

用于空气敏感样品有机元素分析的密封装置的研制

►李巧连

(分析测试中心元素分析组 Email:liqiaolian@iccas.ac.cn)

空气敏感型样品进行有机元素分析通常需要先在手套箱内进行密封，完全密封后再移出手套箱，在大气环境下进行检测，以保证样品与空气完全隔绝，避免变质，因此能否完全密封对于空气敏感样品的检测至关重要，是元素分析准确定量的基础。

实验室原有的密封装置体积大（23 cm×22 cm×3 cm，见图1左），由于装置本体大且操作手柄长，所以进出手套箱不方便；空气敏感样品在制样时每个样品需要做多个平行样，但该装置一次只能密封一个样品，因此制样效率很低；多次重复性操作容易导致污染，污染后需要将整个装置拆开清洁，操作不方便；用原有密封装置对样品进行夹持密封时，采用多大夹持力才可以达到完全密封无法量化，无法判断密封终点，因此不同人使用的夹持力度不同，产生的结果有很大差异，力度小容易导致样品密封效果差，力度大导致费力。因此，元素分析组研制了一种新的用于空气敏感样品有机元素分析的密封装置来解决上述技术问题。



图1、密封装置实物图（左：原有装置；右：新研制装置）。

本装置包括壳体、样品架和夹持机构（见图2）。夹持机构包括驱动组件和两个夹持板，驱动组件安装在壳体上，包括力矩扳手、螺杆和两个滑块，螺杆设

置在壳体内并与其转动连接，螺杆上设有两段螺旋线方向相反的螺纹，每段螺纹上连接有一个滑块，两个滑块分别位于样品架的两侧并在螺杆作旋转运动时能够作相对靠近或远离的直线运动，每个滑块上可拆卸固定连接有一个夹持板，螺杆的一端贯穿壳体延伸至外侧，并固定有旋转接头，力矩扳手驱动旋转接头带动螺杆旋转以驱动两个夹持板作相互靠近或远离运动以同时将样品架上的所有杯子开口夹住密封。

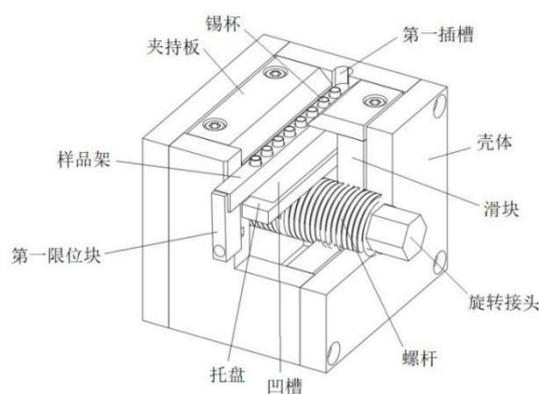


图2、新研制密封装置的内部结构示意图

本装置进行密封的具体操作为：在杯子内装入样品后，将样品架插入第一插槽，旋转第一限位块以便将样品架固定，将力矩扳手卡在旋转接头上，然后通过力矩扳手带动螺杆旋转，使两个滑块带动对应的夹持板作相互靠近运动，直到两个夹持板夹住杯子的杯口并达到密封效果，密封完成后反向旋转螺杆，使两个夹持板向远离样品架的方向移动，直到夹持板完全脱离样品架，然后手动转动第一限位块，就可以通过抽拉方式将样品架从插口内抽出来；如果需要将托盘抽出，只需将第二限位块旋转，就可以将托盘从插孔内抽拉出来，完成拆卸操作。与原有装置相比，本装置在以下几方面有明显改进：

1、体积小

本项目研制的密封装置，尺寸为8 cm×8 cm×7 cm，与原有装置相比，其长度与宽度缩减了近三分之二（见图1右），体积小，可以从手套箱的小仓门进出，使用非常方便。

2、效率高

原有装置的有效夹持长度非常小，一次只能密封一个样品，本装置将有效夹持长度延长至6 cm，样品架上一次最多可以放置八个杯子，八个样品同时进行夹持密封，制样效率大幅度提升。

3、易拆卸

在制样过程中如果发生污染，原有装置需要将底板上的螺丝拆开，进行整体拆卸清洗，而本装置将容易污染的部件均设计为可单独拆卸的结构。例如，在密封时如果样品沾染在样品架上，只需要将第一限位块旋转，将样品架从第一插槽抽出，更换备用样品架即可；如果样品沾染在夹持板上，只需要将装置顶部的四个螺丝拧开就可以拆下两块夹持板，更换备用板即可；如果有样品撒漏出来，放置在样品架下方的托盘可以避免样品掉落在壳体内或螺杆上，此时只需要将第二限位块旋转，将托盘抽出，更换备用托盘即可（一套装置可以配备几套样品架、夹持板及托盘），使用非常便捷。

4、量化密封效果，容易判断密封终点

本装置在螺杆的端部设置旋转接头用于与力矩扳手配合，在密封时通过操作力矩扳手使螺杆旋转来带动两个夹持板进行相互靠近运动以实现夹持封口密封，操作较为省力，力矩扳手的力矩可根据实际密封效果调整，直至达到满意的密封效果，将力矩固定后，每次进行密封达到该力矩时就表明密封完成，达到了密封效果可量化的目的，无需用更大的力气进行密封，也避免了力气小导致密封效果不好的情况发生。

为了验证本装置的密封效果，我们选择了具有挥发性的液体进行了实验验证（见表1）。将空锡杯称重后放入样品架两端及中间的6个位置，加入一定量75%乙醇溶液，立即密封，称重，随后间隔30 min、1 h、24 h再次称量，实验发现24 h内所有锡杯的重量变化均未超过2 μg ，说明装置的密封效果非常好。

本装置不仅适用于空气敏感样品，还适用于液体样品及挥发性样品进行有机元素分析时的制样过程。

表1、75%乙醇溶液密封后质量变化

编号	空杯重量 (mg)	即刻重量 (mg)	30 min重量 (mg)	1 h重量 (mg)	24 h重量 (mg)
1#	36.313	41.211	41.192	41.192	41.191
2#	36.306	40.397	40.397	40.396	40.396
4#	36.756	38.007	38.008	38.007	38.008

5#	36.236	41.703	41.701	41.701	41.700
7#	36.326	40.993	40.992	40.994	40.993
8#	36.255	38.397	38.395	38.396	38.395

参考文献：

1. 用于空气敏感样品有机元素分析的密封装置，专利号：ZL202423006460.3。

分析测试中心编制