



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 119595387 A

(43) 申请公布日 2025. 03. 11

(21) 申请号 202411649706.0

(22) 申请日 2024.11.19

(71) 申请人 泰山学院

地址 271000 山东省泰安市东岳大街525号

(72) 发明人 连春升 张子昊 岳佩晶

(74) 专利代理机构 山东誉丰合创知识产权代理有限公司 37384

专利代理师 高强

(51) Int. Cl.

G01N 1/28 (2006.01)

G01N 27/62 (2021.01)

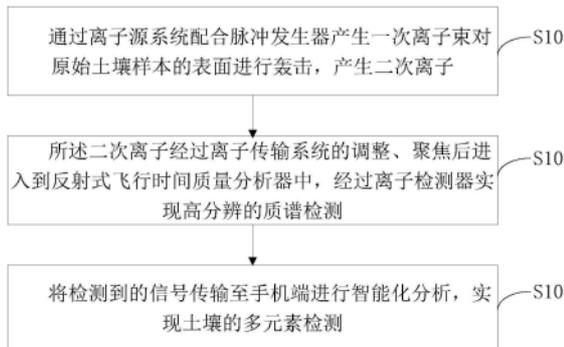
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种土壤多元素检测方法及系统

(57) 摘要

本申请公开了一种土壤多元素检测方法及系统,所述方法包括:通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子;所述二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测;将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析,实现土壤的多元素检测。通过采用飞行时间二次离子质谱法对土壤进行检测,能够检测到极低浓度的元素和同位素,同时具有非破坏性、快速性等优点,能够在不破坏样品的情况下进行快速分析。



1. 一种土壤多元素检测方法,其特征在于,包括:

通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子;

所述二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测;

将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析,实现土壤的多元素检测。

2. 根据权利要求1所述的土壤多元素检测方法,其特征在于,所述通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子,包括:

将脉冲发生器产生的脉冲信号传输到离子源系统的相应电极上;

对离子的产生和加速过程进行调制,产生脉冲式的一次离子束;

通过所述一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子。

3. 根据权利要求1所述的土壤多元素检测方法,其特征在于,所述二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测,包括:

对进入到反射式飞行时间质量分析器中的二次离子进行提取;

分别获取每个二次离子到达离子检测器的时间;

根据所述到达离子检测器的时间,对不同种类的二次离子进行分离,实现高分辨的质谱检测。

4. 根据权利要求3所述的土壤多元素检测方法,其特征在于,包括,所述分别获取每个二次离子到达离子检测器时间的计算公式为:

$$t = \sqrt{\frac{m}{2K^{(ref)}}} \frac{D_1 + D_2}{\sqrt{1 + \delta}} + \frac{2L_1\sqrt{2}(\sqrt{K^{(ref)}(1 + \delta)} - \sqrt{K_1})}{K^{(ref)} - K_1} + 2L_2$$

其中, L_1 、 L_2 为距离参数, K_1 为经过一级减速电场后的动能, $K^{(ref)}$ 为在无场漂移区的参考能量, δ 为能量发散分量, m 为二次离子的质量, D_1 为一次时间聚焦平面与离子反射镜入口的距离, D_2 为离子反射镜出口与离子检测器之间的距离。

5. 根据权利要求1所述的土壤多元素检测方法,其特征在于,包括:二次离子经过离子传输系统的调整聚焦条件为:

$$L_1 = \frac{D_1 + D_2}{4} \left(1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}} \right);$$

$$L_2 = \frac{D_1 + D_2}{4} \frac{K_1}{K^{(ref)}} \left(\frac{1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}}}{1 + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}}} + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}} \right)。$$

6. 根据权利要求1所述的土壤多元素检测方法,其特征在于,所述将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析,实现土壤的多元素检测,包括:

将检测到的信号转换为质谱图后传输至手机端进行峰识别、峰强度计算和背景扣除操作;

在手机端显示出检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比,实现土壤的多元素检测。

7. 一种土壤多元素检测系统, 基于权利要求1-6任一项所述的土壤多元素检测方法, 其特征在于, 包括: 一次离子光学系统、进样系统, 真空系统、二次离子传输系统、反射式飞行时间质量分析器、离子检测器和手机;

所述一次离子光学系统用于产生脉冲式的一次离子束后对原始土壤样本的表面进行轰击, 产生二次离子;

所述进样系统用于放置和传输土壤样本;

所述真空系统用于提供真空环境, 减少离子与气体分子的碰撞;

所述二次离子传输系统用于对二次离子进行传输;

所述反射式飞行时间质量分析器用于通过测量离子飞行时间来确定离子的质量;

所述离子检测器用于根据离子的质量和电荷比来对不同种类的离子进行分离。

8. 根据权利要求7所述的土壤多元素检测系统, 其特征在于, 包括: 所述手机上设置有农业种植选项和重金属检测选项,

所述农业种植选项用于根据检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比给予土壤肥力及种植建议;

所述重金属检测选项用于显示土壤中重金属的含量及改善土壤的方法。

一种土壤多元素检测方法及系统

技术领域

[0001] 本发明属于农业检测技术领域,具体涉及一种土壤多元素检测方法及系统。

背景技术

[0002] 随着工业化进程和城市化的快速发展,环境污染问题日益突出,其中土壤污染问题尤为严重。土壤污染不仅影响农作物的生长,还可能通过食物链影响人类健康。土壤中的重金属污染因其易富集,则很难被生物分解,对土壤的结构会造成很大的破坏,这些重金属进入到农作物中,还会对食品安全造成影响。因此,准确检测土壤中重金属及其他有害物质的含量,对于评估土壤质量、制定污染防治措施以及保障食品安全具有重要意义。

[0003] 然而,现有技术中大多采用X射线荧光光谱法和激光诱导击穿光谱法等物理方法,虽然操作简单、分析速度快,但在多元素同时分析时,检测周期长,准确度较低。而原子吸收光谱法等化学方法通过测量元素在特定波长下的吸收光谱来定量分析土壤的元素含量,虽然灵敏度高、准确性好,但操作复杂,需要专业的实验室设备,并且这些设备只能让专业人士来解读给出建议,造成知识的局限性,不能带来实质性的作用。

[0004] 因此,如何快速准确的实现土壤的多元素检测是本领域亟需解决的技术问题。

发明内容

[0005] 本申请为了解决上述技术问题,提出了如下技术方案:

[0006] 第一方面,本申请实施例提供了一种土壤多元素检测方法,包括:

[0007] 通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子;

[0008] 所述二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测;

[0009] 将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析,实现土壤的多元素检测。

[0010] 在一种可能的实现方式中,所述通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子,包括:

[0011] 将脉冲发生器产生的脉冲信号传输到离子源系统的相应电极上;

[0012] 对离子的产生和加速过程进行调制,产生脉冲式的一次离子束;

[0013] 通过所述一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子。

[0014] 在一种可能的实现方式中,所述二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测,包括:

[0015] 对进入到反射式飞行时间质量分析器中的二次离子进行提取;

[0016] 分别获取每个二次离子到达离子检测器的时间;

[0017] 根据所述到达离子检测器的时间,对不同种类的二次离子进行分离,实现高分辨的质谱检测。

[0018] 在一种可能的实现方式中,所述分别获取每个二次离子到达离子检测器时间的计

算公式为：

$$[0019] \quad t = \sqrt{\frac{m}{2K^{(ref)}}} \frac{D_1 + D_2}{\sqrt{1 + \delta}} + \frac{2L_1\sqrt{2}(\sqrt{K^{(ref)}(1 + \delta)} - \sqrt{K_1})}{K^{(ref)} - K_1} + 2L_2$$

[0020] 其中, L_1 、 L_2 为距离参数, K_1 为经过一级减速电场后的动能, $K^{(ref)}$ 为在无场漂移区的参考能量, δ 为能量发散分量, m 为二次离子的质量, D_1 为一次时间聚焦平面与离子反射镜入口的距离, D_2 为离子反射镜出口与离子检测器之间的距离。

[0021] 在一种可能的实现方式中, 二次离子经过离子传输系统的调整聚焦条件为：

$$L_1 = \frac{D_1 + D_2}{4} \left(1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}} \right);$$

$$[0022] \quad L_2 = \frac{D_1 + D_2}{4} \frac{K_1}{K^{(ref)}} \left(\frac{1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}}}{1 + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}}} + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}} \right)。$$

[0023] 在一种可能的实现方式中, 所述将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析, 实现土壤的多元素检测, 包括：

[0024] 将检测到的信号转换为质谱图后传输至手机端进行峰识别、峰强度计算和背景扣除操作；

[0025] 在手机端显示出检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比, 实现土壤的多元素检测。

[0026] 第二方面, 本申请实施例提供了一种土壤多元素检测系统, 包括：

[0027] 一次离子光学系统、进样系统, 真空系统、二次离子传输系统、反射式飞行时间质量分析器、离子检测器和手机；

[0028] 所述一次离子光学系统用于产生脉冲式的一次离子束后对原始土壤样本的表面进行轰击, 产生二次离子；

[0029] 所述进样系统用于放置和传输土壤样本；

[0030] 所述真空系统用于提供真空环境, 减少离子与气体分子的碰撞；

[0031] 所述二次离子传输系统用于对二次离子进行传输；

[0032] 所述反射式飞行时间质量分析器用于通过测量离子飞行时间来确定离子的质量；

[0033] 所述离子检测器用于根据离子的质量和电荷比来对不同种类的离子进行分离。

[0034] 在一种可能的实现方式中, 所述手机上设置有农业种植选项和重金属检测选项,

[0035] 所述农业种植选项用于根据检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比给予土壤肥力及种植建议；

[0036] 所述重金属检测选项用于显示土壤中重金属的含量及改善土壤的方法。

[0037] 与现有技术相比, 本申请的有益效果为：

[0038] 本申请采用飞行时间二次离子质谱法对土壤进行检测, 能够检测到极低浓度的元素和同位素, 同时具有非破坏性、快速性等优点, 能够在不破坏样品的情况下进行快速分析。

[0039] 本申请基于飞行时间二次离子质谱技术的智能化多元素土壤检测系统使得土壤检测具有快速性, 同时根据检测到的数据进行智能分析, 给予农业种植和重金属污染土壤

的改善建议。

附图说明

- [0040] 图1为本申请实施例提供的一种土壤多元素检测方法的流程示意图；
[0041] 图2为本申请实施例提供的二次离子产生示意图；
[0042] 图3为本申请实施例提供的带有两级减速电场的反射式飞行时间质量分析器的工作原理示意图；
[0043] 图4为本申请实施例提供的土壤多元素检测系统的示意图。

具体实施方式

- [0044] 下面结合附图与具体实施方式对本方案进行阐述。
- [0045] 图1为本申请实施例提供的一种土壤多元素检测方法的流程示意图,参见图1,本实施例中的土壤多元素检测方法,包括:
- [0046] S101,通过离子源系统配合脉冲发生器产生一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子。
- [0047] 本实施例中,取不加任何处理的原始土壤样本,使其对准一次离子发射管道,通过将气体(如氙气等)引入离子源室,利用射频放电或电子碰撞等方式使气体电离。随后,通过脉冲电源控制电离后的离子束,使其以脉冲形式发射。本实施例中,参见图2,脉冲发生器可以与离子源系统的电源系统相连,对离子的产生和加速过程进行调制,从而产生合适的脉冲式一次离子束,通过一次离子束对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子。
- [0048] 本实施例通过精确控制脉冲的宽度、频率和幅度等参数来产生满足实验要求的脉冲式离子束。这样产生的二次离子也是以脉冲的形式出现,通过精确控制脉冲的时间和频率,可以使二次离子在同一时间起点出发,以便后续根据它们的飞行时间准确测量其质量。
- [0049] S102,二次离子经过离子传输系统的调整聚焦后进入到反射式飞行时间质量分析器中,经过离子检测器实现高分辨的质谱检测。
- [0050] 本实施例中,对进入到反射式飞行时间质量分析器中的二次离子进行提取,分别获取每个二次离子到达离子检测器的时间,根据到达离子检测器的时间,对不同种类的二次离子进行分离,实现高分辨的质谱检测。
- [0051] 由于直线式飞行时间质量分析器存在结构简单、分辨能力低等缺陷,为了提高其分辨能力,本实施例将采用反射式飞行时间质量分析器,其在结构上加长了离子的飞行距离,延长了相应的离子飞行时间,而且参数较多,便于检测。
- [0052] 最简单的反射式飞行时间质量分析器仅包含一级均匀的减速电场。一次时间聚焦平面与离子反射镜入口的距离为D1,离子反射镜出口与检测器之间的距离为D2,离子从一次时间聚焦平面飞行经过无场漂移区进入反射镜,经过反射后从反射镜出射再经无场漂移区到达离子检测器。在无场漂移区,通过增加离子的动能来减小离子的飞行时间。然而,在反射镜中,所具有能量更大的离子,尽管它们具有更大的运动速度,但通过的距离更长,所以离子的飞行时间随能量的增加而变长。通过合理选择离子在无场漂移区和反射镜中的飞行距离的关系,可以消除飞行时间对能量分散的一阶近似。
- [0053] 假设质量为m的离子所带电荷量为Q,在一次时间聚焦平面时离子的能量为 $K^{(ref)}$,

能量发散分量为 δ ,通过简单的计算可得,离子从一次时间聚焦平面到达离子检测器位置的飞行时间为:

$$[0054] \quad t = \sqrt{\frac{m}{2K^{(ref)}}} \left(\frac{D_1 + D_2}{\sqrt{1 + \delta}} + 4L\sqrt{1 + \delta} \right)$$

[0055] 其中, L 为在 Z 轴上参考能量为 $K^{(ref)}$ 的离子从反射镜的入口到反向运动的回转点的距离。

[0056] 当满足一阶时间聚焦条件,即当 $(t|\delta) = 0$ 时,可以计算出离子在无场漂移区和反射镜中的飞行距离的关系式为:

$$[0057] \quad D_1 + D_2 = 4L$$

[0058] 以上这种情况下,能量分散对飞行时间的二阶分量为:

$$[0059] \quad (t|\delta\delta) = t^{(ref)} / 4$$

[0060] 参见图3,本申请实施例提供的带有两级减速电场的反射式飞行时间质量分析器的工作原理示意图,设质量为 m ,所带电荷量为 Q 的离子,在经过一级减速电场后的动能 K_1 ,在无场漂移区的参考能量为 $K^{(ref)}$,能量发散分量为 δ ,那么离子到达检测器的飞行时间为:

$$[0061] \quad t = \sqrt{\frac{m}{2K^{(ref)}}} \frac{D_1 + D_2}{\sqrt{1 + \delta}} + \frac{2L_1\sqrt{2}(\sqrt{K^{(ref)}(1 + \delta)} - \sqrt{K_1})}{K^{(ref)} - K_1} + 2L_2$$

[0062] 其中, L_1 、 L_2 为距离参数, K_1 为经过一级减速电场后的动能, $K^{(ref)}$ 为在无场漂移区的参考能量。

[0063] 当 $(t|\delta\delta) = 0$ 时,即满足离子二阶时间聚焦时,需要的条件如下:

$$L_1 = \frac{D_1 + D_2}{4} \left(1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}} \right);$$

$$[0064] \quad L_2 = \frac{D_1 + D_2}{4} \frac{K_1}{K^{(ref)}} \left(\frac{1 - 3 \frac{K_1}{K^{(ref)}}}{1 + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}}} + \sqrt{\frac{K_1}{K^{(ref)}}} \right);$$

[0065] 显然,满足二阶聚焦的必要条件是:

$$[0066] \quad K_1 / K^{(ref)} < 1/3。$$

[0067] S103,将检测到的信号传输至手机端进行智能化分析,实现土壤的多元素检测。

[0068] 本实施例中,将检测到的信号转换为质谱图后传输至手机端进行峰识别、峰强度计算和背景扣除操作,在手机端显示出检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比,实现土壤的多元素检测。

[0069] 与上述实施例提供的一种土壤多元素检测方法相对应,本申请还提供了一种土壤多元素检测系统的实施例。

[0070] 参见图4,本实施例提供的土壤多元素检测系统,包括:一次离子光学系统、进样系统,真空系统、二次离子传输系统、反射式飞行时间质量分析器、离子检测器和手机。其中,一次离子光学系统用于产生脉冲式的一次离子束后对原始土壤样本的表面进行轰击,产生二次离子。进样系统具备样品台和样品传输装置,用于放置和传输样品,可以调整样品台的位置和角度,以便对不同区域进行分析确保样品能够准确地进入到分析区域,样品传输装置则负责将样品从外部引入到分析区域。进样系统的进样室需要保持高真空环境,以减少

外界气体对分析过程的干扰用于放置和传输土壤样本。

[0071] 真空系统用于提供真空环境,确保一次离子束和二次离子能够在不受外界气体干扰的情况下进行传输和分析,同时高真空环境可以减少离子与气体分子的碰撞,提高分析的准确性和灵敏度。二次离子传输系统用于对二次离子进行传输。

[0072] 反射式飞行时间质量分析器用于通过测量离子飞行时间来确定离子的质量,由于给定离子的速度与其质量成反比,不同质量的离子在漂移管中飞行的时间不同,较重的离子到达检测器的时间会比较轻的离子更晚,通过测量飞行时间来确定离子的质量。离子检测器用于根据离子的质量和电荷比来对不同种类的离子进行分离。此外,手机上还设置有农业种植选项和重金属检测选项,农业种植选项用于根据检测到的土壤中的物质、元素以及对应的含量百分比给予土壤肥力及种植建议。重金属检测选项用于显示土壤中重金属的含量及改善土壤的方法。

[0073] 本申请实施例中,“多个”是指两个或两个以上。“和/或”,描述关联对象的关联关系,表示可以存在三种关系,例如,A和/或B,可以表示单独存在A、同时存在A和B、单独存在B的情况。其中A,B可以是单数或者复数。字符“/”一般表示前后关联对象是一种“或”的关系。

[0074] 需要说明的是,在本文中,术语“包括”、“包含”或者其任何其他变体意在涵盖非排他性的包含,从而使得包括一系列要素的过程、方法、物品或者设备不仅包括那些要素,而且还包括没有明确列出的其他要素,或者是还包括为这种过程、方法、物品或者设备所固有的要素。在没有更多限制的情况下,由语句“包括一个……”限定的要素,并不排除在包括所述要素的过程、方法、物品或者设备中还存在另外的相同要素。

[0075] 以上所述,仅为本申请的具体实施方式,任何熟悉本技术领域的技术人员在本申请揭露的技术范围内,可轻易想到变化或替换,都应涵盖在本申请的保护范围之内。本申请的保护范围应以所述权利要求的保护范围为准。

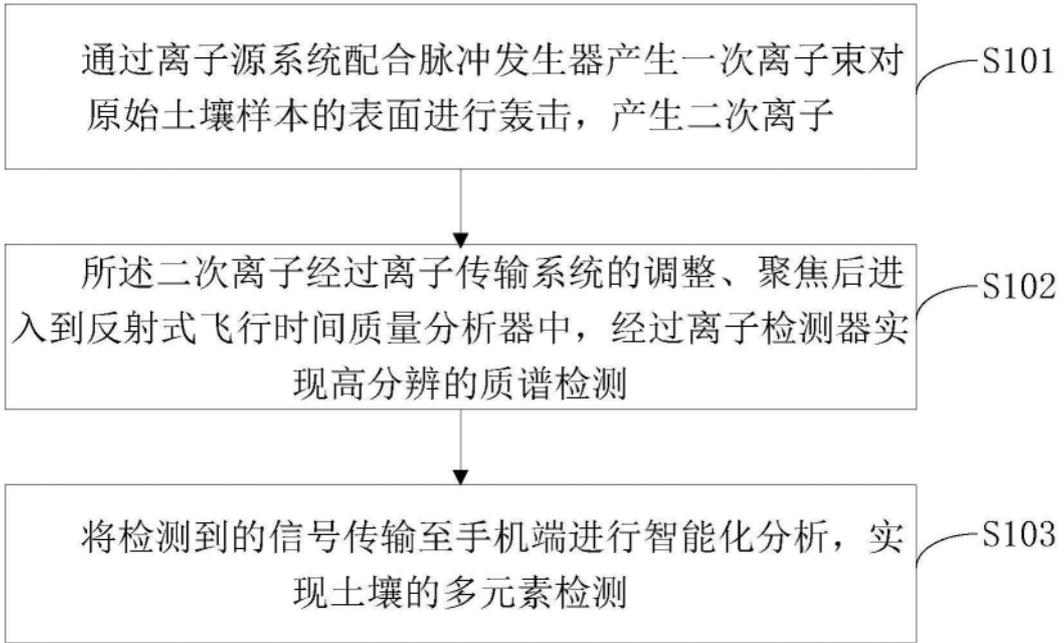


图1

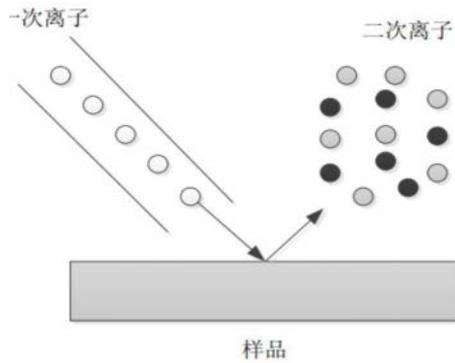


图2

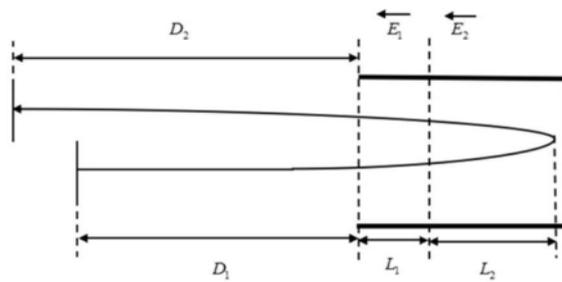


图3

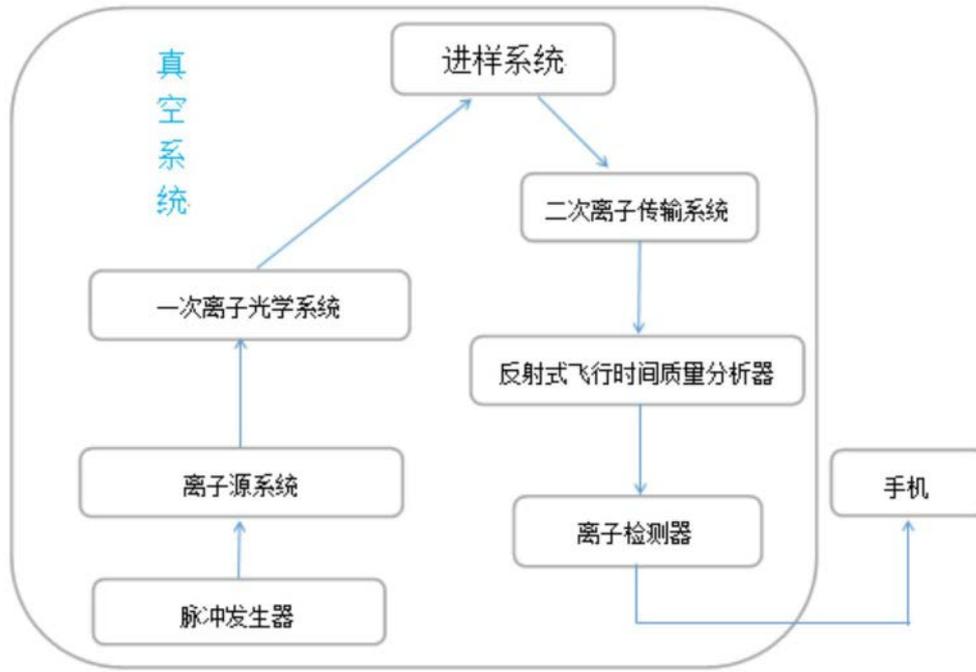


图4