

GLL-18 高速冷冻离心机

李兴国 金薇芬 孟祥义 李其让 董刚

(中国科学院生物物理研究所工厂)

随着科学技术的发展,离心机的使用日趋广泛。除生物学、化学、医药卫生、食品等传统使用离心机的部门之外,在某些国防尖端部门也开始使用离心技术。因而各主要工业国家都对离心机的研制和生产给予一定的重视,并建立了自己的离心机系列,包括低速、高速和超速。

高速冷冻离心机是离心机系列中不可缺少的一个组成部分。我国各科研和生产部门所用高速离心机基本依赖进口,这不仅要花费国家的大量外汇,而且仪器发生故障时,修理比较麻烦。为了扭转这种局面,我们于1975年开始研制高速离心机,经过一年的奋战,于1976年初研制成功第一台全部用国产原材料的高速离心机。继而又试制五台。相继交付实验室试用,第一台1976年交付实验室,至今已使用两年多,基本上达到正常运行。78年10月开了成果鉴定会。会议认为,该仪器设计比较合理,结构简单,操作方便,使用可靠,在主要指标上达到了英国 MSE-18 高速离心机的水平。离心机和电机都是自制的,为我国填补了一项空白。

一、原 理

把砂子放入水中就要沉底,而油倒入水中则漂浮在水面上。这种人们熟知的物理现象是重力场作用的结果。密度大的物质在重力场中受力大,在密度小的液体中就要往下沉,而密度小的物质由于所受重力小,在密度比它大的液体中被排挤而上浮。所以,如果把混在一起的

砂子和油放入水中,在重力场的作用下,即可使油、水与砂子分离。但是当要分离的物质颗粒很小时,或悬浮液的粘度很大时,重力场就无能为力了。离心机则能通过离心头的高速旋转,在离心头中形成巨大的离心力场,它可使微小颗粒由悬浮液中分离出来。如病毒,核酸,线粒体等样品的分离制备。

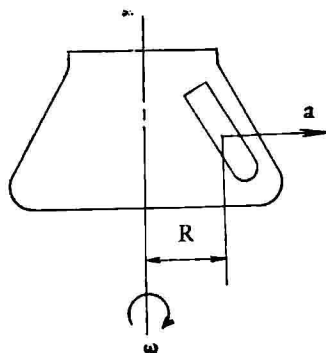


图1 离心加速度 a 与角速度 ω , 半径 R 的关系

以角速度 ω 旋转的离心头中,距旋转中心线距离为 R 处的离心加速度(图1)为:

$$a = R\omega^2$$

离心加速度也可以重力加速度的倍数表示:

$$a = 0.0000112 R n^2 \quad \text{单位是 } g$$

式中 R 单位是毫米, n 为转速(单位是转/分)。

离心机的离心加速度范围从几10倍 g (重力加速度 $g = 980 \text{ 厘米/秒}^2$)到50万倍 g 以上。而高速离心机一般从几千 g 到几万 g 。

二、结 构

整个仪器主要由三部分组成：离心部分；降温系统；控制线路。三部分装在一个机壳中，上部为控制箱，箱的仪表板上装有温度表，定时器和转速表，以及各种控制开关，中部为离心部分，包括离心室、主轴、电机等；下部为降温系统（图2）。

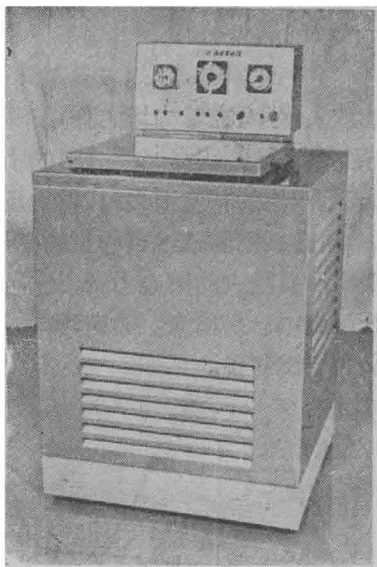


图2 离心机外观

1. 离心部分

离心部分由离心室、主轴、离心头和高速电机等组成。

离心室用1.5毫米厚不锈钢板制造，周围和底部焊上冷却盘管。离心室外有5毫米厚防护钢圈。防护钢圈与冷却盘管间填充隔热材料。离心室盖由上下两层3毫米钢板中间填充隔热材料制成，其转轴与锁均有一定强度，使整个盖有一定的防护性能。

主轴靠两个滚珠轴承支撑在轴承座上。轴承座与电机由六个橡胶减震垫联接。主轴与电机轴间的联轴器也是橡胶材料。轴承座与离心室间亦有橡胶垫。以上这种设计可有效的吸收离心头不平衡产生的振动。

主轴的另一个特点是轴伸短且距轴承上缘近。当离心头装在主轴上时，离心头的重心C

距轴承上缘很近（图3）。采取这种主轴结构可以大大减轻由于离心头不平衡而加之于主轴的弯曲振动力矩。尽管很仔细地将离心头做了动平衡调整，但是总要有一点剩余不平衡量。当离心头高速旋转时，该不平衡量就要产生一个单边的离心力。此离心力一方面带动主轴连同法兰盘产生一个与转速同步的振动。另一方面给主轴一个弯曲振动力矩。主轴最危险的断面在轴承上缘处。这个断面所受弯曲力矩 $M = F \cdot d$ ，由于我们采用的这种结构 d 很小，故 M 亦小，因而对轴的受力情况非常有利。

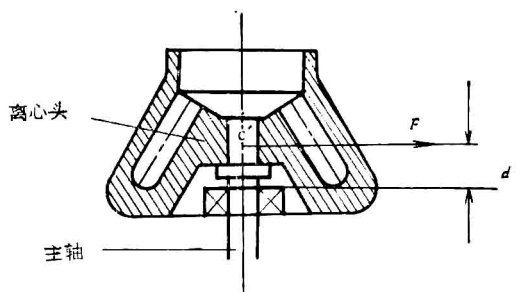


图3 主轴承受不平衡力

2. 降温系统

图4为离心室降温系统简图。氟里昂压缩机开动后，将冷媒压缩，高压冷媒通过散热器降温，再通过换热器利用经膨胀后的低压冷媒的余冷降温。经过滤器干燥后，通过膨胀阀降压，同时吸热，使膨胀盘管及被它包围的离心室降温，在换热器中二次膨胀后返回压缩机，完成一次循环。如此连续循环下去，即可将离心头高

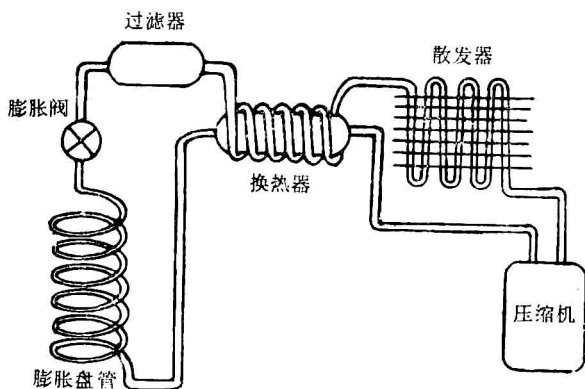


图4 冷冻系统

速旋转时与空气摩擦产生的热量不断带走,达到使离心头降温的目的。

3. 控制线路

整机的控制对象主要是离心电动机和制冷系统电动机。整机控制系统采用继电器-接触器控制方式。在一些环节上采用了晶体管线路。

控制线路分为离心控制与制冷控制两部分。每部分又分为“自动”控制与“手动”控制两种方式。在一般情况下应使用“自动”控制，必要时可使用“手动”控制。

(1) 离心电机的控制

离心电机的主要控制元件为磁放大器。磁放大器的运行绕组与电机绕组串接。控制绕组由一直流电源供电,通过一手动电位器改变磁放大器控制绕组的电压,即可改变磁放大器运行绕组中的电感量,从而调节主电机的端电压,即调节了电机的转速。

为了使操作程序简单,防止因升速过快烧毁电机。设计了“自动升速调速线路”。其作用是: ①由最低转速至最高转速范围内,可一次调至所需速度; ②在电机转速没有达到给定值以前,随着电机速度的升高,主电机的输入功率自动增加,电机转速逐渐升高; ③在主电机的升速过程中要有足够大的加速度,但又要限制电流不过大。

自动升速调速电路工作原理如图 5。电机主回路接通后,将速度选择钮(Rg)旋到要求速

度,这时可控硅触发回路控制电压最高,可控硅导通角最大。磁放大器控制绕组 CFW_K 所加直流电压最大。磁放大器运行绕组感抗最小,电源电压 (128 伏) 将全部加到主电机上,这时转速很低,所以电机回路内将通过很大的电流。在电机的主回路内装有电流变换器 LH, LH 将输出一个正比于主回路电流值的电压信号 V_1 , 将 V_1 与由测速发电机引出的反应电机转速的信号 V_2 进行比较。则 V_1 与 V_2 的差值加到晶体管 BG_1 的基极,发射极间, BG_1 偏流减小,管压降增加,触发回路控制电压减小,触发脉冲后移,可控硅导通角减小,磁放大器控制电压降低,因而电机主回路电流减小。从而限制了起动电流。电极转速逐渐升高, V_1 与 V_2 差值减小,触发回路控制电压增加,可控硅导通角增大,直流控制电压增加,主回路端电压增加,电机转速升高,逐渐达到给定值。

离心时间可用定时器自动控制。预先调好定时器的给定时间(即离心时间),电机启动后,定时器同时开始计时,当电机达到预定转速时,只要按一下“追加”按钮,定时器表针立即回位从预选时间重新开始计时。可保证准确的离心时间。此为其它离心机所没有,据使用者反应,此种定时方式使用极为方便,准确。

(2) 制冷系统的控制

制冷系统的任务是保持在最高转速长时间运转的条件下,离心头温度不能过高,避免破坏离心样品的功能。

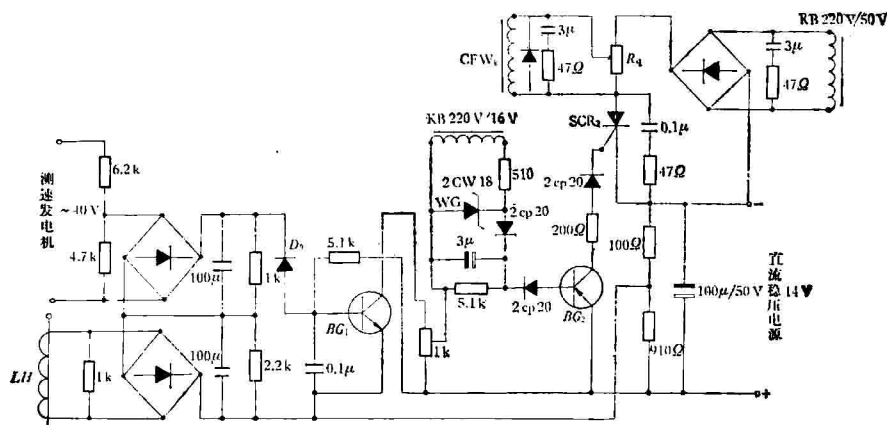


图5 自动升速调速控制线路

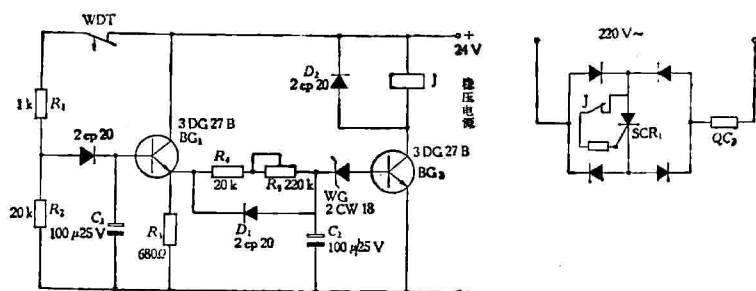


图6 温度控制线路图

J——小型中间继电器 DZ——144; SCR₁——3CT5; QC₃——制冷电动机接触器线圈; WDT——温度表触点

在保障生物样品不损伤的前提下,对温度的控制精度要求并不严格。因此,我们对制冷系统的控制,采用断续式调节方式。这种调节方式的优点是线路简单,使用和检修都比较方便。

如果用温度控制器-继电器开断压缩机时,由于温度控制器触点在开或断时有一较长的过渡时间,在过渡时间内继电器,接触器不停地开断,在这种工作状态下,压缩机电机,继电器,接触器都容易损坏。为了解决上述问题,我们设计了延时控制线路,见图6。

工作原理如下:

当温度计触点 WDT 闭合时,电源通过 R₁ 及 D₁ 对 C₁ 充电, BG₁ 基极电位升高, BG₁ 导通后,在电阻 R₂ 两端产生压降,此电压通过 R₄、R₅ 对 C₂ 充电,当 C₂ 两端电压高于稳压管 WG 的击穿电压时, BG₂ 导通,继电器 J 吸合。继电器的常开触点接通可控硅 SCR₁ 的控制极,可控硅导通,交流 220 伏电压加在 QC₃ 的线圈上, QC₃ 吸合,制冷电动机运转,开始降温。从 WDT 闭合到 QC₃ 吸合,中间经过了 5—20 秒的延时。

当离心腔的温度低于给定值时, WDT 断开, C₁ 通过 BG₁ 及 R₃ 放电,当 BG₁ 的基极电位低于发射极时 BG₁ 截止, C₂ 通过 D₁ 及 R₃ 放电,当 C₂ 的电压低于 WG 的击穿电压时, BG₂ 截止,继电器 J 断电, SCR₁ 截止, QC₃ 断开,制冷电动机停止运转。从 WDT 断开到 QC₃ 断开,中间也经过了一定的延时。

三、主要部件

1. 高速电机

高速电机是高速离心机的关键部件。这种类型的电机目前我国只有山东博山电机厂生产的,转速为 15,000 转/分的一种产品。这种电机的转速尚不能满足高速离心机的需要。我们决定自己研制一种高速电机。

(1) 主要技术指标

工作电压 ~ 128 伏, 工作电流 14 安,
转速 18,000 转/分, 输出功率 > 1 瓩。

(2) 工作原理

这种电机为交流串激整流子式电机(图7)。

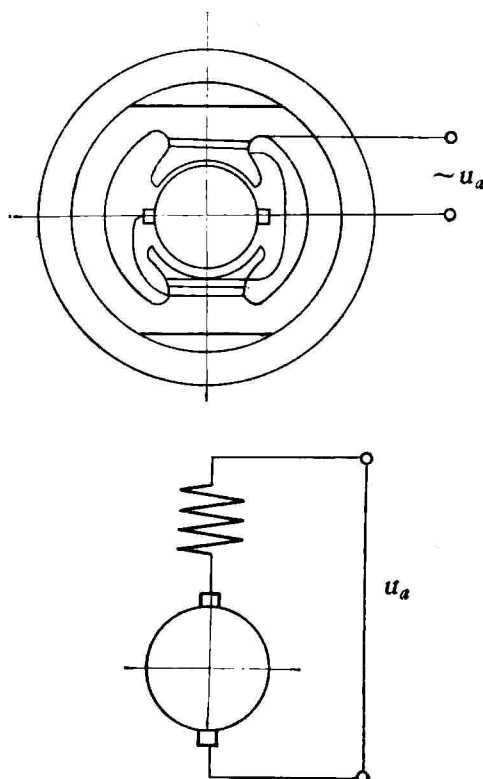


图7 电机工作原理图

其作用原理是建立在电磁感应定律和电磁力定律的基础之上的。由交流电网供电后,激磁绕组产生主磁通 ϕ , 在电枢绕组中建立起磁感强度为 B 的磁场。则通有电流 i 的电枢受磁场的作用力。由电磁力定律

$$f = Bil$$

f 是长度为 l 通过电流 i 的一根导线在磁场中所受之机械力。该力作用于电枢的每一根导线。使电枢产生旋转力矩。另外,电枢旋转时,其导线切割磁力线,产生感生电势 e , 由电磁感应定律:

$$e = Blv,$$

式中 v 为导线的线速度, 即

$$Bl = \frac{e}{v}$$

则

$$\frac{e}{v} = \frac{f}{i}$$

$$\therefore ei = fv$$

此式即表明电动机将电功率 ei 转换为机械功 fv 。从中还可以看出来,只要增加电功率,即提高电压电流,其输出的机械功亦增加,也就是转矩转速增加。但在实际上不能无限制的提高功率,因为漆包线、炭刷、换向器、矽钢片等都有一定的使用范围。

交流整流子电机的转矩的平均值

$$M = c \frac{\phi_B m}{\sqrt{2}} I_a C_{00} (\psi + \rho)$$

串激整流子式电机电枢电流 I_a 与激磁电流 I_B 相位相同(见图 8), 即 $\psi = 0$, 而并激电机由于激磁绕组电感甚大, 故激磁电流 I_B 与电枢电流 I_a 间有一很大的相位差 ϕ 。由电机转矩公式中可以看出, 在 ϕ_B 、 I_a 相同的情况下, 串激电机的转矩比并激电机大得多。这就是采用串激激磁的主要根据。

(3) 电气计算

基本数据: 输出功率 1 瓩, 电压 110 伏, 转速 18,000 转/分。

计算主要根据选择的气隙磁感强度 β_g 和电枢的线负荷 AW 两个参数, 计算电枢直径 D ,

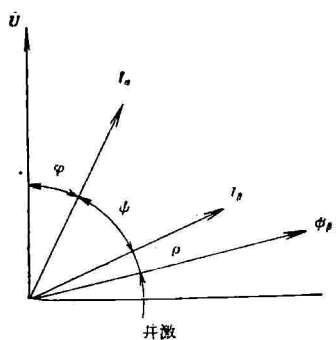
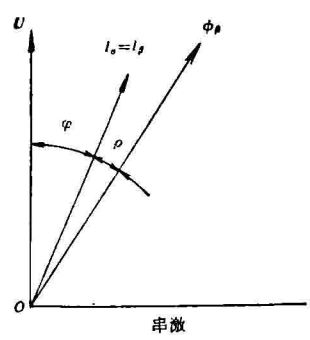


图 8 电机主磁通与电压、电流向量关系

长度 l , 电枢绕组的匝数和线径, 激磁绕组的匝数和线径, 换向器, 电刷的尺寸等。这种电机计算误差较大, 只能做参考, 还要根据实验修改。计算过程从略。

(4) 机械结构

结构形式: 电机为立式。实际上是一电机-测速发电机组。图 9 上部为电机, 下部为测速发电机。转子由电机轴、换向器, 电枢组成。定子用螺钉固定在机壳上, 并可以绕轴线旋转, 以调整磁极与碳刷的相对位置。测速发电机轴与电机轴用螺纹联接。测速发电机转子, 风扇被螺母锁紧在测速发电机轴上。压帽压紧弹簧使碳刷与换向器之间保持一定的压力。测速发电机壳连同定子和盖用螺栓固定在电机壳上。

冷却方式: 采用自冷冷却。风扇从进气口吸入冷空气。冷空气的大部分沿风罩经过电机壳下端的圆弧状长孔吹向换向器。另一部分冷空气经过测速发电机吹向换向器, 如图 9 箭头所示。空气吹过换向器以后, 再吹过电机的气隙, 从排气孔排出热空气。这种冷却方式的冷

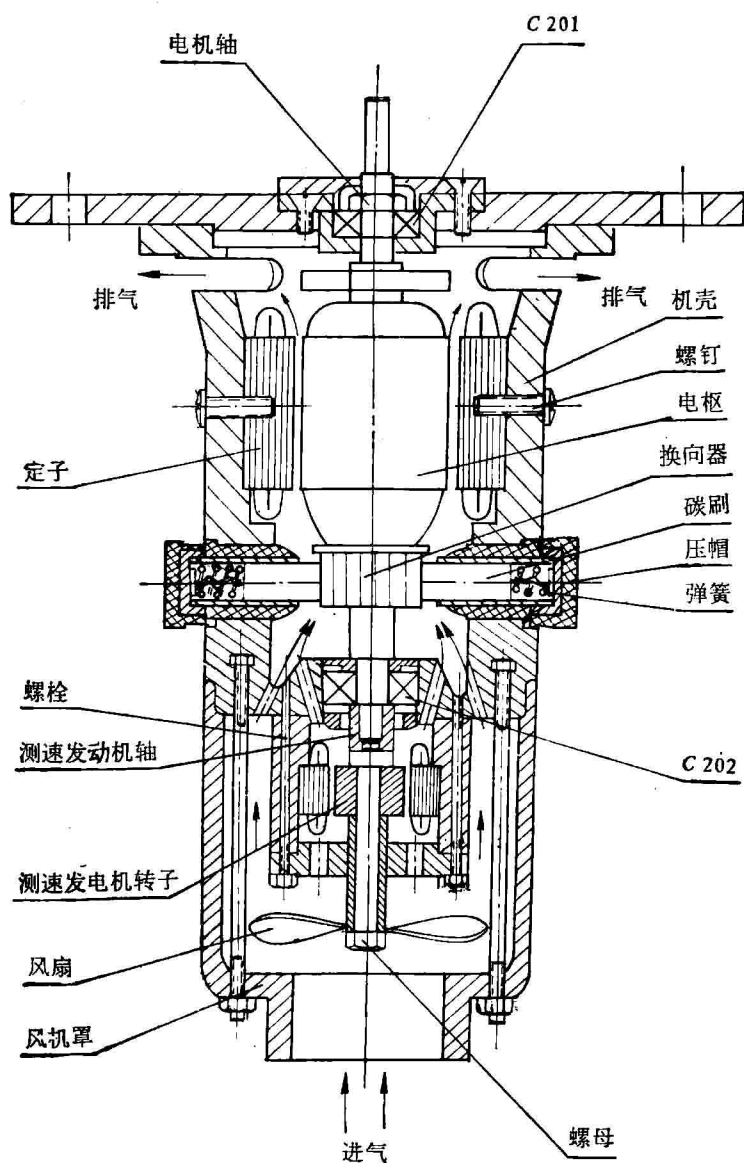


图 9 电机结构

却效果很好,电机满载运转时温升低于 40°C 。缺点是要损失一些电机功率。我们曾经做过试验,以外部风扇代替电机风扇冷却,带 8×50 毫升离心头满载运转时,速度可提高 500 转/分。

2. 离心头和离心管

目前只有两种离心头,都是角头。其参数见表 1。

离心头经过动平衡试验,精度达到 1 微米。

表 1

容量 (毫升)	转速 (转/分)	离心加速度 (G)	离心管倾角 (度)	材料
8×50	18,000	38,100	30°	超硬铝合金
6×250	12,000	23,000	30°	超硬铝合金

为了保证安全,超速离心机转头需要进行爆炸试验。而对于 20,000 转/分以下的高速转头,从材料强度角度来看是不成问题的。但是考虑到因检查不到的材料的内部缺陷而可能出

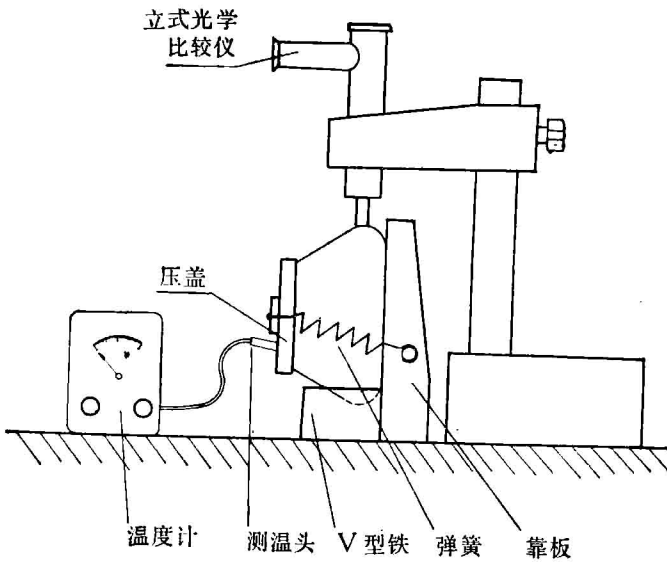


图 10 离心头膨胀试验装置

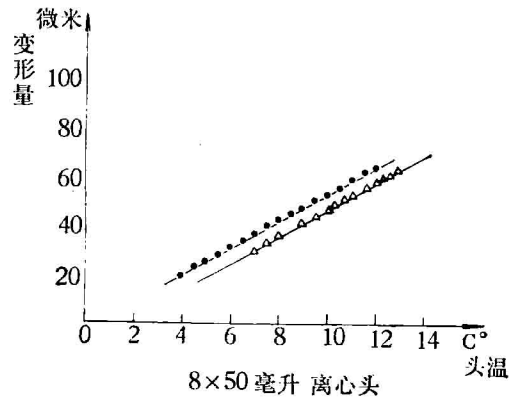
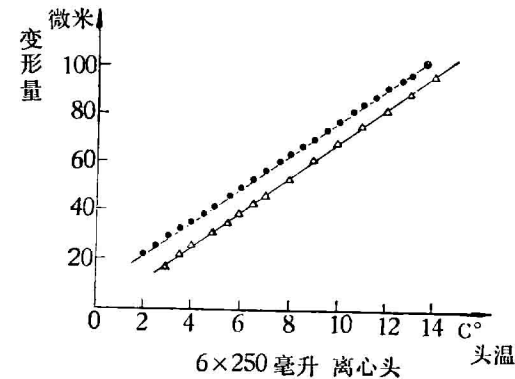


图 11 离心头变形-温度曲线

▲——基准曲线，●——离心后曲线
 最高转速 18,000 转/分
 最高离心加速度 $38,100 \times G$
 容量 8×50 毫升及 6×250 毫升
 离心头于最高转速时最低温度 0—4°C

现的意外危险，我们对离心头做了变形试验。这是基于头的材料为变形铝合金，在受力断裂之前，必然要经过弹性变形和塑性变形阶段。

实验装置如图 10。弹簧借助于压盖使离心头与靠板和 V 型铁靠紧。通过压盖上的孔将半导体温度计测温头插入离心头的一个孔中，测量离心头的温度，同时通过立式光学比较仪，观测离心头直径的变化。

测量方法与步骤：这种测量是一种相对测量。以未经过运转的离心头直径对温度的变化曲线为基准，再把经过离心后的离心头直径对温度的变化曲线与基准曲线比较，即可判断离心头经离心后有无永久变形产生。

对测量结果的分析：我们用这种方法对 8×50 毫升角头和 6×250 毫升角头进行了测试，测试结果如图 11 所示。离心后的曲线与基准线不一致，这是测量时环境温度变化所致。

将测量结果加以校正，则两条曲线即可很好的重合，说明没有塑性变形。

四、主要性能

第一台高速离心机已使用二年多。试验样品主要是生物样品，有枝原体，线粒体，大肠杆菌

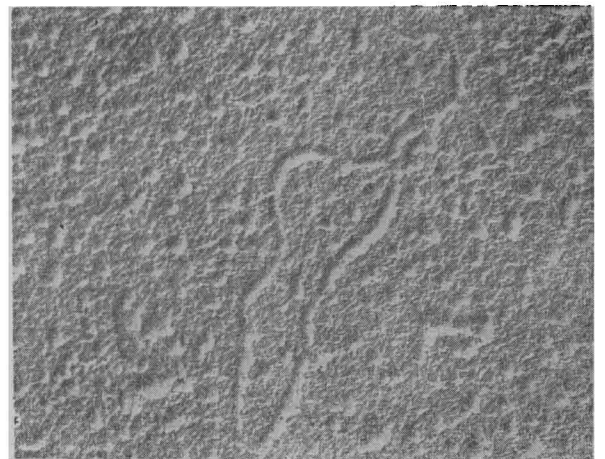


图 12 大肠杆菌菌质体
 PSE101 58,500×

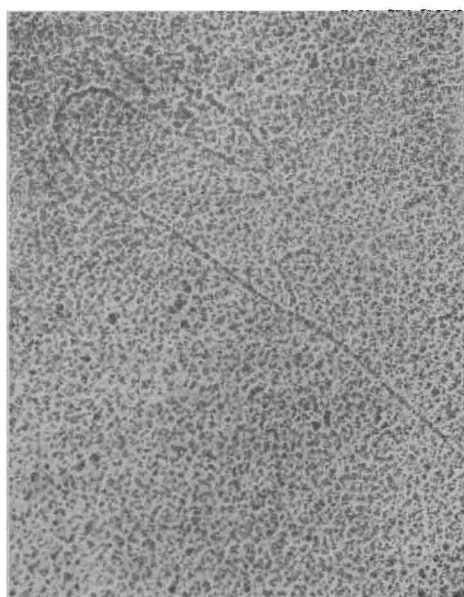


图 13 家猪肝脏线粒体
DNA23000×

菌质体,酶制剂等,另外还试验一些非生物样品如大豆磷脂等。使用转速一般均在 10,000 转/分以上,温度 0—4℃ 左右,从试用情况来看,基本上达到了同类外国产品的分离指标。

例如,制备大肠杆菌质体(图 12),转速 17,000 转/分,离心 1.5 小时,在盛夏长时间运转,腔温不超过 6℃。又如用 6 × 250 毫升离心头,11,000 转/分离心 10 分钟制备猪心线粒体,生物指标如 ATP 酶活力,ATP-P 交换,产量等均达到文献水平。从这种线粒体制备的线粒体 DNA 电镜照片,见图 13。

仪器由于研制时间仓促及其它原因,还有不少地方有待改进。温度控制与指示要改进,电机火花偏高,噪音较大,离心室的高度下降一些更便于操作。

[本文于 1979 年 3 月 15 日收到]

科技消息

一个简便、微量的滴定方法

方法很简单即是以微量注射器代替滴定管,以点滴板代替三角瓶。这样无论样品或试剂都可以节约至少 100 倍,特别对分析珍贵样品适用。现以 NaCl 浓度的测定为例说明。

按常规方法用 Mohr 方法滴定 Cl^- : 取样品 0.2—1 毫升加适量的蒸馏水(10 毫升)后,以 5% K_2CrO_4 做指示剂(0.5 毫升),用标定过的硝酸银做标准液,在摇动三角瓶下滴到 Ag_2CrO_4 的红色不消失为终点。现改用微量注射器代替滴定管吸取一定量的 AgNO_3 (经标定)一般用 10 微升,50 微升,100 微升的微量注射器吸到指定刻度。在点滴板的每个穴加入 100 微升蒸

馏水,50 微升 K_2CrO_4 ,以微量注射器加入 1—100 微升的样品,最小的微量注射器有 0.5 微升,必要时也可采用。一手慢慢推进微量注射器(Ag_2NO_3),一手用细玻璃棒搅拌,直到红色不消失为止,读取所消耗的 Ag_2NO_3 微升数进行计算,所滴加量几乎可以任意的小,所以所得结果至少和常规结果一样准确。

此法唯一的问题是现用微量注射器的针头和推进杆是不锈钢制的,对强腐蚀性试剂不适用,我想如用耐酸碱材料(如聚四氟乙烯)代替不锈钢,就会更广泛地被采用。

(生物物理研究所二室韩复生)

广谱抗病毒药物聚肌胞苷推广生产

中国科学院生物物理研究所二室自 1970 年以来开展了对核酸类药物聚肌胞 (poly I:C) 的研制和临床应用的研究工作。其结果进一步证明 poly I:C 是一种具有广谱抗病毒作用的干扰素诱导剂。

为使这项科研成果得以交流和推广,经中国科学院一局批准,于 1978 年 8 月在广州召开了有三十多个单位参加的总结和交流会。

今年以来,在党的三中全会精神鼓舞下,该室又派

出科研人员在江门甘化厂建立生产基地。在研究、技术人员与工人、干部的共同努力下,使这项科研成果中型试验成功,并有所提高。特别是合成 poly I 和 poly C 所必需的大肠杆菌多核苷酸磷酸化酶 (PNPase) 的提取纯化工作又创出了新的经验,为 poly I:C 能够在工厂大规模生产开辟了新的途径。

(生物物理所二室供稿)