



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103091262 B

(45) 授权公告日 2015. 03. 25

(21) 申请号 201110345310. 3

(22) 申请日 2011. 11. 04

(73) 专利权人 中国科学院电子学研究所
地址 100190 北京市海淀区北四环西路 19 号

(72) 发明人 祁志美 要彦清 夏善红

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任
公司 11021

代理人 周国城

(51) Int. Cl.

G01N 21/31(2006. 01)

G01N 21/78(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101226153 A, 2008. 07. 23, 说明书第 5 页
第 5-7 行, 说明书附图 1.

JP 昭 57-196147 A, 1982. 12. 02, 摘要, 说明

书附图 1.

CN 2574048 Y, 2003. 09. 17, 全文.

CN 101393197 A, 2009. 03. 25, 全文.

CN 101236157 A, 2008. 08. 06, 说明书第 2-6
页, 图 1 至图 6.

JP 特开 2000-266677 A, 2000. 09. 29, 全文.

王建伟等. 水中 NH₃-N 的流动注射在线分
析. 《环境科学与技术》. 2006, 第 29 卷 (第 4 期),
第 40 页左栏第 2 段, 图 1.

审查员 顾竹君

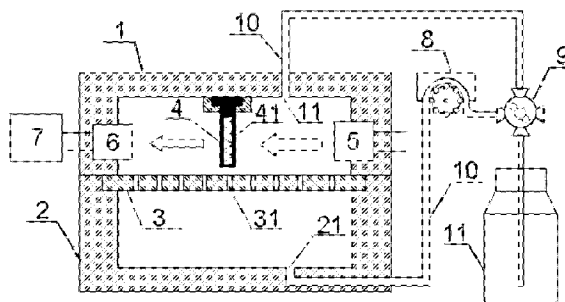
权利要求书 3 页 说明书 6 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种小型化光学式水质氨氮检测装置及测试
方法

(57) 摘要

本发明公开了一种小型化光学式水质氨氮检测装置及测试方法, 涉及水质检测技术, 其中: 气液分离单元包括一碗状水槽、一槽盖、一蠕动泵、一四通阀、及连接导管; 蠕动泵的一端口经第一连接导管连接水槽, 另一端口经第二连接导管连接四通阀一端口; 光学检测单元包括一气室、至少一光源、至少一光探测器、至少一氨气敏感元件; 光源位于气室内侧壁, 光探测器位于气室另一内侧壁, 与光源正对; 氨气敏感元件位于光源和光探测器中间, 上端固接于气室内顶壁, 在光源的光路上, 使光源光垂直透过氨气敏感元件后被光探测器接收; 信号处理芯片输出端电连接于后续设备。本发明装置结构简单, 体积小, 测试范围宽, 氨气敏感元件可重复使用, 适合现场快速检测。



1. 一种小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,包括一气液分离单元,一光学检测单元,一信号处理芯片;其中:

气液分离单元包括一碗状水槽、一槽盖、一蠕动泵、一四通阀、及连接导管;蠕动泵的一端口经第一连接导管连接水槽,另一端经第二连接导管连接四通阀一端口;

光学检测单元包括一气室、至少一光源、至少一光探测器、至少一氨气敏感元件;光源位于气室内侧壁,光探测器位于气室另一内侧壁,与光源正对;氨气敏感元件位于光源和光探测器中间,上端固接于气室内顶壁,在光源的光路上,使光源光垂直透过氨气敏感元件后被光探测器接收;

水槽在下、气室在上,水槽开口与气室开口密封对接,中间水平固设槽盖,槽盖上设有多个微小通孔,使水槽和气室内的气体可以相互扩散;

四通阀的另三个端口一个连接气室,一个连接导液管,一个悬空备用;导液管另一端与待测水样或添加液容器相通连,用于把待测水样或添加液注入、排出水槽;

水槽底壁上开有一通孔,通孔与第一连接导管的一端密封连接,第一连接导管的另一端与蠕动泵一端口密封连接,蠕动泵另一端经第二连接导管与四通阀一端口密封连接;

光探测器输出与外部的信号处理芯片输入端电连接,信号处理芯片输出端电连接于后续设备。

2. 如权利要求1所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述气室由金属或黑色塑料不透光材料制成;水槽、槽盖和四通阀由有机玻璃或聚四氟乙烯耐碱材料制成;其中,槽盖使用不透光材料。

3. 如权利要求1所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述氨气敏感元件,包括不透光夹具或透光且遇氨气发生颜色变化的敏感膜片,不透光夹具的两夹臂中心各开有一个通孔,两通孔相对,氨气敏感膜片平整地置于两夹臂中间凹槽内,并完全遮住两夹臂上的通孔;

不透光夹具两夹臂上开的通孔,分别正对光源、光探测器,使光源光经相对的通孔穿过氨气敏感膜片后,照射在光探测器接收端。

4. 如权利要求1或3所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述氨气敏感膜片,为多孔结构,用多孔玻璃、多孔滤纸或多孔聚合物制作,孔内有可与氨气在常温常压下反应变色的化学物质;聚苯胺、百里酚蓝或溴百里酚蓝。

5. 如权利要求1所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述添加液,为浓度不低于1摩尔/升的NaOH或KOH水溶液。

6. 如权利要求1或3所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述气室内顶壁上开有一通孔,通孔经第三连接导管与四通阀一端口密封连接,使气室内的空气通过四通阀和蠕动泵被往复泵入水槽内;气室内侧壁上设有凹槽,以固定光源、光探测器,光源和光探测器穿过气室壁的电连接处用胶密封;气室内顶壁上设有固定座,氨气敏感元件的不透光夹具上端位于固定座中固接,氨气敏感元件垂直向下,位于光源的光路上。

7. 如权利要求1所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述蠕动泵为双向蠕动泵。

8. 如权利要求1所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其特征在于,所述导液管,为硅橡胶或聚四氟乙烯材料制作,用于注入和排出待测水样或添加液;调节四通阀并开启蠕

动泵后；正向转动时，待测水样或添加液能被注入水槽；反转时，蠕动泵使待测水样或添加液排出水槽。

9. 如权利要求 1 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置，其特征在于，所述光源，其发射波长位于氨气敏感元件变色后产生的吸收光谱范围内；光探测器，为对光源发出的光敏感的光电二极管或光电池，该探测器的输出电信号与照射在光探测器上的光强度呈线性关系。

10. 如权利要求 1 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置，其特征在于，在同一气室内，设置一光学检测通道和一光学参比通道，光学检测通道由一光源、一光探测器和一氨气敏感元件组成；光学参比通道由一光源、一光探测器、和一参比元件组成；参比元件与氨气敏感元件结构相同，区别仅在于参比元件的多孔膜片孔内没有添充可与氨气反应变色的化学物质而敏感元件的多孔膜片孔内添充有可与氨气反应变色的化学物质；对光学参比通道的光探测器输出信号和光学检测通道的光探测器输出信号进行差分测量。

11. 如权利要求 1 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置，其特征在于，在同一气室内，设置多个光源、多个光探测器、多个氨气敏感元件，每一光源、一光探测器、一氨气敏感元件构成一个光学检测通道，由此构成多个光学检测通道，每个检测通道的氨气敏感元件中的敏感膜片厚度不同，由此扩展检测装置对水质氨氮的测量范围，实现多精度、多量程检测。

12. 如权利要求 1 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置，其特征在于，所述蠕动泵和四通阀在采用手动取液代替自动取液的情况下可用一微型气泵取代；微型气泵进气口经第一连接导管与气室内顶壁通孔密封连接，微型气泵出气口与经第三连接导管与水槽底壁通孔密封连接；气室内的空气通过微型气泵被往复泵入水槽内；手动取液使用注射器完成，注液时，将第一连接导管与气室内顶壁通孔分离，然后将注射器针头穿过气室内顶壁通孔和槽盖微孔将待测水样或添加液注入水槽内，之后快速移去注射器及针头并将第一连接导管与气室内顶壁通孔密封连接。

13. 一种如权利要求 1 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置的检测方法，其特征在于，流程为：

步骤 A) 制作氨氮浓度的标准数据库；

步骤 B) 调节四通阀，开启蠕动泵正向旋转，向水槽内泵入一体积为 1 至 8 毫升的待测水样，然后切换四通阀使气室内气体泵入水槽；

步骤 C) 给光探测器、信号处理芯片及后续设备供电，在开启光源前采集装置的背景信号；

步骤 D) 开启光源，并监测光源光透过氨气敏感元件后的光强变化直到光探测器输出信号不再随时间变化为止；

步骤 E) 切换四通阀将体积为 1 至 5 毫升且浓度不低于 1 摩尔 / 升的 NaOH 水溶液的添加液泵入水槽，使得水槽中液体的 pH 值大于 11，然后再次切换四通阀使气室内气体泵入水槽，同时连续采集光探测器输出信号；

步骤 F) 当观测到光探测器信号不再随时间变化后停止测试，然后切换四通阀并使蠕动泵反向旋转以便排出水槽中的液体；

步骤 G) 当水槽中的液体被彻底排出后，切换四通阀让外界空气在蠕动泵驱动下从气

室的气孔进入气室,使氨气敏感元件得以回复,或者分离气室与水槽,让氨气敏感元件暴露到空气中自动回复,以便下次使用;

步骤 H) 把测得的结果进行处理后与步骤 A) 制作的标准数据库数据进行比较,以获得待测水样中的氨氮浓度。

一种小型化光学式水质氨氮检测装置及测试方法

技术领域

[0001] 本发明涉及水质检测技术领域,是一种小型化光学式水质氨氮检测装置,能够对待测水样中的氨氮含量进行现场快速准确测定。

背景技术

[0002] 水中氨氮主要以游离氨和铵盐两种形式存在,其主要来源为生活污水中含氮有机物受微生物作用的分解产物、某些工业废水,如制革业废水、焦化废水和合成氨化肥厂废水、农田排水、养殖水中过剩饲料和鱼、虾大量排泄物的累积及过度施肥等。此外,在无氧环境中,水中存在的亚硝酸盐亦可受微生物作用,还原为氨。

[0003] 水中氨氮的危害性大。游离氨是引起水生生物毒害的主要因素,其毒性比铵盐大几十倍,并随水体碱性的增强而增大。氨氮毒性与水体 pH 值及水温有密切关系,一般情况,温度和 pH 值愈高,毒性愈强。关于游离氨的毒性作用一般认为非游离氨渗入生物体内,降低血液的载氧能力,使生物呼吸机能下降,其主要侵袭机体粘膜,其次是神经系统。除此之外,氨氮作为水体营养盐污染物,在水体中含量较高时会导致水质恶化,生态系统失衡,引发富营养化危害。导致藻类和微生物的大量繁殖,水中的溶解氧过度消耗,复氧速率明显小于耗氧效率,最终导致鱼类大量的死亡,甚至出现湖泊的干涸灭亡。

[0004] 由于氨氮的上述危害,对工业废水、生活污水、地下水、水库水厂江河湖泊等水体中进行氨氮含量的现场快速准确检测十分重要。根据水中氨氮含量的即时数据以采取相应的措施,确保江河湖泊以及企业废水排放的氨氮含量在安全指标以内。目前,水质氨氮测定的方法主要有纳氏试剂比色法,水杨酸-次氯酸盐比色法、氨气敏电极法、中和滴定法,气相分子吸收光谱法,氨气回收测定法。其中前两种方法已成为《国家环境保护标准》水质中氨氮测定的标准方法。可是,这些现有氨氮检测方法仍然存在缺陷。例如,纳氏试剂比色法、水杨酸-次氯酸盐比色和中和滴定法使用试剂较多,操作繁琐,水样需预处理,测试时间长,不适合现场快速检测等不足之处,而且前两种比色法还需使用大型分光光度计;氨敏电极法虽然不需水样预处理,但电极结构复杂,稳定性差,易受干扰,需要频繁校准;气相分子吸收光谱法需要使用价格昂贵的光谱仪,而且需要较长的光路以保证较高灵敏度,因此不易于检测仪器的小型化和便携式,从而使得这方种法不适合现场检测;氨气回收测定法利用纯水吸收水样碱化释放的氨气,然后添加酸碱指示剂测定纯水吸收氨气后的吸光度,这种方法也存在操作繁琐,设备复杂等缺点。除了上述常规的检测方法外,近年来还出现了用于水质氨氮检测的试剂条和试剂盒,这些简易方法虽然检测速度快,但准确性差,不适合定量测定。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种小型化光学式水质氨氮检测装置,结构简单、操作简便、体积小、重量轻、便于携带、灵敏度高、量程宽,可取代现有同类大型设备,实现对不同水环境的氨氮含量的现场快速准确测定。

[0006] 为实现上述目的,本发明的技术解决方案是:

[0007] 一种小型化光学式水质氨氮检测装置,其包括一气液分离单元,一光学检测单元,一信号处理芯片;其中:

[0008] 气液分离单元包括一碗状水槽、一槽盖、一蠕动泵、一四通阀、及连接导管;蠕动泵的一端口经第一连接导管连接水槽,另一端经第二连接导管连接四通阀一端口;

[0009] 光学检测单元包括一碗状气室、至少一光源、至少一光探测器、至少一氨气敏感元件;光源位于气室内侧壁,光探测器位于气室另一内侧壁,与光源正对;氨气敏感元件位于光源和光探测器中间,上端固接于气室内顶壁,在光源的光路上,使光源光垂直透过氨气敏感元件后被光探测器接收;

[0010] 水槽在下、气室在上,水槽开口与气室开口密封对接,中间水平固设槽盖,槽盖上设有多个微小通孔,使水槽和气室内的气体可以相互扩散;

[0011] 四通阀的另三个端口一个连接气室,一个连接导液管,一个悬空备用;导液管另一端与待测水样或添加液容器相通连,用于把待测水样或添加液注入、排出水槽;

[0012] 光探测器输出与外部的信号处理芯片输入端电连接,信号处理芯片输出端电连接于后续设备。

[0013] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述气室由金属、黑色塑料的不透光材料制成;水槽、槽盖和四通阀由有机玻璃、聚四氟乙烯耐碱材料制成,其中,槽盖使用不透光材料。

[0014] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述氨气敏感元件,包括不透光夹具、透光且遇氨气发生颜色变化的敏感膜片,不透光夹具的两夹臂中心各开有一个通孔,两通孔相对,氨气敏感膜片平整地置于两夹臂中间凹槽内,并完全遮住两夹臂上的通孔;

[0015] 不透光夹具两夹臂上开的通孔,分别正对光源、光探测器,使光源光经相对的通孔穿过氨气敏感膜片后,照射在光探测器接收端。

[0016] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述氨气敏感膜片,为多孔结构,用多孔玻璃、多孔滤纸或多孔聚合物其中之一制作,孔内有可与氨气在常温常压下反应变色的化学物质:聚苯胺、百里酚蓝、溴百里酚蓝其中之一。

[0017] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述添加液,为浓度不低于1摩尔/升的NaOH或KOH水溶液。

[0018] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述水槽底壁上开有一通孔,通孔与第一连接导管的一端密封连接,第一连接导管的另一端与蠕动泵一端口密封连接,蠕动泵另一端经第二连接导管与四通阀一端口密封连接。

[0019] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述气室内顶壁上开有一通孔,通孔经第三连接导管与四通阀一端口密封连接,使气室内的空气通过四通阀和蠕动泵被往复泵入水槽或气室内;气室内侧壁上设有凹槽,以固定光源、光探测器,光源和光探测器穿过气室壁的电连接处用胶密封;气室内顶壁上设有固定座,氨气敏感元件的不透光夹具上端位于固定座中固接,氨气敏感元件垂直向下,位于光源的光路上。

[0020] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述蠕动泵,为双向蠕动泵。

[0021] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述导液管,为硅橡胶或聚四氟乙烯材料制作,用于注入和排出待测水样或添加液;调节四通阀并开启蠕动泵后,正向转动时,

待测水样或添加液能被注入水槽,反转时,蠕动泵使待测水样或添加液排出水槽。

[0022] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所述光源,其发射波长位于氨气敏感元件变色后产生的吸收光谱范围内;光探测器,为对光源发出的光敏感的光电二极管或光电池,该探测器的输出电信号与照射在光探测器上的光强度呈线性关系。

[0023] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其同一气室内,设置一光学检测通道和一光学参比通道,光学检测通道由一光源、一光探测器和一氨气敏感元件组成,光学参比通道由一光源、一光探测器、和一参比元件组成,参比元件与氨气敏感元件结构相同,区别仅在于参比元件的多孔膜片孔内没有添充可与氨气反应变色的化学物质而敏感元件的多孔膜片孔内添充有可与氨气反应变色的化学物质。对光学参比通道的光探测器输出信号和光学检测通道的光探测器输出信号进行差分测量。

[0024] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其同一气室内,设置多个光源、多个光探测器、多个氨气敏感元件,每一光源、一光探测器、一氨气敏感元件构成一个光学检测通道,由此构成多个光学检测通道,每个检测通道的氨气敏感元件中的敏感膜片厚度不同,由此扩展检测装置对水质氨氮的测量范围,实现多精度、多量程检测。

[0025] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置,其所属蠕动泵和四通阀在采用手动取液代替自动取液的情况下可以被一微型气泵取代。微型气泵进气口经第一连接导管与气室内顶壁通孔密封连接,微型气泵出气口与经第三连接导管与水槽底壁通孔密封连接。气室内的空气通过微型气泵被往复泵入水槽内。手动取液使用注射器完成。注液时,将第一连接导管与气室内顶壁通孔分离,然后将注射器针头穿过气室内顶壁通孔和槽盖微孔将待测水样或添加液注入水槽内,之后快速移去注射器及针头并将第一连接导管与气室内顶壁通孔密封连接。

[0026] 所述的小型化光学式水质氨氮检测装置的检测方法,其流程为:

[0027] 步骤 A) 制作氨氮浓度的标准数据库;

[0028] 步骤 B) 调节四通阀,开启蠕动泵正向旋转,向水槽内泵入一体积为 1 至 8 毫升的待测水样,然后切换四通阀使气室内气体泵入水槽;

[0029] 步骤 C) 给光探测器、信号处理芯片及后续设备供电,在开启光源前采集装置的背景信号;

[0030] 步骤 D) 开启光源,并监测光源光透过氨气敏感元件后的光强变化直到光探测器输出信号不再随时间变化为止;

[0031] 步骤 E) 切换四通阀将体积为 1 至 5 毫升且浓度不低于 1 摩尔/升的 NaOH 水溶液的添加液泵入水槽,使得水槽中液体的 pH 值大于 11,然后再次切换四通阀使气室内气体泵入水槽,同时连续采集光探测器输出信号;

[0032] 步骤 F) 当观测到光探测器信号不再随时间变化后停止测试,然后切换四通阀并使蠕动泵反向旋转以便排出水槽中的液体;

[0033] 步骤 G) 当水槽中的液体被彻底排出后,切换四通阀让外界空气在蠕动泵驱动下从气室的气孔进入气室,使氨气敏感元件得以回复,或者分离气室与水槽,让氨气敏感元件暴露到空气中自动回复,以便下次使用;

[0034] 步骤 H) 把测得的结果进行处理后与步骤 A) 制作的标准数据库数据进行比较,以获得待测水样中的氨氮浓度。

[0035] 本发明的优点在于：所属小型化光学式水质氨氮检测装置结构简单，制作容易，操作简便，体积小，重量轻，便于携带，灵敏度高，量程宽，探测下限低，抗干扰能力强，水样不需预处理，氨气敏感元件可重复使用，适合于对河流、湖泊、水库、工厂废水、生活污水、车站、水处理厂等水环境的氨氮含量进行现场快速检测。

附图说明

[0036] 图 1 为本发明的一种小型化光学式水质氨氮检测装置的结构示意图；

[0037] 图 2 为本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置使用的氨气敏感元件在组合前和组合后的示意图；

[0038] 图 3 为利用本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置测得的在不同浓度氯化铵水溶液样品下的吸光度随时间的变化曲线；

[0039] 图 4 为利用本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置测得的吸光度与被测水样的氯化铵浓度（或氮含量）的关系；

[0040] 图 5 为利用本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置在手动注液的方式下由微型气泵取代蠕动泵和四通阀组合体后测得的在不同浓度氯化铵水溶液样品下的吸光度随时间的变化曲线。

具体实施方式

[0041] 本发明的一种小型化光学式水质氨氮检测装置，是通过利用光学方法在密闭空间中探测待测水样在强碱化条件下释放的氨气浓度来获取水样中的氨氮含量。该装置主要包括一气液分离单元，一光学检测单元和一信号处理芯片。

[0042] 图 1 为本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置的结构示意图，图 2 为本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置使用的氨气敏感元件在组合前和组合后的示意图。图中，1 为气室，11 为气室通孔，2 为水槽，21 为水槽通孔，3 为槽盖，31 为槽盖通孔，4 为氨气敏感元件，41 为敏感膜片，42 为不透光夹具，43 为夹具通孔，5 为光源，6 为光探测器，7 为信号处理芯片，8 为蠕动泵，9 为四通阀，91 至 94 分别为四通阀的四个端口，10 为连接导管，11 为溶液瓶。

[0043] 本发明检测装置的气液分离单元由水槽 2、槽盖 3、双向蠕动泵 8、四通阀 9 以及连接导管 10 组成，光学检测单元由气室 1 和设置在气室 1 内的单个或多个光学式氨气探测通道组成。每一探测通道包括光源 5、光探测器 6 和氨气敏感元件 4，光源 5 发出的光垂直透过氨气敏感元件 4 后被光探测器 6 接收。每一探测通道的光探测器 6 输出端与信号处理芯片 7 电连接。水槽 2 置于气室 1 下方并且两者密封对接，中间设有槽盖 3。水槽 2 和气室 1 内的气体可以通过槽盖 3 上开设的微小通孔 31 相互扩散；水槽 2 的内底面开设的通孔 21 与蠕动泵 8 的一端口密封连接，用于液体或气体的注入和排出；蠕动泵 8 的另一端口与四通阀端口 92 密封连接；四通阀端口 91 与气室通孔 11 密封连接，端口 93 连接输液管，用于把溶液瓶 11 内的待测水样或氢氧化钠添加液注入水槽 2，也可把水槽 2 内的废液排出到溶液瓶 11 中；四通阀端口 94 悬空备用。

[0044] 本发明检测装置所使用的氨气敏感元件 4 由不透光夹具 42 和透光的氨气敏感膜片 41 组成，不透光夹具 42 中心开设通孔 43，氨气敏感膜片 41 平整地置于不透光夹具 42 中

间,并完全遮住通孔 43。氨气敏感膜片 41 为多孔结构,如多孔玻璃、多孔滤纸和多孔聚合物等,孔内设置有可与氨气在常温常压下反应变色的化学物质,如聚苯胺、百里酚蓝、溴百里酚蓝等。

[0045] 以下实施例描述了本发明小型化光学式水质氨氮检测装置的一种典型应用方式和操作程序:

[0046] 1、氨气敏感元件 4 的制备:

[0047] 在本实例中所制备的氨气敏感膜片 41 由多孔玻璃纤维圆片制作而成,所选用的多孔玻璃纤维圆片直径为 10mm,厚度为 1mm。用无水酒精配制 4g/L 的溴百里酚蓝 (BTB) 溶液,使用移液器取 150 微升 BTB 溶液滴加在多孔玻璃纤维圆片上,使其全部润湿,放置在遮光处自然干燥后,按图 2 所示方法安置在夹具 42 中间形成氨气敏感元件 4,该元件被设置在气室 1 的检测通途上备用。

[0048] 2、水样氨氮检测:

[0049] 本实施例使用图 1 所示的小型化光学式水质氨氮检测装置,其中光源 5 采用波长为 $625 \pm 5\text{nm}$ 的发光二极管,光探测器 6 采用带有前置放大电路的硅光电二极管芯片,信号处理芯片 7 为市售高精度数据采集卡。

[0050] 用去离子水配制 100mg/L 的 NH_4Cl 溶液,然后再用去离子水稀释成不同浓度 (0.01mg/L-10mg/L) 的溶液,用作待测水样。用去离子水配制 1mol/L 的 NaOH 溶液作为添加液。

[0051] 测试时,调节四通阀 9,并开启蠕动泵 8,向水槽 2 内泵入 8 毫升待测水样,切换四通阀 9 使气室 1 内的气体循环泵入水槽 2,然后给光探测器 6、信号处理芯片 7 及后续设备供电,在开启光源 5 之前采集 5 分钟数据,得到背景光强度 (I_a);开启光源 5,观测到光探测器输出信号稳定后采集一分钟数据,得到起始光强度 (I_0);切换四通阀 9 将 2 毫升 NaOH 添加液泵入水槽 2,再次切换四通阀 9 使气室 1 内的气体循环泵入水槽 2,并连续采集光探测器 6 的输出信号 (I_s),测试时长为 1 小时。根据测得的透射光强度 (I_s) 随时间的变化计算出不同时刻的吸光度。吸光度 (A) 定义为:

$$[0052] \quad A = -\log\left(\frac{I_s - I_a}{I_0 - I_a}\right)$$

[0053] 测试结束后,切换四通阀 9 并使蠕动泵 8 反向旋转以排出水槽 2 中的液体。当水槽 2 中的液体被彻底排出后,泵入 10ml 纯水清洗水槽 2,然后将水泵出水槽 2,之后切换四通阀 9 让外界空气在蠕动泵 8 的驱动下从气室气孔 11 进入气室 1 使氨气敏感元件 4 得以回复,或者分离气室 1 与水槽 2,让氨气敏感元件 4 暴露到空气中自动回复,以便下次使用。

[0054] 图 3 为利用图 1 所示的检测装置分别在八种氯化铵浓度下测得的吸光度随时间的变化曲线。在加入 NaOH 之前,氨气敏感膜片 41 对波长为 625nm 的光的吸收几乎为零,因此吸光度接近于零;在加入 NaOH 之后,水样释放的氨气与敏感膜片 41 中设置的氨敏试剂反应生成蓝色物质,使敏感膜片 41 对波长为 625nm 的光产生强烈吸收,因此吸光度开始升高直至气室 1 中氨气浓度不再变化。图 4 为利用本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置测得的吸光度与被测水样的氯化铵浓度 (或氮含量) 的关系,从图中可以看出当氯化铵浓度大于 1 毫克 / 升时,在给定时刻测得的吸光度与水样氯化铵浓度 (或氨氮浓度) 成良好的线性关系,该实验曲线可用作标准数据库数据。在测试待分析水样氨氮浓度时,将采集得到的

同一时刻 t 的吸光度值与图 4 的标准数据作比较,即可获知待测水样中的氨氮浓度。

[0055] 上述实施例中的数据是通过采用自动注液方式取得的。除自动注液方式外,本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置还可采用手动注液方式进行测量。当采用手动注液方式时,装置中的蠕动泵和四通阀组合体被一微型气泵取代,并利用普通注射器完成注液。图 5 为利用本发明的小型化光学式水质氨氮检测装置在手动注液方式下测得的在不同浓度氯化铵水溶液下的吸光度随时间的变化曲线。在这两次测试中向水槽中注入的氯化铵水溶液样品体积相同(4 毫升),但浓度不同(一个为 1 毫克/升,另一个为 2 毫克/升)。注入的添加液体积和浓度完全相同,都为 1 毫升浓度为 1.5 摩尔/升的 NaOH 水溶液。从图 5 中可以看出在相同时刻的吸光度随着氯化铵浓度的增大而增大。在相同条件下测试其他浓度的氯化铵水溶液样品所对应的吸光度随时间变化曲线,由此制作标准数据库。然后对未知的待测水样进行测试,并将测试结果与标准数据库中的数据作对比,由此获得待测水样的氨氮浓度或含量。

[0056] 本发明的一种小型化水质氨氮检测装置,结构简单,制作容易,操作简便,体积小,重量轻,便于携带,灵敏度高,量程宽,探测下限低,抗干扰能力强,水样不需预处理,氨气敏感元件可重复使用,适合于对河流、湖泊、水库、工厂废水、生活污水、水站、水处理厂等水环境的氨氮含量进行现场快速检测。据我们调研所知,本发明的一种小型化水质氨氮检测装置,目前尚未报道。

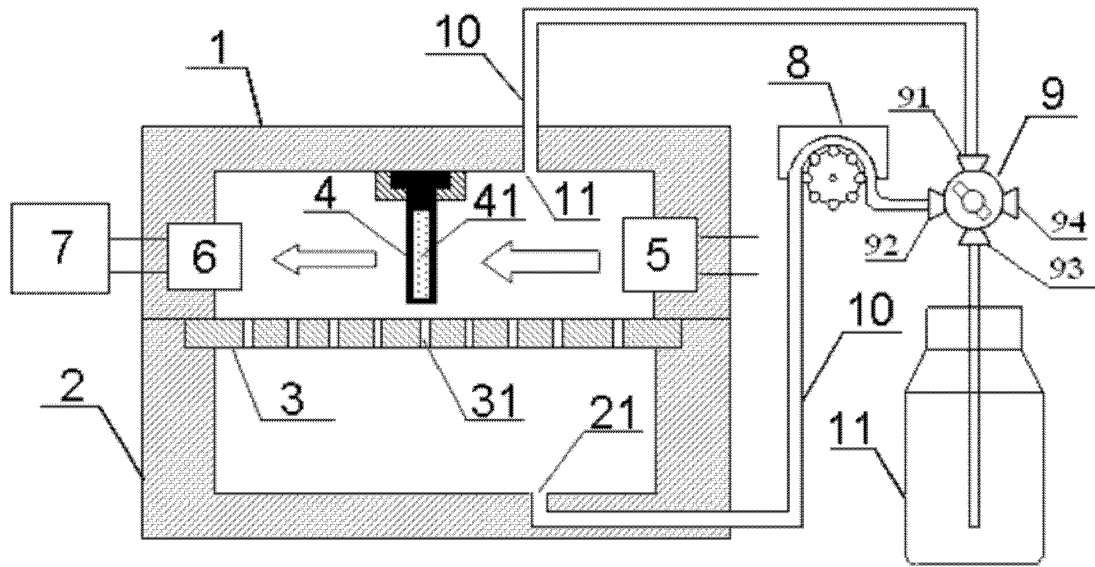


图 1

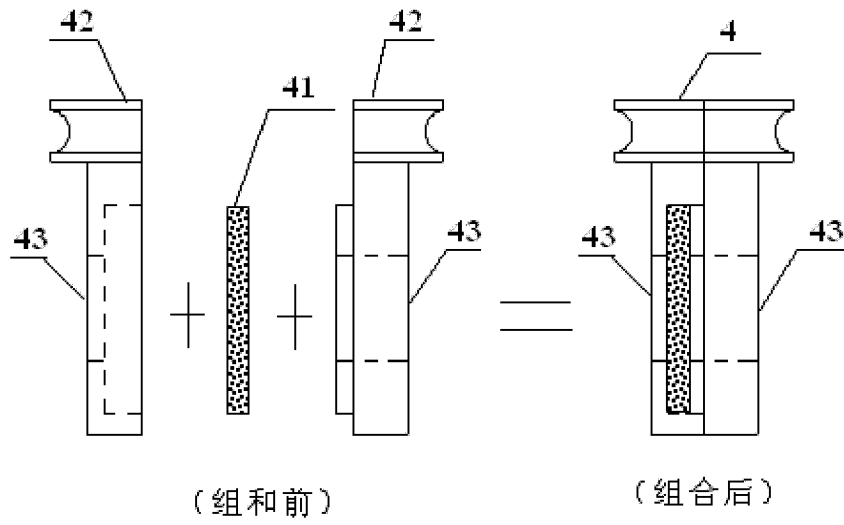


图 2

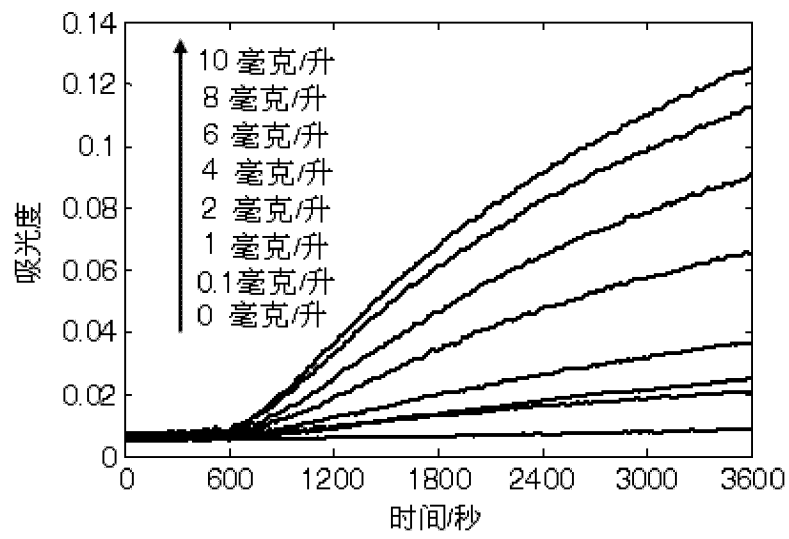


图 3

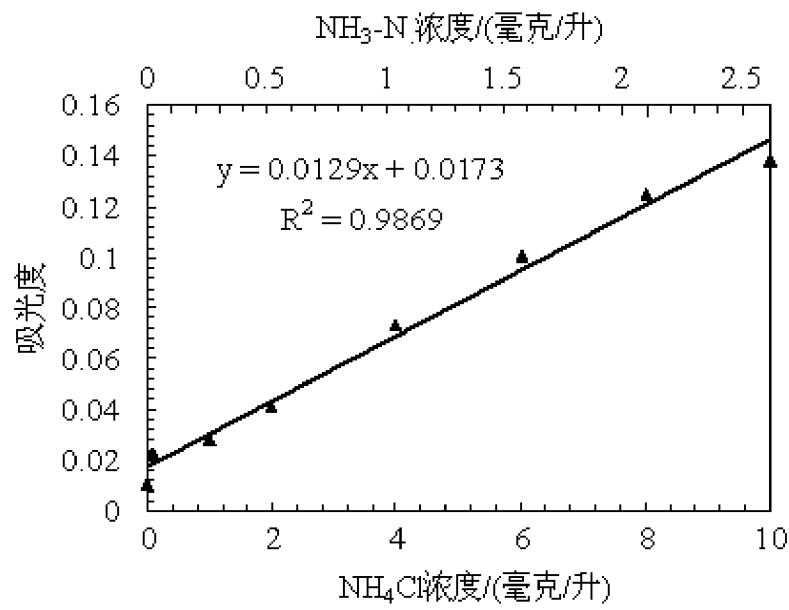


图 4

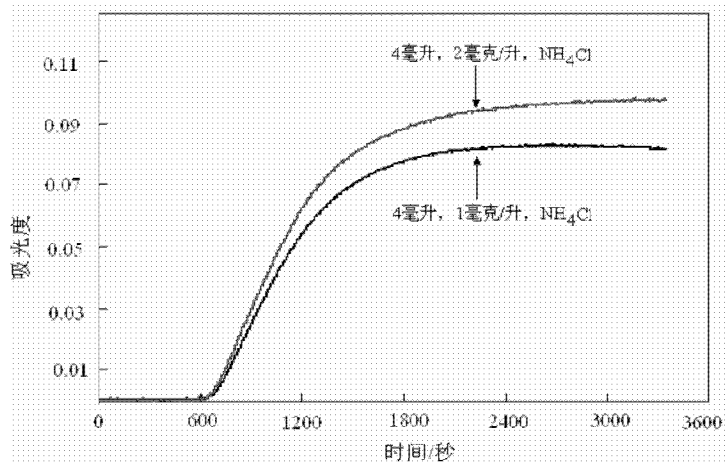


图 5