(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 102628847 A
(43)申请公布日 2012.08.08

(21)申请号 201210086892.2

(22)申请日 2012.03.28

(71)申请人 上海北裕分析仪器有限公司
地址 上海市宝山区月新南路822号230室

(72)发明人 陈凡 卢文武 茅闻婧 李明
徐君宇

(74)专利代理机构 上海精晟知识产权代理有限公司 31253
代理人 何新平

(51)Int.Cl.
G01N 31/00(2006.01)
G01N 21/31(2006.01)

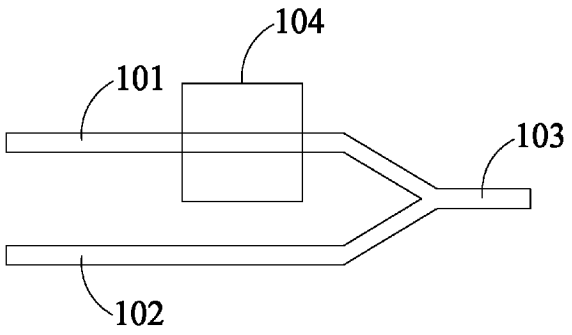
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54)发明名称

一种氨氮快速氧化方法及其装置

(57)摘要

本发明公开了一种氨氮快速氧化方法及其装置，涉及分析仪器技术领域。针对现有的氨氮氧化方法耗时长，操作步骤繁琐，且没有专用的氨氮氧化装置的问题。方法：a、将氨氮溶液预热；b、加入氧化剂将氨氮氧化为亚硝酸盐氮。装置：它包括一氨氮溶液输送支管、一氧化剂输送支管、一分别与氨氮溶液输送支管和氧化剂输送支管相通并用于输出亚硝酸盐氮反应物的容器；氨氮溶液输送支管输出端设有一加热器，用于将氨氮溶液预加热。本发明尤其适用于在利用气相分子光谱法测定氨氮含量，对溶液中的氨氮进行的氧化预处理。



CN 102628847 A

1. 一种氨氮快速氧化方法，其步骤如下：

a、将氨氮溶液预热；

b、向经步骤 a 预热后的氨氮溶液中迅速加入氧化剂，所述氧化剂瞬间将溶液中的氨氮氧化为亚硝酸盐氮。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于：所述步骤 b 中的氧化剂为次溴酸盐。

3. 根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于：所述步骤 a 中氨氮溶液预热后的温度为 18℃～ 100℃。

4. 根据权利要求 3 所述的方法，其特征在于：所述氨氮溶液的预热后温度为 60℃～ 70℃。

5. 一种应用权利要求 1 至 4 任一权项所述方法的氨氮快速氧化装置，其特征在于它包括：

一氨氮溶液输送支管；

一氧化剂输送支管；

一分别与所述氨氮溶液输送支管和所述氧化剂输送支管相通并用于输出亚硝酸盐氮反应物的容器；

所述氨氮溶液输送支管输出端设有一加热器，用于将所述氨氮溶液预加热。

6. 根据权利要求 5 所述的装置，其特征在于：所述加热器为水浴加热器、油浴加热器或电加热器。

7. 根据权利要求 5 所述的装置，其特征在于：所述氧化剂为次溴酸盐。

8. 根据权利要求 5 所述的装置，其特征在于：所述氨氮溶液的预热后温度为 18℃～ 100℃。

一种氨氮快速氧化方法及其装置

技术领域

[0001] 本发明涉及分析仪器技术领域，尤其涉及一种氨氮快速氧化方法及其装置。

背景技术

[0002] 气相分子吸收光谱法（以下简称 GPMAS）是基于被测成分所分解成的气体对光的吸收强度与被测成分浓度的关系遵守比耳定律这一原则来进行定量测定的，根据吸收波长的不同，也可以确定被测成分而进行定性分析。气相分子吸收光谱仪是基于 GPMAS 原理，通过化学反应将液相样品中的待测成分转化为气体，使气体从液相样品中分离出来并载入测量系统测定气体的含量，最后计算出样品中待测成分浓度的设备。其主要用于测定氨氮、硫化物、凯氏氮、总氮、硝酸盐、亚硝酸盐、亚硫酸盐、氯离子、高锰酸盐指数等。

[0003] 在利用气相分子吸收光谱仪测定氨氮指数时，需要通过次溴酸盐氧化剂将氨氮氧化为亚硝酸盐氮（亚硝酸盐氮是水体中含氮有机物进一步氧化，在变成硝酸盐过程中的中间产物），然后才能进行测定。根据中华人民共和国国家环保部环境标准方法 HJ/T 195-2005（第 3 页第 2 行）记载，氨氮水样在加入次溴酸盐氧化剂之后，需要在 18℃以上室温氧化 20min 后才能测定。如果遇到低温天气，环境温度小于 18℃时，就必须使用恒温水浴辅助加热。因此该标准中描述的氨氮氧化方法不但耗时很长，而且操作步骤繁琐，工作效率低下。此外，相关的文献中也没有专用的氨氮氧化装置的记载。

发明内容

[0004] 针对现有的氨氮氧化方法耗时长，操作步骤繁琐，且没有专用的氨氮氧化装置的问题，本发明的目的是提供一种操作方便快捷的氨氮快速氧化方法及其装置。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案中氨氮氧化方法的步骤如下：

[0006] a、将氨氮溶液预热；

[0007] b、向经步骤 a 预热后的氨氮溶液中迅速加入氧化剂，所述氧化剂将溶液中的氨氮氧化为亚硝酸盐氮。

[0008] 优选地，所述步骤 b 中的氧化剂为次溴酸盐。

[0009] 所述步骤 a 中氨氮溶液预热后的温度为 18℃～ 100℃。

[0010] 优选地，所述氨氮溶液的预热后温度为 60℃～ 70℃。

[0011] 另外，本发明还提供了一种氨氮快速氧化装置它包括：

[0012] 一氨氮溶液输送支管；

[0013] 一氧化剂输送支管；

[0014] 一分别与所述氨氮溶液输送支管和所述氧化剂输送支管相通并用于输出亚硝酸盐氮反应物的容器；

[0015] 所述氨氮溶液输送支管输出端设有一加热器，用于将所述氨氮溶液预加热。

[0016] 所述加热器为水浴加热器、油浴加热器或电加热器。

[0017] 进一步地，所述氧化剂为次溴酸盐。

[0018] 进一步地，所述氨氮溶液的预热后温度为 18℃～ 100℃。

[0019] 本专利的效果在于：

[0020] 一、本发明的氨氮氧化方法，对氧化前的氨氮溶液进行了预热，预热后的氨氮溶液与次溴酸盐快速反应生成亚硝酸盐氮溶液，节约了氨氮氧化的时间，从标准中要求的 20min 减少到几乎瞬间实现；

[0021] 二、本发明实现了氨氮的在线氧化，减少了分析步骤，避免使用恒温水浴等辅助手段，操作更快捷方便；

[0022] 三、本发明的氧化装置结构简单，操作灵活，且可方便地与其它分析仪器联用，实现气相分子吸收光谱仪测定、比色测定及其它检测等。

附图说明

[0023] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步说明；

[0024] 图 1 为实施例二的结构示意图；

[0025] 图 2 为实施例三的结构示意图；

[0026] 图中标号说明：

[0027] 101- 氨氮溶液输送支管 102- 氧化剂输送支管

[0028] 103- 输送总管 104- 加热器

[0029] 105- 氨氮溶液输送支管 106- 氧化剂输送支管

[0030] 107- 水浴 / 油浴加热器 108- 反应瓶

具体实施方式

[0031] 实施例一：本实施例的氨氮快速氧化方法步骤如下：

[0032] a、将氨氮水样进行预热，预热后溶液温度范围为 18℃～ 100℃；

[0033] b、向经步骤 a 预热后的氨氮水样中迅速加入次溴酸盐氧化剂，将水样中的氨氮立刻氧化为亚硝酸盐氮。

[0034] 氨氮是指水中以游离氨 (NH_3) 和铵离子 (NH_4) 形式存在的氮。本实施例的氧化方法中，氨氮水样被加热到一定温度后，次溴酸盐几乎是在瞬间即可完成氨氮的氧化，从标准中要求的 20min 减少到几乎瞬间实现，从而节约了氨氮氧化时间。

[0035] 优选地，氨氮预热温度为 60℃～ 70℃，经过大量试验发现温度太低时，达不到瞬间氧化需要的温度，而温度过高时，又会加速氧化剂的分解，导致氧化能力降低。

[0036] 通过如下实验数据说明上述问题：用 2mg/L 氨氮溶液为实验对象，氧化剂用量控制为刚好能氧化 60μg 的氨氮，分析氧化率的变化情况。氧化率定义为：实际测定被氧化氨氮总量除以理论被氧化的氨氮总量。

[0037] 表一：

[0038]

温度区间（℃）		0~17	18~40	41~59	60~70	71~80	81~100
氧化率（%）	氧化后立刻测定	5~8	10~60	60~98	99~99	99~85	85~72
	5 分钟后测定	10~20	30~80	80~98	99~99	99~85	85~72
	10 分钟后测定	15~30	50~85	95~99	99~99	99~85	85~72
	20 分钟后测定	16~32	80~95	99~99	99~99	99~85	85~72
	30 分钟后测定	20~48	80~99	99~99	99~99	99~85	85~72

[0039] 从表一可以看出：60℃～70℃温度区间时氨氮的氧化效率为 99%，从分析要求上可以认为是完全氧化（考虑实验本身的误差因素），能满足一般实验室的分析要求。但是一旦温度超过 70℃，由于氧化剂受热分解，导致能氧化的氨氮量减少，温度过高时氧化效率反而降低，温度 80℃时，氧化效率反而降低为 85%，说明氧化剂已经被部分分解失效。

[0040] 实施例二：结合图 1 说明本实施例的氨氮氧化装置，它包括一氨氮溶液输送支管 101、一氧化剂输送支管 102、一分别与氨氮溶液输送支管 101 和氧化剂输送支管 102 相通的输送总管 103，用于输出亚硝酸盐氮反应物，加热器 104 设置在氨氮溶液输送支管 101 上，用于将氨氮溶液预加热。当氨氮溶液在氨氮溶液输送支管 101 中经过加热器 104 时被其加热，加热后的氨氮溶液与氧化剂输送支管 102 中的次溴酸盐溶液在输送总管 103 中混合，并快速发生氧化反应生成亚硝酸盐氮，完成氨氮溶液的氧化。本实施例中的加热器 104 为水浴加热器、油浴加热器或者发明专利号 CN 200910049514.5，授权公告号 CN101551323B，名称为一种气相分子吸收光谱仪的技术方案中所披露的加热装置。

[0041] 实施例三：结合图 2 说明本实施例的氨氮氧化装置，它包括一氨氮溶液输送支管 105、一氧化剂输送支管 106、一分别与氨氮溶液输送支管 105 和氧化剂输送支管 106 相通的水浴 / 油浴加热器 107。氨氮溶液输送支管 105 的输出端位于反应瓶 108 中，氧化剂输送支管 106 的输出端位于反应瓶 108 中。水浴 / 油浴加热器 107 底部装有电加热管，上部装有温度传感器，电加热管和温度传感器分别与装在水浴 / 油浴加热器 107 外部的自动控温仪相接，用于自动控制水浴或油浴的加热温度。另外，也可以在反应瓶 108 内部直接安装电加热管，上部装有温度传感器，电加热管和温度传感器分别与装在反应瓶 108 外部的自动控温仪相接，用于自动控制反应瓶 108 内部溶液的加热温度。本领域技术人员应该认识到，上述的具体实施方式只是示例性的，是为了使本领域技术人员能够更好的理解本专利内容，不应理解为是对本专利保护范围的限制，只要是根据本专利所揭示精神所作的任何等同变更或修饰，均落入本专利保护范围。

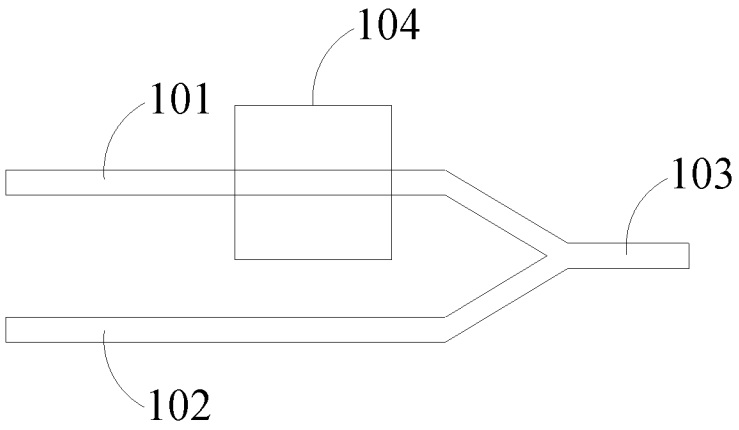


图 1

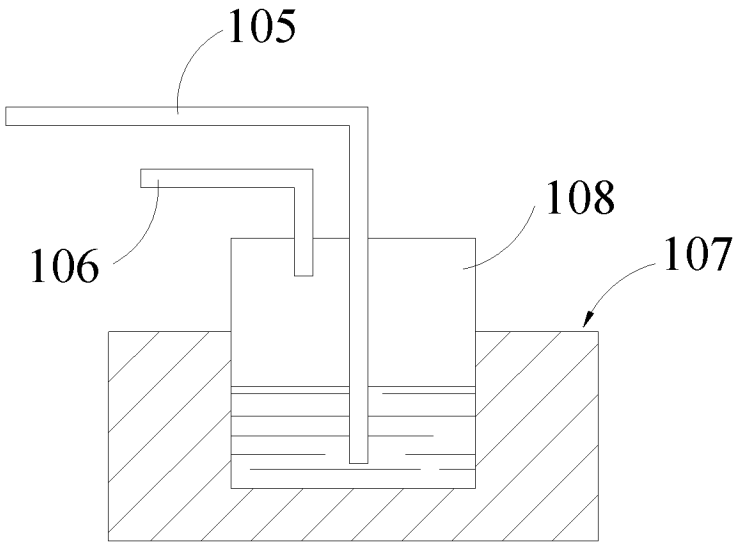


图 2