



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103776860 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 07

(21) 申请号 201210411553. 7

(22) 申请日 2012. 10. 25

(71) 申请人 中国科学院生态环境研究中心
地址 100085 北京市海淀区双清路 18 号

(72) 发明人 单保庆 张文强 张洪 唐文忠

(51) Int. Cl.

G01N 24/08(2006. 01)

G01N 1/40(2006. 01)

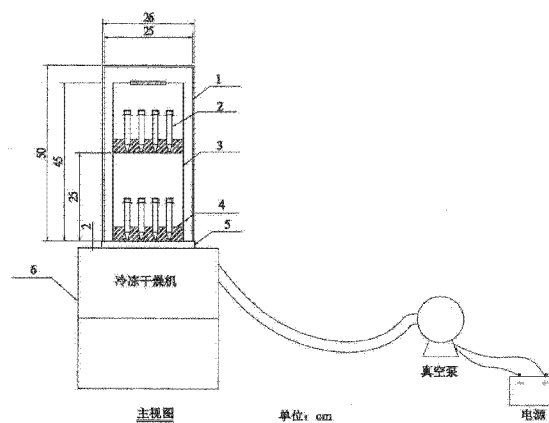
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54) 发明名称

一种沉积物有机磷分析提取液浓缩装置

(57) 摘要

本发明公开了一种沉积物有机磷分析时提取液浓缩装置。本装置由样品冷干管、冷干管固定装置和普通冷冻离心机组成,构造简单,便于操作。本发明由于使用了样品冷干管,并在冷干管管口覆膜,冷干管管盖开有冷干孔,保证了预冷冻样品在冷冻干燥过程中水分散失而溶质不损失;本发明中涉及的冷干管体积小(以 50ml 为宜),固定装置每次可以处理多个样品,更适用于大量样品集中分析。本发明构造简单,易于操作,可以进行批量样品的分析,解决了河湖沉积物有机磷分析时提取液浓缩的问题。



1. 一种发明用于河湖沉积物有机磷分析时提取液的冷冻干燥装置,其特征在于:样品冷干管管口覆膜,管盖开有冷干孔,可以保证整个冷冻干燥过程冷冻提取液中水分散失而溶质不损失。

2. 本发明结构简单,易于操作。主要由冷冻干燥机、样品冷干管和冷干管固定装置组成。

3. 根据权利 1 要求所述冷干管管口覆膜应及时更换,冷干不同样品应使用不同的覆膜,防止不同样品间的交叉污染。

4. 根据权利 1 要求所述提取液在进行冷冻干燥前为了保证冷干效率应保证充分冷冻。

5. 根据权利 2 要求冷干管固定装置易于组装,其直径和高度应小于冷冻干燥机冷干腔体的直径和高度。

一种沉积物有机磷分析提取液浓缩装置

技术领域：

[0001] 本发明涉及一种沉积物有机磷分析时的提取液预处理装置，可以用于沉积物有机磷分析时 NaOH-EDTA 提取液的冷冻干燥处理。

背景技术：

[0002] 有机磷 (Organic Phosphorus) 是沉积物磷的重要组成部分，占到湖泊沉积物总磷的 10-70%。随着认识的深入，人们发现有机磷对水生生态系统的磷循环具有重要作用，某些有机磷组分可以转化为活性磷被水生生物利用。但是由于有机磷自身结构的复杂性、分析方法和手段的限制，导致人们对于湖泊沉积物有机磷的研究和认识仍然不够深入。核磁共振是现代科学中使用面较广的分析工具，它可以分析土壤样品、植物样品和组织样品等多种环境样品，为人们深入认识环境过程提供了重要支持。自 Newman 第一次将核磁共振技术用于分析环境样品中的有机磷开始，³¹P-NMR 技术成为分析环境样品中有机磷的重要手段。核磁共振技术已应用于海洋湖泊沉积物和土壤中有机磷的分析。通过核磁共振分析，磷酸单酯、磷脂、DNA、磷酸酯、焦磷酸、多聚磷酸等被成功检测。沉积物有机磷核磁共振分析主要包括多个步骤：沉积物有机磷的前处理、核磁共振分析、不同形态磷谱图分析等过程。由于液相 ³¹P-NMR 的最低检出限值较高，所以在对沉积物分析时首先需要对沉积物有机磷进行提取和浓缩。

[0003] 高效快速得获取高浓度的沉积物有机磷溶液成为是否能够成功进行核磁共振分析的关键。传统的获取高浓度沉积物有机磷溶液的方法主要为利用旋转蒸发器进行浓缩，但普通旋转蒸发器分析样品量小且耗时较长，实际实验过程中需要高效快速装置获取沉积物有机磷提取液。

发明内容：

[0004] 本浓缩装置依托普通冷冻干燥机，可以完成河湖沉积物有机磷提取液冷冻后的快速高效的干燥，获取干燥粉末后，用不同配比的 NaOH+D₂O 溶液重新溶解，可以获得高浓度的核磁共振分析液。

[0005] 本浓缩装置主要由以下几部分组成：(1) 样品冷干管：主要包括提取液保存管、滤膜和管盖三部分组成，主要用于沉积物提取液的保存、冷冻和干燥；(2) 冷干管固定装置：主要用于固定样品冷干管，起到将样品冷干管固定于冷冻干燥机上的作用；(3) 冷冻干燥机：将冷冻后的样品固定于冷冻干燥机，用于沉积物提取液的冷冻干燥。

[0006] 本浓缩装置的使用过程为：利用合理配比的 NaOH-EDTA 对沉积物进行提取，将获取的提取液转移至样品冷干管，在冷干管管口覆膜并将管盖旋紧，然后将保存有提取液的样品冷干管置于冰箱（冰柜）冷冻保存。冷冻一段时间后（最小 3-5 个小时），等到提取液被完全冷冻后，将保存有冻实样品的样品冷干管转移到冷干管固定装置上，放置于预冷的真空冷冻干燥机上，按照冷冻干燥机正常操作程序进行冷冻干燥，待干燥完毕后（冷冻提取液完全被冷干为粉末），将干燥获得的粉末转移至样品管中保存待用。

[0007] 本浓缩装置的特点为：样品冷干管管口覆膜，可以保证样品在真空冷冻干燥过程中只冷干水分而溶质不损失；冷干管管盖上的蒸发孔可以保证样品快速的干燥；冷干管可以重复使用，每次使用后只需更换滤膜、对冷干管和管盖进行清洗即可；冷干管固定装置结构简易便携，与普通冷冻干燥机匹配，组合方便；本冷冻浓缩装置一次可以冷冻多个样品，极大的提高了沉积物提取液的浓缩效率；本浓缩装置以普通冷冻干燥机为依托，结合样品冷干管和冷干管固定装置构成的沉积物提取液浓缩装置结构简单，操作容易，对提取液的浓缩效率高，极大的提高了沉积物有机磷的提取效率。

附图说明：

[0008] 附图 1 为冷冻干燥装置纵向剖视图（单位 cm）（主视图单位：cm）。

[0009] 附图 2 为样品冷干管剖面图（单位 cm）（2-1 部件俯视图；1：5 样品冷干管部件分接图单位：cm）。

[0010] 附图 3 为样品冷干燥管固定装置纵向剖视图（A-A）和平面图（4 部件俯视图）（单位 cm）（AA 剖面单位：cm）。

[0011] 附图 4 湖泊沉积物有机磷图谱。

[0012] 图中：图 1：1、真空泵罩；2、样品冷干管；3、样品架；4、冷干管固定装置；5、真空罩密封橡胶圈；6、冷冻干燥机主机。图 2：2-1：冷干管盖；2-2：冷干管覆膜；2-3：样品冷干管。图 4：1、膦酸；2、正磷酸；3、磷酸单酯；4、磷酸二酯；5、焦磷酸。

具体实施方式：

[0013] 本发明的实施例：

[0014] 1 干燥方式对比实验

[0015] (1) 沉积物有机磷提取

[0016] 实验以巢湖沉积物为研究对象，称取 5g 沉积物样品六份（每三份作为重复分别用于冷冻干燥和旋转蒸发），选择配比 0.25M NaOH+50mM EDTA 的作为提取剂，沉积物与提取剂的比例为 1：10 进行沉积物有机磷的提取，样品在室温下震荡 16 小时后进行不同浓缩方式的对比研究。

[0017] (2) 不同浓缩方式对比研究

[0018] 将震荡提取获得的溶液分别作以下处理：三份提取液采用旋转蒸发的方式进行浓缩；另三份提取液转移至样品冷干管后在 -20℃ 冰箱内冷冻 5h，待样品完全冷冻后，置于安装在冷冻干燥机上的冷干管固定装置上进行冷冻干燥，样品干燥结束后，将粉末转移至样品管保存。将旋转蒸发和冷冻干燥后的得到的浓缩液和粉末重新溶解，用钼酸盐比色法测定溶解液中的磷含量。通过对比发现，在进行的对比研究中，冷干过程中磷的损失量小于浓缩处理，冷干前后同体积溶液中磷的浓度变化较小，表明本装置可以很好的用于沉积物提取液的浓缩。

[0019] 2 本装置浓缩液液相 ^{31}P 核磁共振 (NMR) 分析

[0020] 为了验证利用本装置冷干不会影响有机磷图谱质量，在实验过程中应用本发明装置对巢湖沉积物有机磷进行了谱图分析。通过液相 ^{31}P 核磁共振 (NMR) 分析发现，在巢湖沉积物中共检测到五种形态的磷，主要包括膦酸 (18-20ppm)，正磷酸 (6-7ppm)，磷酸单酯

(4-6ppm), 磷酸二酯 (主要包括磷脂 (1-3ppm)、DNA 磷 (0ppm)), 焦磷酸盐 (-3.5--4.5ppm)。谱图可以很好的用于河湖沉积物有机磷形态的分析。

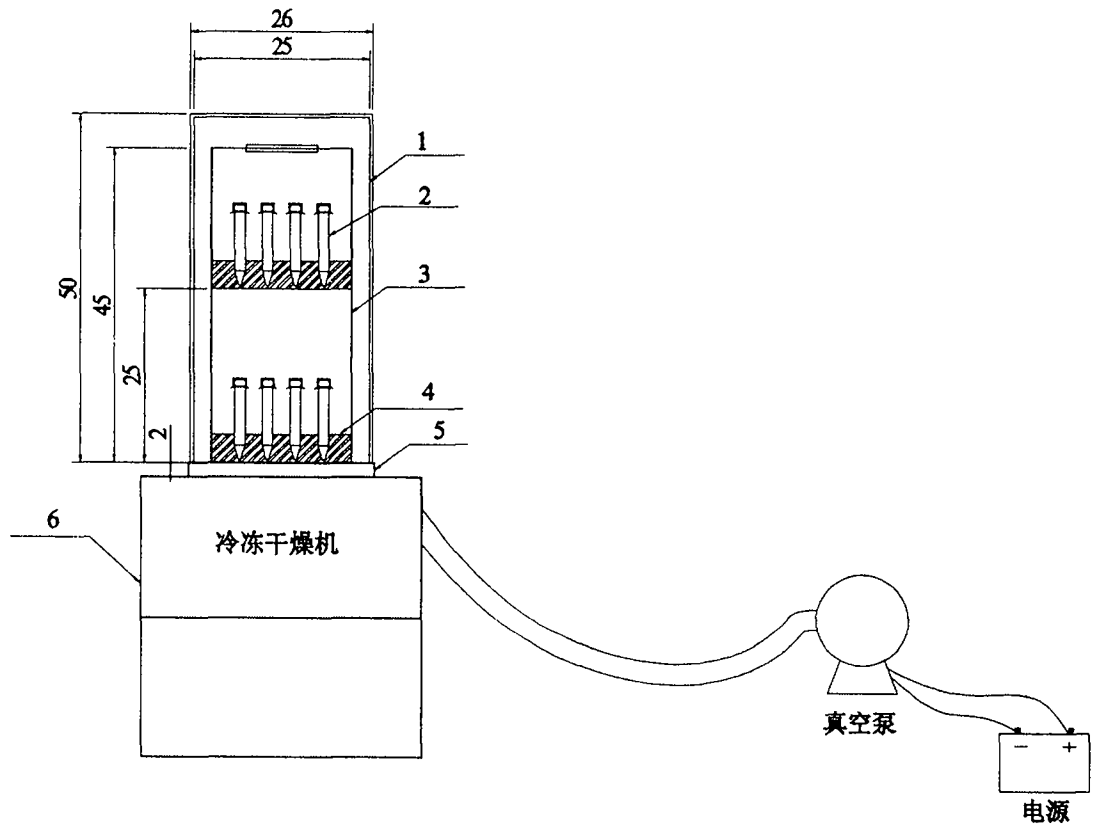


图 1

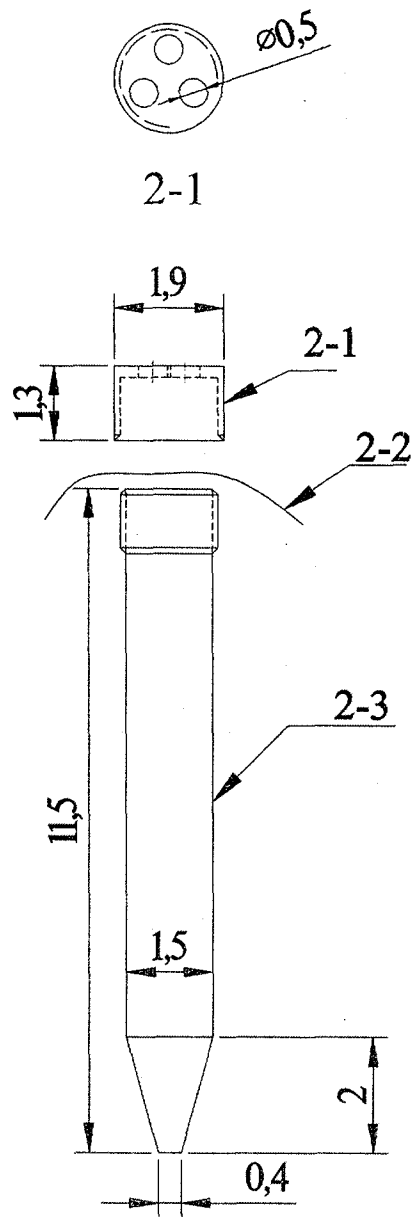


图 2

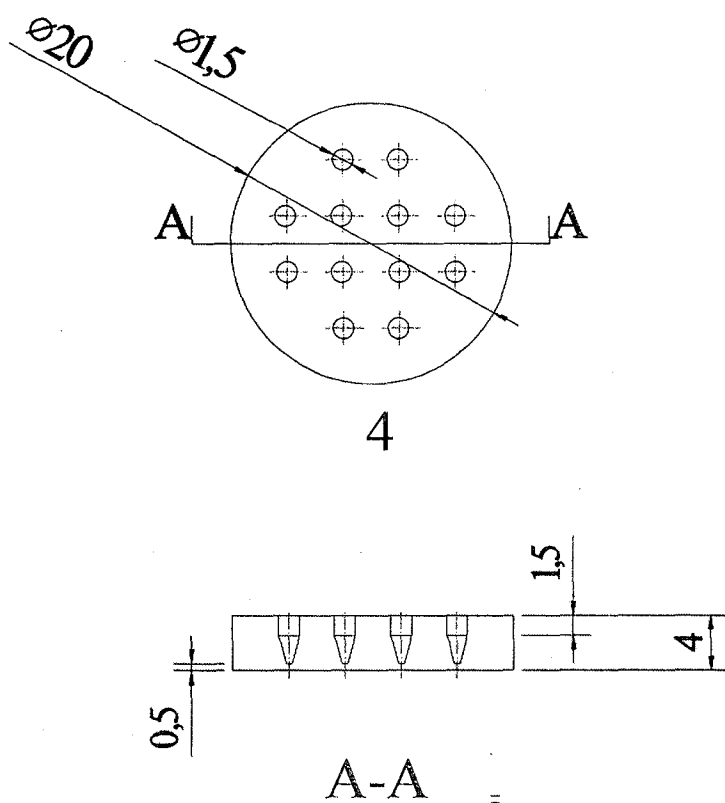


图 3

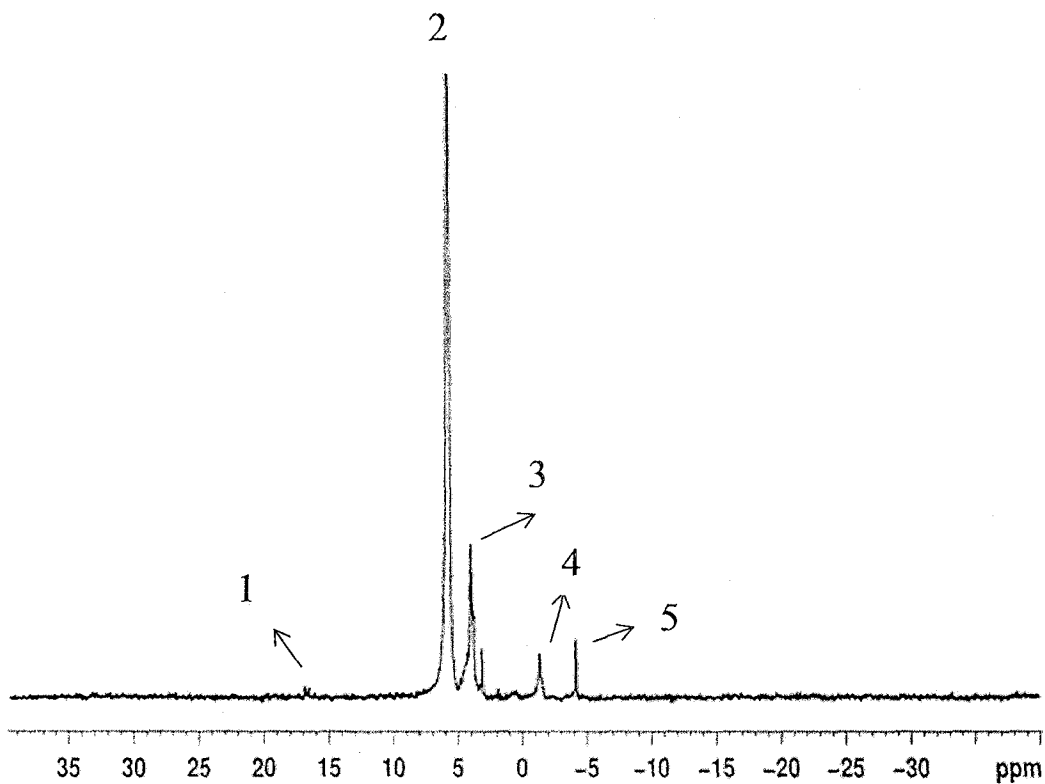


图 4