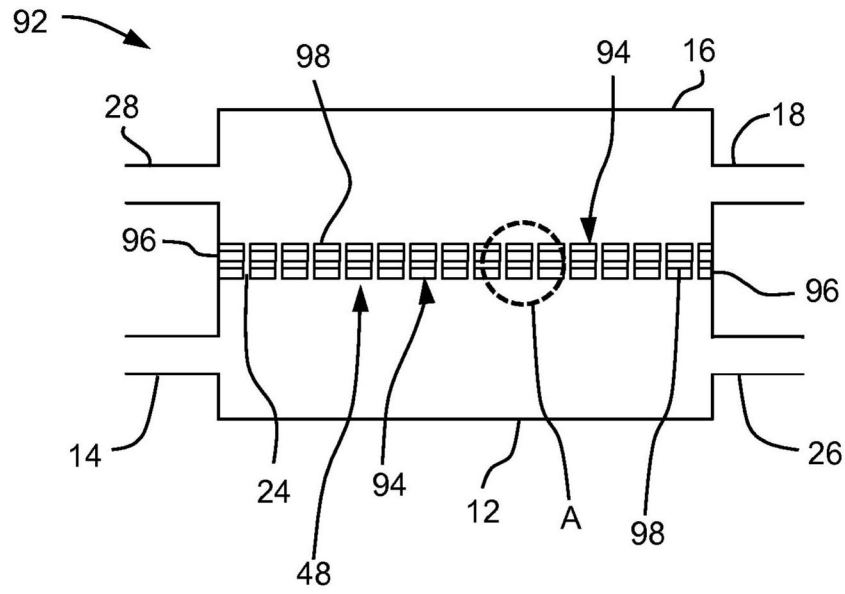


图5

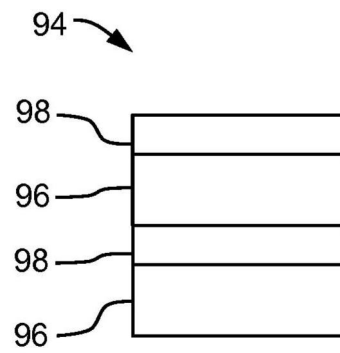


图5a

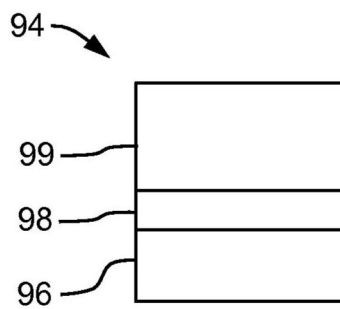


图5b

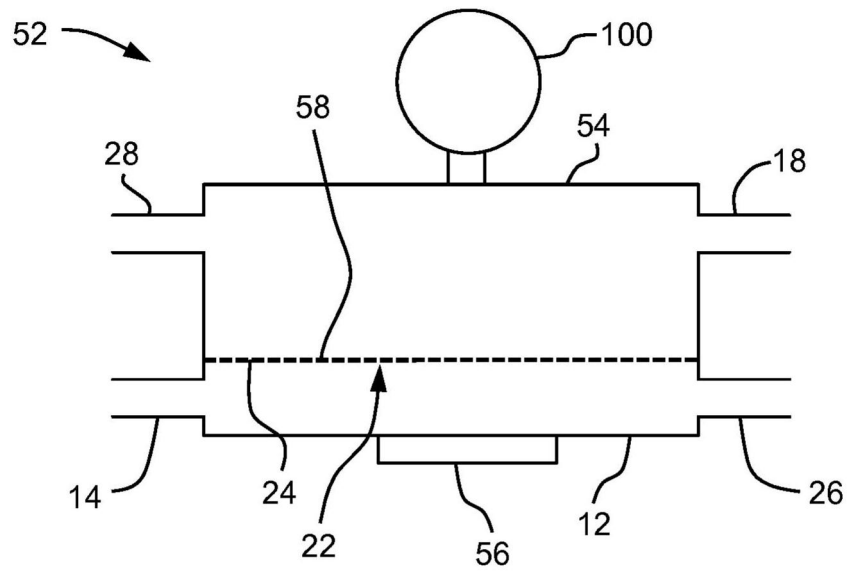


图6

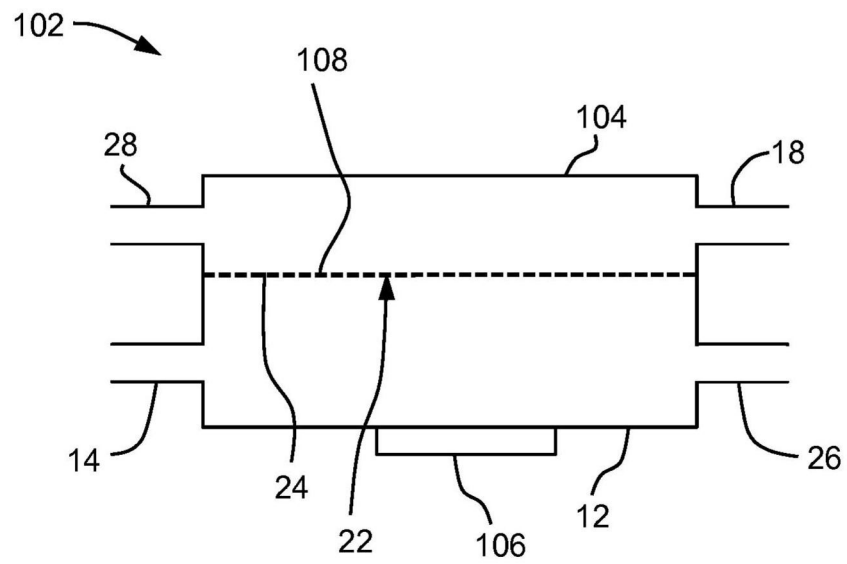


图7

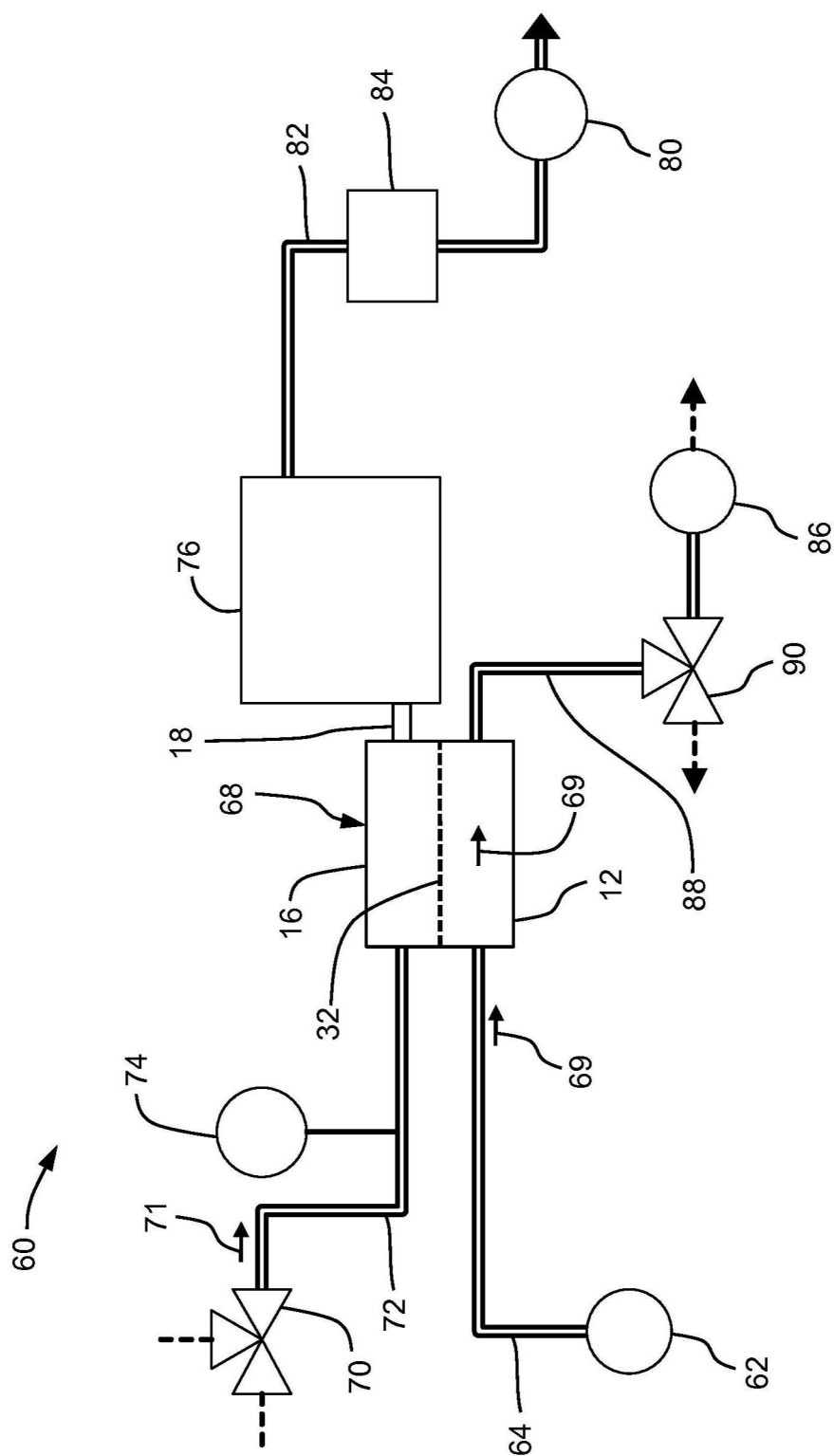


图8