



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105372238 A

(43) 申请公布日 2016. 03. 02

(21) 申请号 201510909717. 2

(22) 申请日 2015. 12. 10

(71) 申请人 中国科学院西北高原生物研究所
地址 810008 青海省西宁市城西区新宁路
23 号

(72) 发明人 林丽 柯浔 张法伟 郭小伟
李以康 李茜 刘淑丽 曹广民

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

代理人 宋焰琴

(51) Int. Cl.

G01N 21/78(2006. 01)

G01N 35/00(2006. 01)

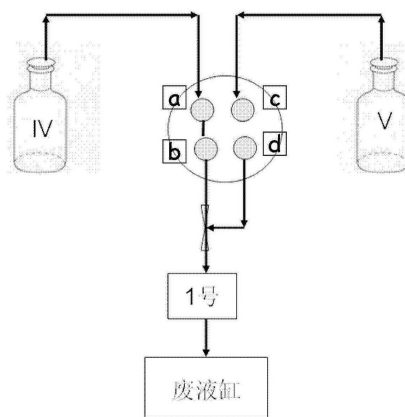
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

全自动间断化学分析仪

(57) 摘要

一种全自动间断化学分析仪,包括:样品架系统,用于放置反应杯,所述反应杯用于对待检测样品进行预处理;清洗系统,用于对盛放经过预处理、等待检测的待检测样品的容器进行清洗;检测系统,用于对所述容器中的待检测样品进行检测;其特征在于,所述清洗系统中包括采用不同清洗液的两套清洗管路,通过阀门控制来选择采用不同清洗液进行清洗操作。本发明的全自动间断化学分析仪对样品试剂瓶、样品架、仪器清洗系统、方法程序库等部件均进行了改进,提升了系统的自动分析能力和测试范围,充分发挥了仪器在实验室的分析测试能力,不仅是对现有仪器的技术创新,还拓展了仪器设备的应用领域。



1. 一种全自动间断化学分析仪,包括:
样品架系统,用于放置反应杯,所述反应杯用于对待检测样品进行预处理;
清洗系统,用于对盛放经过预处理、等待检测的待检测样品的容器进行清洗;
检测系统,用于对所述容器中的待检测样品进行检测;
其特征在于,所述清洗系统中包括采用不同清洗液的两套清洗管路,通过阀门控制来选择采用不同清洗液进行清洗操作。
2. 如权利要求1所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述阀门为四通阀,用于控制所述四通阀四个出口中的两个与另两个分别连通。
3. 如权利要求1所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述样品架系统包括往复震荡功能模块,用于增加反应杯往复运动频率以消除气泡。
4. 如权利要求1所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述反应杯的侧面轮廓为斜边中段含有向外扩大的多边形或弧形凸起的等腰梯形。
5. 如权利要求4所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述反应杯的外壁形状为中段外接有球形、管径逐渐扩大的圆管。
6. 如权利要求1所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述全自动间断化学分析仪内含有适合对土壤溶液或浸提液中氮、磷元素进行含量测定的方法程序。
7. 如权利要求1所述的全自动间断化学分析仪,其特征在于,所述全自动间断化学分析仪还包括采样装置,用于从所述反应杯中自动取出待检测样品并将其转移到所述盛放等待检测的待检测样品的容器中。

全自动间断化学分析仪

技术领域

[0001] 本发明涉及仪器分析技术领域,更具体地涉及一种全自动间断化学分析仪。

背景技术

[0002] 氮和磷是地球上最重要的生命元素,在生态系统地球化学循环研究中具有重要地位,环境分析化学中 75% 以上的研究涉及到氮和磷的测定,氮、磷含量或储量指标已经成环境监测和环境健康评价指标体系中的重要组分。

[0003] 氮和磷元素含量测定中必须考虑的问题包括:(1) 氮、磷元素在自然界分布广泛、赋存形式丰富、含量范围宽,要求氮、磷元素含量测定方法的检测限符合被测定元素的检测要求;(2) 氮、磷元素存在多种形式,且各存在形式之间会随环境的变化而变化(如土壤中硝态氮和氨态氮,会随土壤含水量、土壤微生物活动能力以及样品储存的时间而发生变化),因此要求有氮、磷元素含量的快速检测方法或仪器,以满足不同形式氮、磷元素含量的准确测定;(3) 氮、磷元素是环境化学分析中的常规指标,测定样品量多,需要测定方法能够便于批量测定。

[0004] 随着科技的日新月异,传统的人工测定氮磷含量的方法已经不能满足现代科研和时间的需求,因此现代分析化学几乎动用所有技术手段,以提高氮和磷含量测定的时效性,测定结果的灵敏度和准确性。根据氮、磷的固液气态赋存形式及测定精度需求,代表的仪器有气相色谱、元素分析仪、质谱仪、全自动定氮仪、离子色谱、连续流动分析仪、间断化学分析仪等。其中气相色谱一般用于测定气体形式的氮,如 N_2O 等;元素分析仪一般主要用于测定固体形式和液体形式的全氮,但其检测限往往高于环境中痕量元素的检测限;离子色谱可以测定微量级别的氮和磷含量,但该仪器对进样液体基质的要求比较严格,较为复杂基质的进样液体对分离柱的破坏大,且高浓度背景值的引入容易引起色谱峰拖尾,影响其他浓度低的离子含量的测定;全自动定氮仪仪器检测限较高,不利于低含量的样品测定,且只能测定氮,不能测定磷;质谱仪可以测定痕量元素各种液态基质的样品,但是其成本耗费非常大,较适用于批量及多指标测定,少量指标和少量样品测定成本过高。因此目前对氮、磷元素含量测定中,以连续流动分析仪和间断性化学分析仪较为适用。连续流动分析仪的优点是多指标同时测定、测定自动化强、测定精度高,缺点是所有反应体系处于同一封闭系统内,由于液体流通管道长,系统一旦被污染清洗困难;连续流动分析仪用气泡分割样品和反应液,且所有试剂和样品处于同一闭合管道内,容易造成基线漂移。

[0005] 全自动间断化学分析仪(Auto Discrete Analyzers)是目前离子领域分析技术的新突破。在该技术发展过程中,经历了第 1 代流通技术,逐步发展至现今的第 2 代直读技术。它具有分析效率高、分析精密度大、自动化能力强、试剂消耗少等特点,且能够同时测定氮磷等多种形态含量的化学分析仪,成为同类产品中信价比最高的一款氮磷含量分析仪器。

[0006] 但在实际使用过程中出现了以下几个技术性问题:(1) 当将检测范围扩大到土壤氮磷等元素的测定时,测定氮和测定磷比色皿清洗液不一致,导致一旦测定方法改变必须进行清洗液系统更换,操作繁琐;(2) 碱性土壤速效磷测定时,浸提液为碱性,而显色液为

酸性,在调节反应液 pH 值过程中反应液将产生气泡,反应液体一旦溢出,将影响测试结果;
(3) 仪器没有配置土壤溶液中包括氮磷等元素含量测定的方法程序。以上几点成为制约该仪器由水质分析仪拓展成为环境化学分析仪器的重要瓶颈因素。

发明内容

[0007] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种全自动间断化学分析仪。

[0008] 为了实现上述目的,本发明提供了一种全自动间断化学分析仪,包括:

[0009] 样品架系统,用于放置反应杯,所述反应杯用于对待检测样品进行预处理;

[0010] 清洗系统,用于对盛放经过预处理、等待检测的待检测样品的容器进行清洗;

[0011] 检测系统,用于对所述容器中的待检测样品进行检测;

[0012] 其特征在于,所述清洗系统中包括采用不同清洗液的两套清洗管路,通过阀门控制来选择采用不同清洗液进行清洗操作。

[0013] 其中,所述阀门为四通阀,用于控制所述四通阀四个出口中的两个与另两个分别连通。

[0014] 其中,所述样品架系统包括往复震荡功能模块,用于增加反应杯往复运动频率以消除气泡。

[0015] 其中,所述反应杯的外壁形状为中段外接有球形、管径逐渐扩大的圆管。

[0016] 其中,所述全自动间断化学分析仪内含有适合对土壤溶液或浸提液中氮、磷元素进行含量测定的方法程序。

[0017] 基于上述技术方案可知,本发明的全自动间断分析仪解决了影响该仪器实现自动化过程的几个关键因素,包括:(1) 清洗液在不同测定指标间不兼容,导致影响其多方法同时测定;(2) 反应液到显色液过程中无法完成排泡和及 pH 值调节等;(3) 适合仪器的分析方法程序缺失或不完善等问题进行改进,从改进样品试剂瓶、样品架、仪器清洗系统建立方法程序库的角度对全自动间断分析仪自动分析能力和测试范围进行提升,以充分发挥仪器的分析测试能力。本发明同时改进实验方法与相关仪器,不仅是对现有仪器的技术创新,又可以拓展仪器设备的应用领域。可以大幅度提升土壤、水体等不同赋存形式下的氮磷含量测定质量和使用效率,为深入探讨氮磷的生态系统生物地球化学循环特征及过程、维持农业高效可持续发展、完善生态系统健康评价等相关研究提供技术支撑服务。

附图说明

[0018] 图 1 是本发明全自动间断分析仪的改进方案的技术路线图;

[0019] 图 2 是本发明的比色皿清洗系统的管线设计图;

[0020] 图 3 是本发明的反应杯结构改进的变化示意图。

具体实施方式

[0021] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚明白,以下结合具体实施例,并参照附图,对本发明作进一步的详细说明。

[0022] 全自动间断化学分析仪是将比色分析法自动化的一种分析测试手段,它完全模拟人工比色法,将样品、试剂和显色剂加入比色皿中产生颜色反应,其浓度与颜色成正比关

系,经比色计检测透光强度,得到相应的吸光度,再通过标准曲线自动计算得到相应的浓度。所有步骤通过进样臂和电脑控制,充分实现机械化和智能化。

[0023] 全自动间断化学分析仪具有如下优点:(1)分析时间短,每个样品测定需要时间2min左右;(2)机动灵活,适用于批量样品测定也适用于少量样品测定;(3)每个样品均处于一个独立的反应体系中,样品杯、反应池等易于清洗、方便更换并且可以防止交叉污染、避免基线漂移;(4)可以设计程序依次测定多个检测指标;(5)控制程序开放,可以按照用户要求设计和选择不同的方法程序,完成快速精准测定;(6)使用的样品、试剂和清洗液量少,经济、环保、节约成本;(7)采用仪器分析,避免人为操作误差,测定结果重现性好。

[0024] 但在将全自动间断化学分析仪应用到土壤中氮磷等元素的测定时,其中还存在一些如上文所述的技术问题,本发明即针对所述技术问题而作出,具体地本发明的全自动间断化学分析仪,包括:

[0025] 样品架系统,用于放置反应杯,反应杯用于对待检测样品进行预处理;

[0026] 清洗系统,用于对盛放经过预处理、等待检测的待检测样品的容器进行清洗;

[0027] 检测系统,用于对容器中的待检测样品进行检测;

[0028] 其中,清洗系统中包括采用不同清洗液的两套清洗管路,通过阀门控制来选择采用不同清洗液进行清洗操作。

[0029] 作为优选,阀门为四通阀,用于控制四通阀四个出口中的两个与另两个分别连通。

[0030] 作为优选,样品架系统包括往复震荡功能模块,用于增加反应杯往复运动频率以消除气泡。

[0031] 作为优选,清洗系统由清洗瓶、清洗液流通管道、蠕动泵、四通阀、清洗管等组成,其工作原理为在蠕动泵的作用下,产生负压,将清洗瓶中清洗液由清洗瓶泵到清洗管道,并沿着固定管到流到待检测样品所在的容器内,将容器清洗干净,并将清洗液收集,从另一管到中排到废液缸中;所述四通阀由四个出口和一个联通管道组成,其特征在于当联通管道将a和b出口联通时,清洗液形成通路,c和d出口自动封闭,形成闭路,清洗液只能在通路中流通到指定位置,而在闭路中不流动;当联通管到转c和d两个出口时,c和d两个出口形成通路,a和b两个出口形成闭路,联通管道联通另外一个清洗液瓶,仪器实现不经由人工操作自动完成二元清洗系统自动切换。

[0032] 作为优选,反应杯的侧面轮廓为斜边中段含有向外扩大的多边形或弧形凸起的等腰梯形;进一步优选,反应杯的外壁形状为中段外接有球形、管径逐渐扩大的圆管。

[0033] 作为优选,该全自动间断化学分析仪内含有适合对土壤溶液或浸提液中氮、磷元素进行含量测定的方法程序。

[0034] 作为优选,该全自动间断化学分析仪还包括采样装置,用于从反应杯中自动取出待检测样品并将其转移到盛放等待检测的待检测样品的容器中。

[0035] 以下以Smart chem140型号的全自动间断化学分析仪的改造为例,对本发明的技术方案进行进一步的阐述说明。

[0036] 1、清洗站模块的改造

[0037] 将Smart chem140一元清洗系统转换为二元清洗系统,实现氮磷元素的同步测定,提高仪器检测效率。

[0038] Smart chem140间断式化学分析仪器清洗站具有四个通道,只能运行一套清洗系

统。其结构为二个样针清洗液、一个比色皿清洗液和一个去离子水,分别用于清洗吸样针和比色皿,它们分别对应着清洗工作站上的四根清洗针,如果要是加一个通道,且不需要将清洗工作站加一根清洗针,就需要在清洗通道上添加一个三通管和四通阀,由软件控制三通管和四通阀门的关闭以控制最终吸取的是哪一种比色皿清洗液。本发明的具体解决思路为:(1) 要将三通管和四通阀放在适宜的位置,该位置要最小的改变仪器的硬件;(2) 建立比色皿清洗的切换有软件自动完成,减少过多的人为投入,以降低劳动成本。

[0039] 如图 2 所示,本发明中添加了一套清洗管道,添加四通阀完成管道间切换,控制软件程序中添加备选模块以控制新添加的管道模块和原模块之间的切换。图 2 中, V 为清洗液 (cleaning solution), IV 为十二烷基硫酸钠; I 号为待清洗的比色皿。当四通阀联通部位将 a 和 b 孔接通时, IV 号清洗瓶被联通到系统中, IV 号清洗瓶中液体可以在蠕动泵的作用下进入相应的管道,而起到清洗作用;此时 V 号清洗瓶在系统中处于断路状态,其对应的 V 号清洗瓶中不会有液体进入仪器。当 c 和 d 孔接通时, V 号清洗瓶中被联通到系统中,此时 V 号清洗瓶中的液体可以在蠕动泵的作用下进入系统;而 IV 号清洗瓶中的液体在系统中处于断路状态,不会进入系统。

[0040] 2、样品架系统的改造

[0041] 全自动间断化学分析仪测定的浸提液或者消煮液的酸度范围同测定方法的酸度范围往往不一致,因此常规测定中往往采用调节 pH 值,使得浸提液或者消煮液 pH 值刚好处于显色范围内,再加显色剂,但调节 pH 值过程中可能伴随着,如产生气泡等化学反应,因此,样品经过前处理后,不能直接上机处理,还需要进一步的加药品调节 pH 值,这一过程如果能在仪器上进行线上处理,可以大幅度的降低测试时间,提高工作效率。但目前还没有有一款仪器可以完成上述工作。

[0042] 本发明的解决思路为,通过改进反应杯结构和反应杯架结构,增加反应杯中空间,防止气泡溢出,增加反应杯架往复运动频率消除气泡,从而达到无需人工操作,自动完成反应液添加的工作。

[0043] 由此,本发明的主要改进点在于:(1) 样品架中增加往复震荡功能模块;(2) 改造样品瓶形态,侧面轮廓由原来的梯形变成斜边中央部位含有圆形凸起的梯形,加大了样品瓶反应空间,使样品瓶中反应液在产生气泡等剧烈化学反应条件下不至于溢出而影响测定结果。从而可以提高仪器对特殊化学反应的智能应对能力,提高样品测定的工作效率。

[0044] 3、建立样品测定程序库

[0045] 环境化学分析中,由于测试样品含量范围广、测试样品形态复杂,针对不同的样品特点、处理方法制定适用于仪器分析的实验方法程序库非常必要。方法库主要包括以下几个部分:(1) 低含量高背景条件下样品的测定方法程序;(2) 氮磷测定样品在不同的赋存形态下的测定方法程序。方法库建立流程:通过测定指标前处理过程、实验方法程序编制和试验方法比对实验来完成一种方法的编制。

[0046] 本发明设计和添加了符合国标或行业标准的不同形式氮磷含量测定的控制程序库,满足了仪器对氮磷在不同赋存形式和赋存载体中含量的测定要求,拓展仪器的自动检测能力和范围。

[0047] 下表为项目完成前后仪器设备功能的技术指标对比:

[0048]

项 目	原有仪器/方法	改进后仪器/方法
仪器清洗站系统	氮磷元素含量测定不能编辑在同一程序中连续运行	氮磷元素含量测定可以编辑在同一程序中连续运行
样品架系统模块	反应液酸度调节、排泡功能需要在上机前由人工完成，测定一个样品需要10min左右	添加往复震动系统，排除反应过程中产生的气泡，测定效率提高1倍
分析方法程序库的建立	只有测定水分样品的方法程序	开发可以测定土壤样品的方法程序

[0049] 由此可见，本发明的技术创新点主要在于：

[0050] 1. 在不增加测试模块的基础上增加仪器对不同指标同时进行测定的能力；

[0051] 2. 消除样品加样过程中产生的化学反应对测试结果的影响。

[0052] 以上所述的具体实施例，对本发明的目的、技术方案和有益效果进行了进一步详细说明，应理解的是，以上所述仅为本发明的具体实施例而已，并不用于限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所做的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。

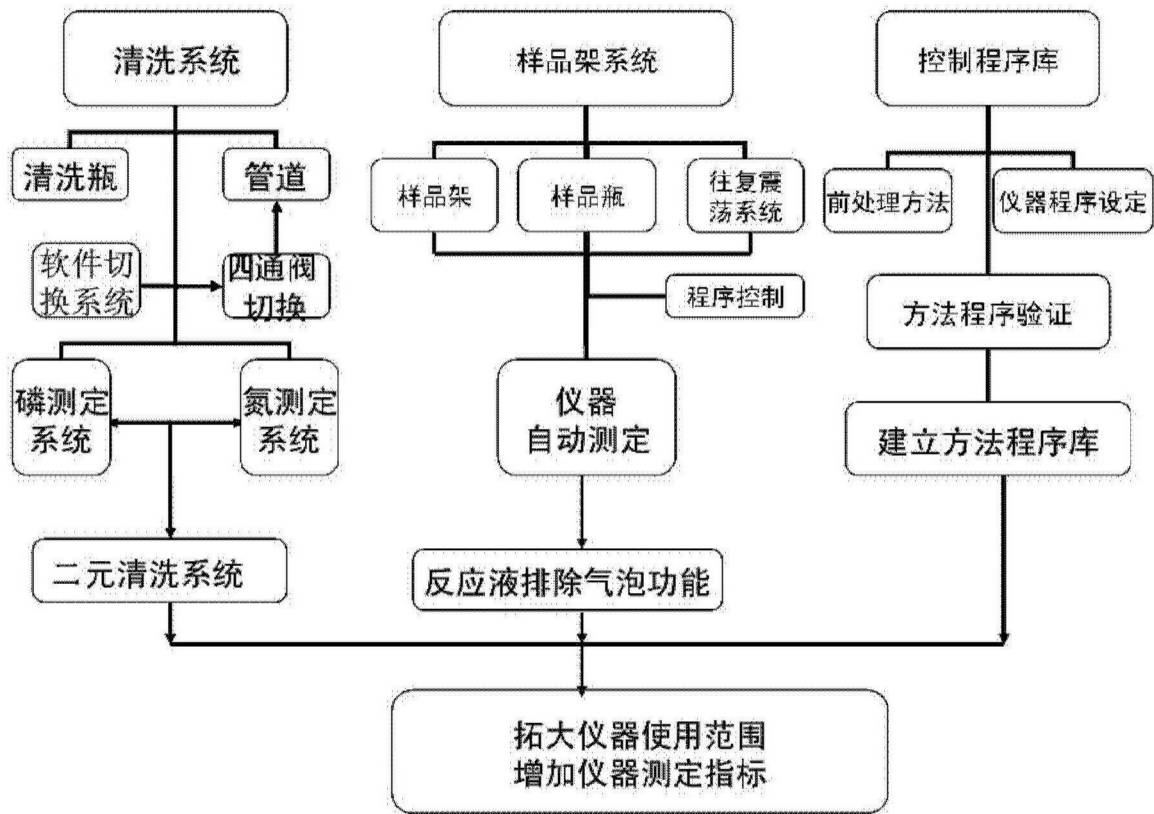


图 1

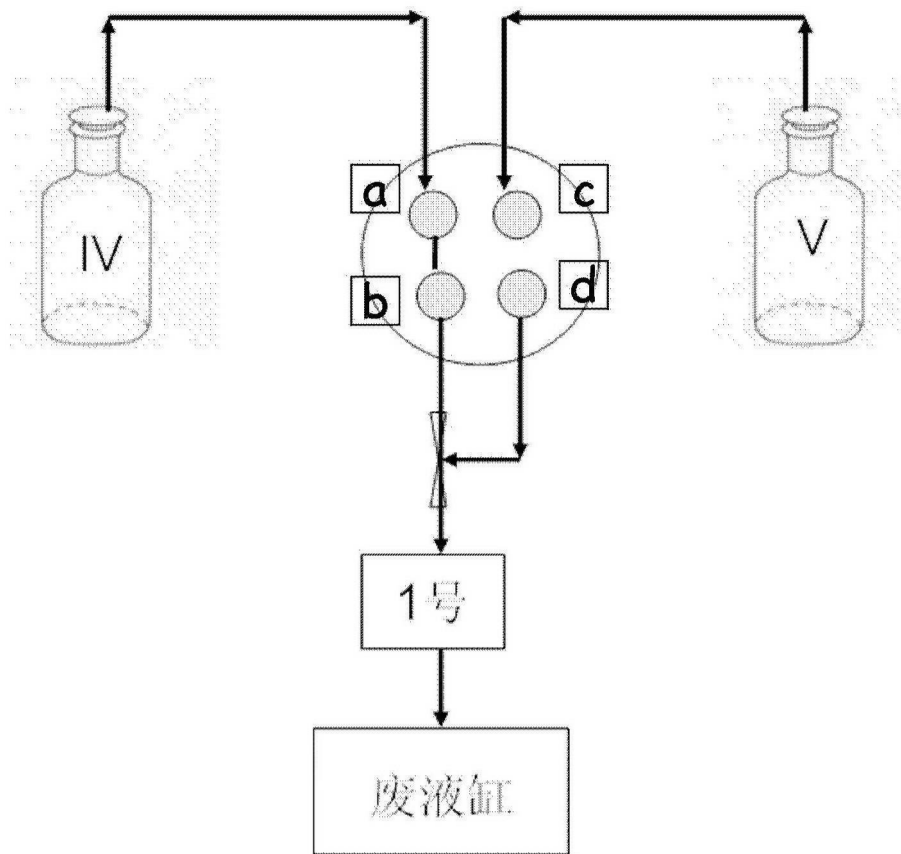


图 2

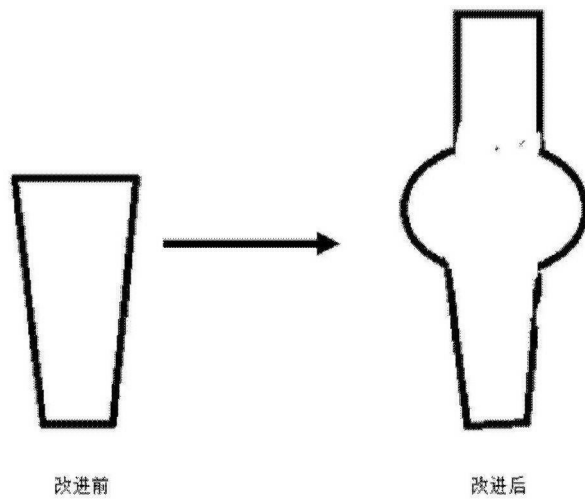


图 3