



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106885791 A

(43)申请公布日 2017.06.23

(21)申请号 201710176396.9

(22)申请日 2017.03.23

(71)申请人 中国科学院合肥物质科学研究院
地址 230031 安徽省合肥市蜀山湖路350号

(72)发明人 赵南京 贾尧 方丽 马明俊
孟德硕 殷高方 肖雪 甘婷婷
杨瑞芳 刘文清 刘建国

(74)专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理
有限公司 34112

代理人 余成俊

(51)Int.Cl.
G01N 21/63(2006.01)

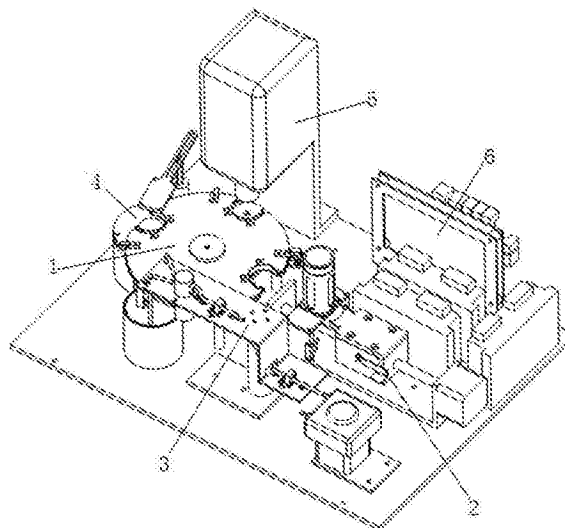
权利要求书2页 说明书5页 附图4页

(54)发明名称

基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动
在线监测装置

(57)摘要

本发明公开了一种基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,包括中心转盘模块、基片自动装卸载模块、样液添加模块、加热模块、检测模块,中心模块上设有基片装卸载泊位、样液添加泊位、加热泊位、检测泊位,基片自动装卸载模块、样液添加模块、加热模块、检测模块对应设置在基片装卸载泊位、样液添加泊位、加热泊位、检测泊位外。本发明大大提高了水体样品自动富集的稳定性和富集效率,在技术上实现了水体样品的在线富集,并有力的推动了LIBS水体样品检测装置的仪器化进程。



1. 基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在於:包括中心转盘模块、基片自动装卸载模块、样液添加模块、加热模块、检测模块,其中:

中心转盘模块包括分别水平设置的下层固定盘和上层旋转盘,其中上层旋转盘共中心轴转动安装在下层固定盘上,下层固定盘下方设有驱动上层旋转盘转动的步进电机,下层固定盘的边缘按顺时针或逆时针方向依次设有第一凹口、通孔、第二凹口、第三凹口,第一凹口所在位置为基片装卸载泊位,通孔所在位置为样液添加泊位,第二凹口所在位置为加热泊位,第三凹口所在位置为检测泊位,上层旋转盘的边缘设有四个凹口,且上层旋转盘可转动至自身凹口位置与基片装卸载泊位、样液添加泊位、加热泊位、检测泊位一一对应重合,上层旋转盘每个凹口中分别设有具有弹性的基片夹,相邻凹口之间的上层旋转盘上还分别设有挡光片,下层固定盘一侧通过支板安装有光耦,且光耦与各个挡光片光学配合;

基片自动装卸载模块设置在基片装卸载泊位外,基片自动装卸载模块包括丝杠架,丝杠架前端指向基片装卸载泊位,丝杠架中安装有丝杠滑块,丝杠滑块中丝杠的中心轴线与基片装卸载泊位处第一凹口所在的径向平行,丝杠架后端安装有驱动丝杠滑块中丝杠转动的步进电机,丝杠滑块中滑块顶部安装有接送板,接送板前端向前超过丝杠滑块中滑块前端,接收板顶部后侧安装有推送滑块形成台阶结构,丝杠架前部左、右侧分别立向设置有堆栈支架,两个堆栈支架之间连接有悬于丝杠滑块中丝杠上方的桥式板,桥式板底面高度大于或等于推送滑块顶面高度,桥式板中设有通孔,桥式板上对应通孔所在位置竖直设有管形中空的基片堆栈,基片堆栈下端与桥式板中通孔连通,所述基片堆栈内部用于堆叠石墨基板,桥式板通孔直径、基片堆栈内径均等于或大于石墨基片,左侧的堆栈支架上设有光耦,所述丝杠滑块中滑块左侧设有挡光片,且该挡光片与堆栈支架上光耦光学配合;

样液添加模块设置在样液添加泊位外,样液添加模块包括软管架、盛放有样液的样液容器、蠕动泵、二位三通夹管阀,二位三通夹管阀安装在软管架上,二位三通夹管阀的其中一个液口通过软管与样液容器内连通,二位三通夹管阀第二个液口通过布置在软管架上的软管与蠕动泵的液口连接,二位三通夹管阀的第三个液口通过软管连接有滴头,且滴头悬于样液添加泊位上方,连接在二位三通夹管阀与蠕动泵之间的软管处设有多个光耦,且多个光耦沿软管走向分布;

加热模块设置在加热泊位外,加热模块包括基于LC振荡电路构建的交变电流产生电路、加热金属托、红外温度探测器,其中加热金属托置于LC振荡电路中电感线圈上,且加热金属托位于加热泊位下方,红外温度探测器悬于加热泊位上方;

检测模块设置在检测泊位外,检测模块设置包括激光器和光谱仪,激光器的出光端以及光谱仪的探测头分别悬于检测泊位上方。

2. 根据权利要求1所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在於:还包括单片机构建的主控电路,各个步进电机、交变电流产生电路、蠕动泵的控制电路、激光器分别接入主控电路中单片机由单片机控制,各个光耦、红外温度探测器分别接入单片机以向单片机发送信号。

3. 根据权利要求1所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在於:中心转盘模块中,下层固定盘和上层旋转盘分别由环氧树脂材料制成。

4. 根据权利要求1所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在於:检测模块还包括水平的由旋转电机驱动的检测位转盘,检测位转盘设于检测泊

位下方,所述旋转电机接入主控电路中单片机由单片机控制。

5.根据权利要求4所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:所述检测位转盘由橡胶材料制成。

6.根据权利要求1所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:检测模块还包括散热器,所述散热器置于加热泊位与检测泊位之间的下层固定盘下方并紧贴下层固定盘。

基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置

技术领域

[0001] 本发明涉及水体重金属检测装置领域,具体是一种基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置。

背景技术

[0002] 激光击穿光谱(LIBS)技术是一种光谱分析技术,其原理是:激光器发射一束激光烧蚀样品,使样品迅速升温并被加热至等离子体状态,通过收集等离子体所发射出的光并分析得到其光谱,就可以获得样品所含元素成分的信息。该技术的显著优势在于,无需对样品进行复杂的预处理,且检测速度快,可被应用于固体、液体和气体样品,非常符合现场在线监测的要求。

[0003] 目前LIBS技术在应用于水体样品时的常规预处理方法是,将水体样品取样,然后将液体样品通过物理方法转化为固态,再对固态样品进行检测。其具体操作流程为:1.将样品采集到实验室。2.将样品滴加到富集基质上。3.将载有样液的基质送到烘箱中烘干使待测物质附着到基片表面。

[0004] 然而,现有方法在实际应用中存在的一个重要缺陷是,操作的繁琐复杂、费时费力,2mL样液100℃下至少需要30分钟烘干,且样品置于烘箱中,不利于观察,不便野外检测。限制了该技术在线监测方面的应用。同时,烘箱烘干的加热方式也限制了样品预处理和检测装置的集成与仪器化。

[0005] 发明内容 本发明的目的是提供一种基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,以实现利用激光击穿光谱技术现场在线检测水体重金属。

[0006] 为了达到上述目的,本发明所采用的技术方案为:

基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:包括中心转盘模块、基片自动装卸载模块、样液添加模块、加热模块、检测模块,其中:

中心转盘模块包括分别水平设置的下层固定盘和上层旋转盘,其中上层旋转盘共中心轴转动安装在下层固定盘上,下层固定盘下方设有驱动上层旋转盘转动的步进电机,下层固定盘的边缘按顺时针或逆时针方向依次设有第一凹口、通孔、第二凹口、第三凹口,第一凹口所在位置为基片装卸载泊位,通孔所在位置为样液添加泊位,第二凹口所在位置为加热泊位,第三凹口所在位置为检测泊位,上层旋转盘的边缘设有四个凹口,且上层旋转盘可转动至自身凹口位置与基片装卸载泊位、样液添加泊位、加热泊位、检测泊位一一对应重合,上层旋转盘每个凹口中分别设有具有弹性的基片夹,相邻凹口之间的上层旋转盘上还分别设有挡光片,下层固定盘一侧通过支板安装有光耦,且光耦与各个挡光片光学配合;

基片自动装卸载模块设置在基片装卸载泊位外,基片自动装卸载模块包括丝杠架,丝杠架前端指向基片装卸载泊位,丝杠架中安装有丝杠滑块,丝杠滑块中丝杠的中心轴线与基片装卸载泊位处第一凹口所在的径向平行,丝杠架后端安装有驱动丝杠滑块中丝杠转动的步进电机,丝杠滑块中滑块顶部安装有接送板,接送板前端向前超过丝杠滑块中滑块前端,接收板顶部后侧安装有推送滑块形成台阶结构,丝杠架前部左、右侧分别立向设置有堆

栈支架,两个堆栈支架之间连接有悬于丝杠滑块中丝杠上方的桥式板,桥式板底面高度大于或等于推送滑块顶面高度,桥式板中设有通孔,桥式板上对应通孔所在位置竖直设有管形中空的基片堆栈,基片堆栈下端与桥式板中通孔连通,所述基片堆栈内部用于堆叠石墨基板,桥式板通孔直径、基片堆栈内径均等于或大于石墨基片,左侧的堆栈支架上设有光耦,所述丝杠滑块中滑块左侧设有挡光片,且该挡光片与堆栈支架上光耦光学配合;

样液添加模块设置在样液添加泊位外,样液添加模块包括软管架、盛放有样液的样液容器、蠕动泵、二位三通夹管阀,二位三通夹管阀安装在软管架上,二位三通夹管阀的其中一个液口通过软管与样液容器内连通,二位三通夹管阀第二个液口通过布置在软管架上的软管与蠕动泵的液口连接,二位三通夹管阀的第三个液口通过软管连接有滴头,且滴头悬于样液添加泊位上方,连接在二位三通夹管阀与蠕动泵之间的软管处设有多个光耦,且多个光耦沿软管走向分布;

加热模块设置在加热泊位外,加热模块包括基于LC振荡电路构建的交变电流产生电路、加热金属托、红外温度探测器,其中加热金属托置于LC振荡电路中电感线圈上,且加热金属托位于加热泊位下方,红外温度探测器悬于加热泊位上方;

检测模块设置在检测泊位外,检测模块设置包括激光器和光谱仪,激光器的出光端以及光谱仪的探测头分别悬于检测泊位上方。

[0007] 所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:还包括单片机构建的主控电路,各个步进电机、交变电流产生电路、蠕动泵的控制电路、激光器分别接入主控电路中单片机由单片机控制,各个光耦、红外温度探测器分别接入单片机以向单片机发送信号。

[0008] 所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:中心转盘模块中,下层固定盘和上层旋转盘分别由环氧树脂材料制成。

[0009] 所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:检测模块还包括水平的由旋转电机驱动的检测位转盘,检测位转盘设于检测泊位下方,所述旋转电机接入主控电路中单片机由单片机控制。

[0010] 所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:所述检测位转盘由橡胶材料制成。

[0011] 所述的基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,其特征在于:检测模块还包括散热器,所述散热器置于加热泊位与检测泊位之间的下层固定盘下方并紧贴下层固定盘。

[0012] 本发明中,中心转盘模块通过双层转盘结构设计,可实现各个泊位的流水线作业,进而实现快速测量。中心模块中上层旋转盘凹口中的基片夹用于夹持石墨基片,整个模块不使用弹簧,模块的可靠性和稳定性得到了较大提升。中心转盘模块选用环氧树脂材料,能够耐受较高温。挡光片和光耦用于滑块定位。挡光片挡住光耦时光耦可向单片机发送信号达到定位效果。

[0013] 本发明中,基片自动装卸载模块通过丝杠滑块带动接送板、推送滑块,将基片堆栈内依次落下的多个石墨基片依次推送至基片装卸载泊位,配合中心转盘模块,可实现连续不间断测量。石墨基片的存放和取用仅依靠重力而非弹簧压片,以减少石墨基片之间的摩擦力,使其更容易被取出。推送滑块和接送板整体构成二级台阶形的设计。装载石墨基片

时,推送滑块和接送板后退使空白石墨基片从堆栈落到接送板上,然后随丝杠滑块中滑块前进,由构成上级台阶的推送滑块前端将石墨基片推送至基片装卸载泊位处的基片夹中,完成石墨基片的装载;在其他模块进行操作时,推送滑块的顶端托住基片堆栈中的石墨基片,石墨基片不会掉落;需要卸载石墨基片时,推送滑块后退,使构成下级台阶的接送板从基片装卸载泊位抽出,石墨基片自动从泊位掉落;与此同时,基片堆栈内的空白石墨基片掉落到下接送板上,使得在卸载石墨基片的同时完成了下一个空白石墨基片的预装载。推送滑块和接送板的移动方式为由电机驱动的丝杠滑块带动,为石墨基片的装卸载提供了充足的动力,使整个系统更加稳定可靠。

[0014] 本发明中,样液添加模块的功能是向装载完成并移动到样液添加泊位的石墨基片添加样液。样液添加模块通过使用蠕动泵来实现样液的添加。样液添加时,首先从样液容器中将样液吸取到管中,然后控制夹管阀,再通过蠕动泵将样液推送到滴头,滴加到石墨基片上。本发明不采用注射泵而采用蠕动泵,是因为使用注射泵进行添加时,样液显然不能进入活塞筒内,否则样液将会污染注射泵,这样在活塞和样液之间就有大量空气存在。而在进行样液的抽取和推送的过程中,内部空气气压的轻微改变就将导致实际推送量的较大变化;而且,空气的体积受温度影响很大。因此,注射泵的样液添加精度较低。而蠕动泵在抽取和推送时内部空气体积可以很小甚至没有,因此精度远远高于注射泵的方案。蠕动泵体积远远小于注射泵,并且价格也远较注射泵便宜。

[0015] 本发明样液添加模块中的光耦起到液面定位的作用。利用软管内有无样液时折射率的变化,使光耦的输出电平产生变化,这样可以在液面被抽取到光耦位置时,向单片机发送一个信号。样液添加时,先将样液预抽取到光耦位置,然后抽取一定量的样液,再将样液液面推送到光耦位置处,这样就可以实现样液的精确定量添加。在进行样液定量时,既可以利用蠕动泵的旋转步数来确定添加量,也可以利用两个光耦之间软管的容积来确定添加量。

[0016] 本发明中,加热模块是将已添加样液的石墨基片进行加热,样液蒸干使得样液中的待测物质附着在石墨基片表面,这是对样液进行预处理的最后一个步骤。本发明加热基于电磁感应进行。其原理是通过LC振荡电路驱动电感线圈内产生振荡电流,交变的电流使周围产生变化的电场,变化的电场又再激发一个加热金属托内产生电磁涡流,涡流使加热金属托发热,加热金属托再通过热传导的方式对石墨基片进行加热,进而达到对石墨基片上的液体样品进行蒸干富集的目的。这种方式加热集中,对周围环境释放的热量少,不需要特别的隔热措施,且热效率高,加热速度快。

[0017] 本发明加热模块中,添加了一个红外温度探测器。当石墨基片中的样液被蒸干后,石墨基片温度会急剧上升;当检测到石墨基片温度高于预设值后,即可通过单片机关闭加热。

[0018] 本发明中,检测模块使用实验室已有的激光器(quantel的100mJ)和光谱仪(爱万提斯的desktop-usb2.0)。石墨基片旋转检测到检测泊位之后,激光器输出脉冲对经过富集在石墨基片表面的样品进行烧蚀,其发射光被光谱仪的接收端接收,实现检测过程。在检测泊位下方添加了一个检测位转盘,其目的是在检测过程中旋转石墨基片,使激光在石墨基片表面的一个同心圆上烧蚀多个点,在同一个样品上获取更多样本,提高检测的稳定性。检测位转盘使用橡胶材质,使其在旋转过程中不易打滑。

[0019] 本发明检测模块中,在加热泊位和检测泊位之间添加一个散热器。加热结束之后,将石墨基片旋转至散热器处停留一小段时间,使其降温后再旋转至检测模块进行检测。加热之后的高温石墨基片如果直接旋转至检测模块,将可能损坏橡胶构成的检测位转盘。同时降温过程也使不同实验之间的温度差别减少,减少温度变量对实验结果的影响。

[0020] 本发明进行了多种创新性的设计,大大提高了水体样品自动富集的稳定性和富集效率,在技术上实现了水体样品的在线富集,并有力的推动了LIBS水体样品检测装置的仪器化进程。

附图说明

- [0021] 图1为本发明整体结构示意图。
[0022] 图2为本发明中心转盘模块结构示意图。
[0023] 图3为本发明基片自动装卸载模块结构示意图。
[0024] 图4为本发明样液添加模块结构示意图。
[0025] 图5为本发明加热模块结构示意图。
[0026] 图6为本发明检测模块结构示意图。

具体实施方式

[0027] 如图1所示,基于激光击穿光谱技术的水体重金属自动在线监测装置,包括中心转盘模块1、基片自动装卸载模块2、样液添加模块3、加热模块4、检测模块5,其中:

如图2所示,中心转盘模块1包括分别水平设置的下层固定盘1.1和上层转盘1.2,其中上层转盘1.2共中心轴转动安装在下层固定盘1.1上,下层固定盘1.1下方设有驱动上层转盘转动1.2的步进电机1.3,下层固定盘1.1的边缘按顺时针或逆时针方向依次设有第一凹口、通孔、第二凹口、第三凹口,第一凹口所在位置为基片装卸载泊位1.4,通孔所在位置为样液添加泊位1.5,第二凹口所在位置为加热泊位1.6,第三凹口所在位置为检测泊位1.7,上层转盘1.2的边缘设有四个凹口1.8,且上层转盘1.2可转动至自身凹口1.8位置与基片装卸载泊位1.4、样液添加泊位1.5、加热泊位1.6、检测泊位1.7一一对应重合,上层转盘1.2每个凹口1.8中分别设有具有弹性的基片夹1.9,相邻凹口之间的上层转盘1.2上还分别设有挡光片1.10,下层固定盘1.1一侧通过支板安装有光耦1.11,且光耦1.11与各个挡光片1.10光学配合;

如图3所示,基片自动装卸载模块2设置在基片装卸载泊位1.4外,基片自动装卸载模块2包括丝杠架2.1,丝杠架2.1前端指向基片装卸载泊位1.4,丝杠架2.1中安装有丝杠滑块2.2,丝杠滑块2.2中丝杠的中心轴线与基片装卸载泊位1.4处第一凹口所在的径向平行,丝杠架2.1后端安装有驱动丝杠滑块2.2中丝杠转动的步进电机2.3,丝杠滑块2.2中滑块顶部安装有接送板2.4,接送板2.4前端向前超过丝杠滑块2.2中滑块前端,接送板2.4顶部后侧安装有推送滑块2.5形成台阶结构,丝杠架2.1前部左、右侧分别立向设置有堆栈支架2.6,两个堆栈支架之间连接有悬于丝杠滑块2.2中丝杠上方的桥式板,桥式板底面高度大于或等于推送滑块2.5顶面高度,桥式板中设有通孔,桥式板上对应通孔所在位置竖直设有管形中空的基片堆栈2.7,基片堆栈2.7下端与桥式板中通孔连通,基片堆栈2.7内部用于堆叠石墨基板2.8,桥式板通孔直径、基片堆栈2.7内径均等于或大于石墨基板2.8,基片堆栈2.7内

设有外径略小于石墨基片的压片柱,压片柱用于保证石墨基片在堆栈内依次堆叠,不会翘起或翻滚。左侧的堆栈支架上设有光耦2.10,丝杠滑块2.2中滑块左侧设有挡光片2.9,且该挡光片2.9与堆栈支架上光耦2.10光学配合;

如图4所示,样液添加模块3设置在样液添加泊位1.5外,样液添加模块3包括软管架3.1、盛放有样液的样液容器3.2、蠕动泵3.3、二位三通夹管阀3.4,二位三通夹管阀3.4安装在软管架3.1上,二位三通夹管阀3.4的其中一个液口通过软管与样液容器3.2内连通,二位三通夹管阀3.4第二个液口通过布置在软管架3.1上的软管3.5与蠕动泵3.3的液口连接,二位三通夹管阀3.4的第三个液口通过软管连接有滴头3.7,且滴头3.7悬于样液添加泊位1.5上方,连接在二位三通夹管阀3.4与蠕动泵3.3之间的软管3.5处设有多个光耦3.6,且多个光耦3.6沿软管3.5走向分布;

如图5所示,加热模块4设置在加热泊位1.6外,加热模块4包括基于LC振荡电路构建的交变电流产生电路、加热金属托4.1、红外温度探测器4.2,其中加热金属托4.1置于LC振荡电路中电感线圈上,且加热金属托4.1位于加热泊位1.6下方,红外温度探测器4.2悬于加热泊位1.6上方;

如图6所示,检测模块5设置在检测泊位1.7外,检测模块5设置包括激光器和光谱仪,激光器的出光端以及光谱仪的探测头集成为一体式结构5.1,一体式结构5.1悬于检测泊位1.7上方。

[0028] 还包括单片机构建的主控电路6,各个步进电机、交变电流产生电路、蠕动泵的控制电路、激光器分别接入主控电路中单片机由单片机控制,各个光耦、红外温度探测器分别接入单片机以向单片机发送信号。

[0029] 中心转盘模块1中,下层固定盘1.1和上层旋转盘1.2分别由环氧树脂材料制成。

[0030] 检测模块5还包括水平的由旋转电机5.2驱动的检测位转盘5.3,检测位转盘5.2设于检测泊位1.7下方,旋转电机5.2接入主控电路中单片机由单片机控制。

[0031] 检测位转盘5.3由橡胶材料制成。

[0032] 检测模块5还包括散热器5.4,散热器5.4置于加热泊位1.6与检测泊位1.7之间的下层固定盘1.1下方并紧贴下层固定盘1.1。

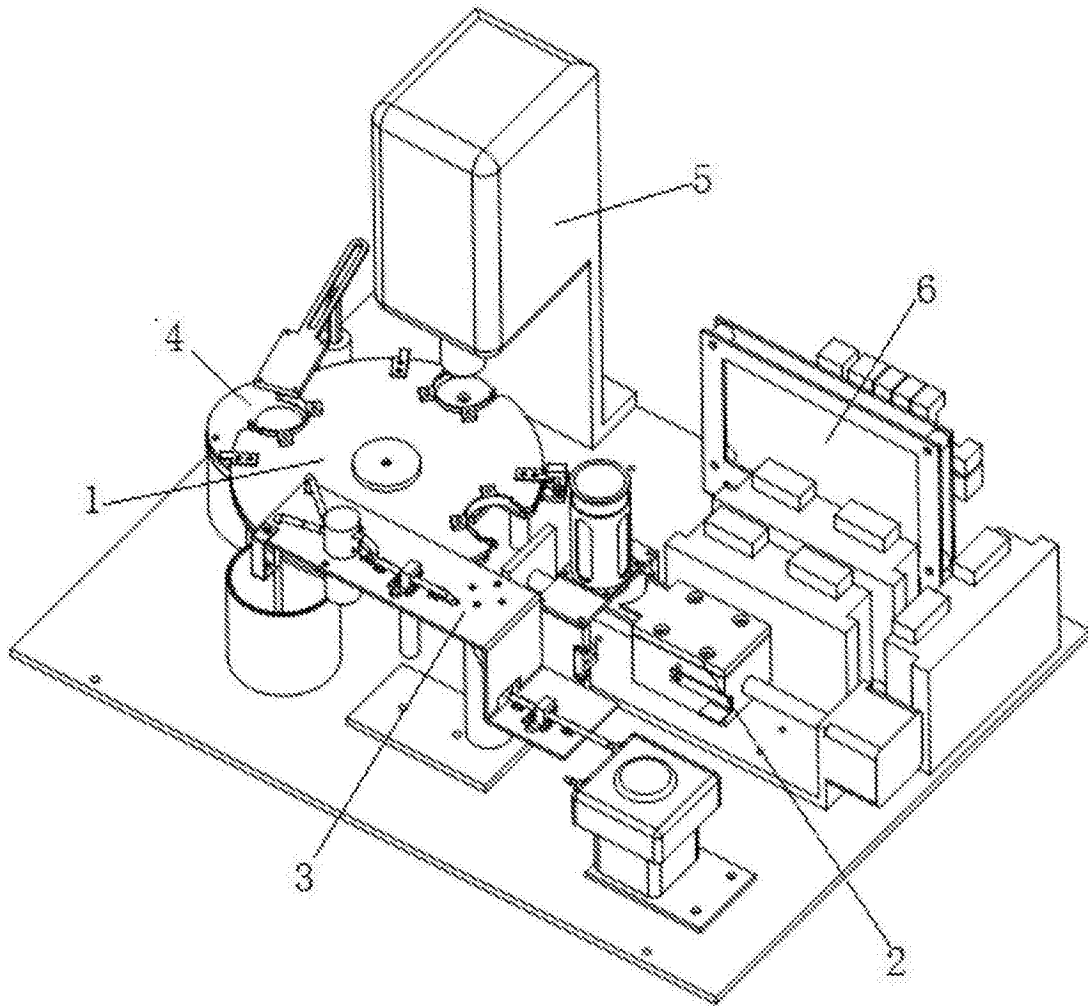


图1

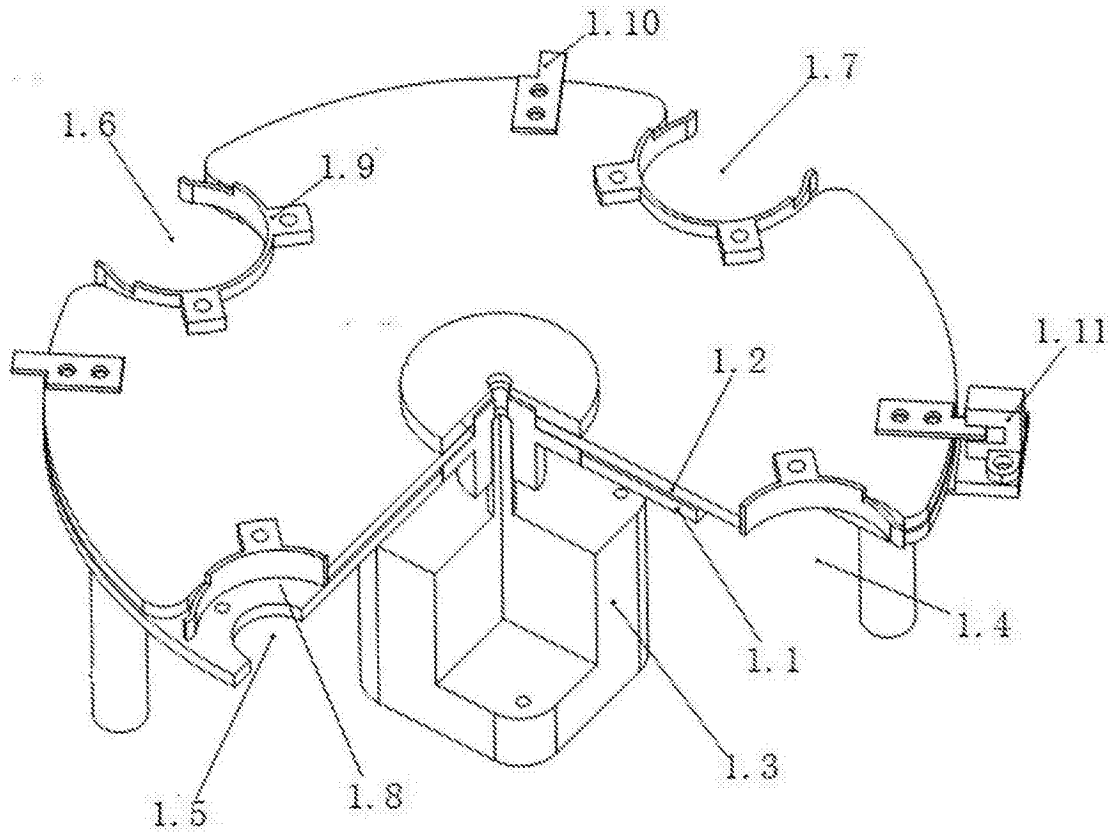


图2

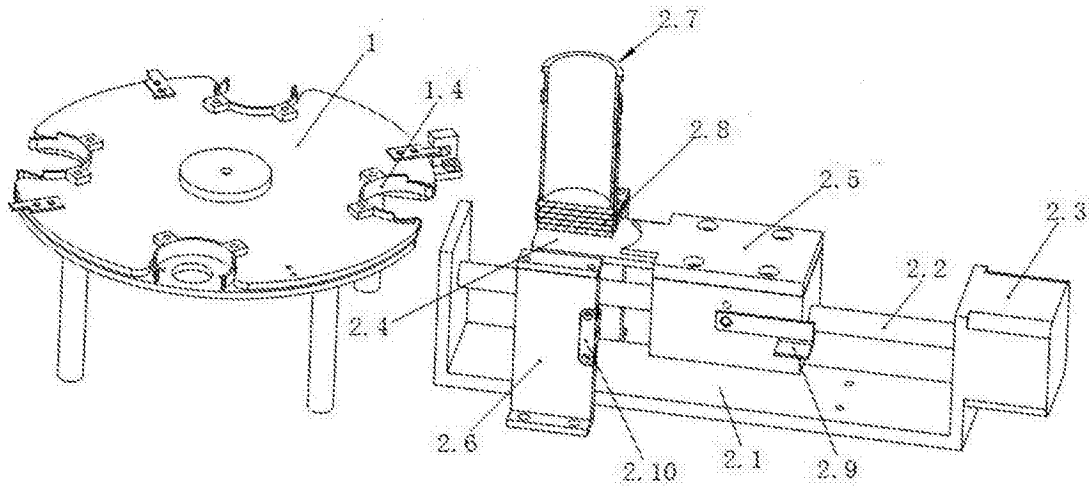


图3

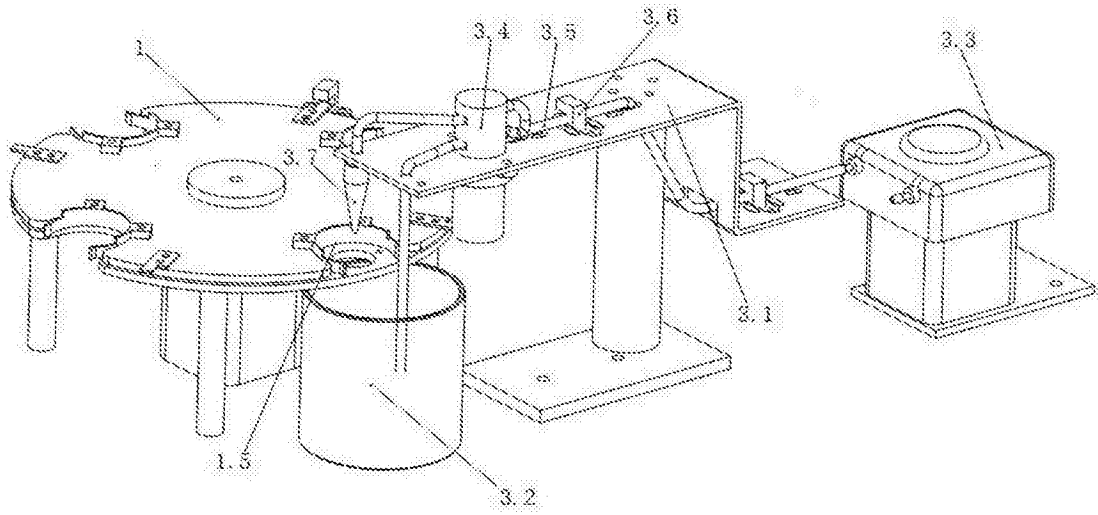


图4

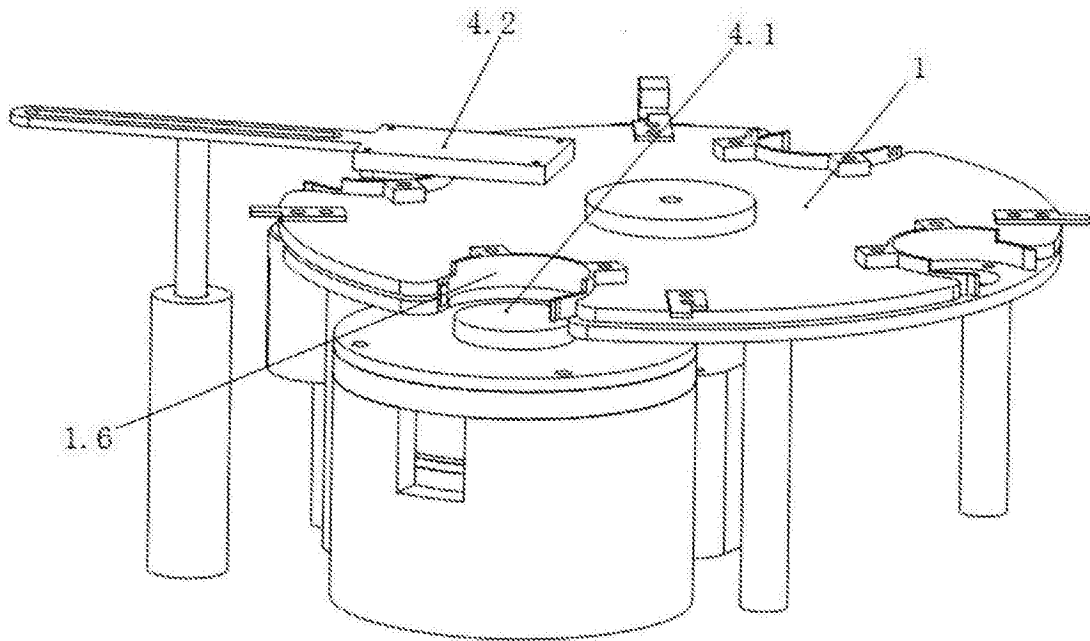


图5

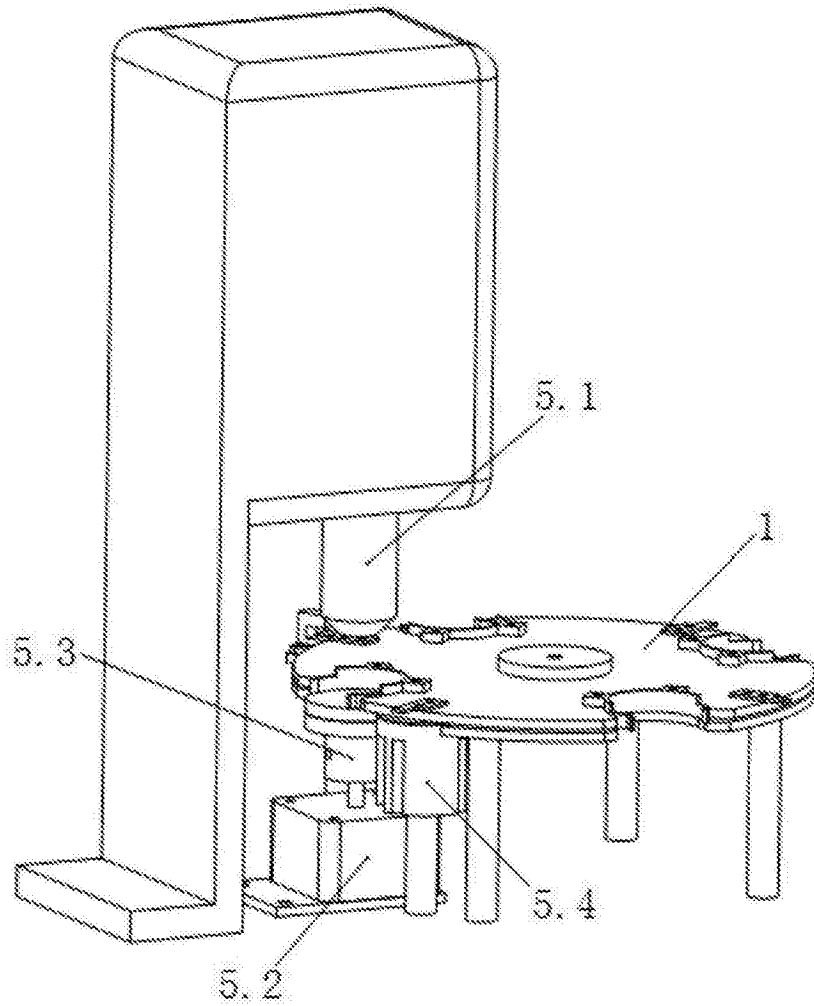


图6