



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111272534 A

(43)申请公布日 2020.06.12

(21)申请号 202010198241.7

(22)申请日 2020.03.19

(71)申请人 水利部南京水文自动化研究所
地址 210000 江苏省南京市雨花台区铁心桥街95号

(72)发明人 毛春雷 熊陈 张卫 符伟杰
孙奕 杨博玥 周晓泉 徐海峰
房灵常

(74)专利代理机构 南京众联专利代理有限公司
32206
代理人 叶涓涓

(51)Int.Cl.
G01N 1/44(2006.01)

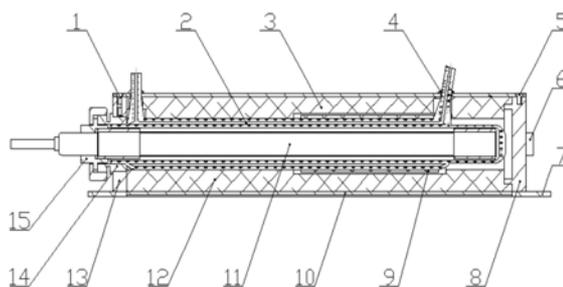
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

一种水质总磷消解装置及方法

(57)摘要

本发明提供了水质总磷的消解装置,包括消解管、紫外光源、加热部件,消解管具有中心空腔,其一端具有管口,消解管管壁为双层结构,内外管壁之间具有环形薄层消解腔,消解管上具有水样进出口,水样进出口与消解腔连通;紫外光源设置在中心空腔中;加热部件包裹在消解管外管壁外侧。本发明装置采用双空腔结构,反应充分,效率高,消解装置对总磷的消解效率在98.9%以上。本发明提供的消解方法采用185nm超短紫外线、氧化剂、热能以及向消解管中鼓入空气的方式对水样进行联合消解。本发明提供的装置与方法简化了总磷消解过程,其装置也更紧密精巧,实现了总磷消解装置的小型化、低功耗以及自动化,为总磷在线监测提供了有力的技术支持。



1. 一种水质总磷的消解装置,其特征在于:包括消解管、紫外光源、加热部件,所述消解管具有中心空腔,其一端具有管口,消解管管壁为双层结构,内外管壁之间具有环形薄层消解腔,所述消解管上具有水样进出口,所述水样进出口与消解腔连通;所述紫外光源设置在中心空腔中;所述加热部件包裹在消解管外管壁外侧。

2. 根据权利要求1所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:所述消解管外壁涂有紫外光反射层。

3. 根据权利要求1所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:所述加热部件外还设置有保温材料。

4. 根据权利要求1所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:所述加热部件采用柔性加热片。

5. 根据权利要求1所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:还包括外壳,所述外壳设置在消解装置最外层,外壳一端设置有密封件,紫外光源管线自密封件中穿出,密封件用于封闭外壳一端阻止紫外光泄露。

6. 根据权利要求5所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:所述密封件为方变圆密封圈,其圆形端设置在外壳内,方形端露出于外壳外,用于连接灯脚线插座。

7. 根据权利要求1所述的水质总磷的消解装置,其特征在于:还包括三台蠕动泵、反应池、控制电路,三台蠕动泵分别与消解管水样进出口连接分别送入水样、消解试剂和空气,反应池与消解管水样进出口连接以排出消解反应完成后的消解液,反应池与消解管水样进出口之间的通路上设置有电磁液阀,控制电路用于控制各电子元件。

8. 一种水质总磷的消解方法,其特征在于:采用如权利要求1-7中任意一项所述的水质总磷的消解装置对水样中的总磷进行消解。

9. 一种水质总磷的消解方法,其特征在于:消解所用消解试剂为硫酸和过硫酸钾的混合溶液,过硫酸钾的含量为50g/L,硫酸的含量为30%;消解试剂和水样的进样比例为1:20;消解温度为80℃-95℃,消解时间为5-15min;紫外光源波长为185nm。

10. 根据权利要求8或9所述的水质总磷的消解方法,其特征在于:消解过程中蠕动泵向消解管进样口鼓入空气。

一种水质总磷消解装置及方法

技术领域

[0001] 本发明属于水环境监测技术领域,具体涉及一种水质总磷的消解装置及方法。

背景技术

[0002] 总磷是指水体中各种形式磷的总和,包括有机磷和无机磷,是水体富营养化程度的重要污染特征因子,是评价水质的重要指标之一。近年来,由于人为或自然的因素,其在江河湖库等水域中的逐渐富集,引起了水环境不断恶化,因此对水环境中总磷的实时监测尤为重要。

[0003] 国标(GB11893-1989)方法中对总磷进行消解,氧化剂为过硫酸钾或者硝酸-高氯酸,消解需要在高温(120℃)、高压(0.1MPa)的条件下进行,过程复杂、耗时耗能。其他研究较多的消解方法有微波消解、超声消解等。微波和超声消解都需要专用的高功耗设备,存在系统体积大、功耗高的问题,不适合应用于总磷的在线监测中。

[0004] 专利201510233033.5提出了一种水质总磷的消解方法及装置,不需要添加氧化剂,采用短波长的紫外光和热能对总磷进行联合消解。但该方案采用螺旋形的消解管,流量低,导致总磷的消解时间偏长(30-60min),若将该方法应用在总磷在线分析仪中,总磷的监测时间会变长,这对总磷的快速检测很不利。此外经过研究,该方法的总磷消解效率偏低,无法满足总磷监测时日益提高的消解效率要求。

发明内容

[0005] 为解决上述问题,本发明公开了一种水质总磷的消解方法及装置,采用具有环形薄层空腔的消解管,配合采用185nm超短紫外线、氧化剂、热能以及向消解管中鼓入空气的方式对水样进行联合消解,简化了总磷消解过程,缩短消解时间。

[0006] 为了达到上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0007] 一种水质总磷的消解装置,包括消解管、紫外光源、加热部件,所述消解管具有中心空腔,其一端具有管口,消解管管壁为双层结构,内外管壁之间具有环形薄层消解腔,所述消解管上具有水样进出口,所述水样进出口与消解腔连通;所述紫外光源设置在中心空腔中;所述加热部件包裹在消解管外管壁外侧。

[0008] 进一步的,所述消解管外壁涂有紫外光反射层。

[0009] 进一步的,所述加热部件外还设置有保温材料。

[0010] 进一步的,所述加热部件采用柔性加热片。

[0011] 进一步的,消解管上还设置有溢流口。

[0012] 进一步的,还包括外壳,所述外壳设置在消解装置最外层,外壳一端设置有密封件,紫外光源管线自密封件中穿出,密封件用于封闭外壳一端阻止紫外光泄露。

[0013] 进一步的,所述密封件为方变圆密封圈,其圆形端设置在外壳内,方形端露出于外壳外,用于连接灯脚线插座。

[0014] 进一步的,还包括三台蠕动泵、反应池、控制电路,三台蠕动泵分别与消解管水样

进出口连接分别送入水样、消解试剂和空气,反应池与消解管水样进出口连接以排出消解反应完成后的消解液,反应池与消解管水样进出口之间的通路上设置有电磁液阀,控制电路用于控制各电子元件。

[0015] 本发明还提供了一种水质总磷的消解方法,所述消解方法使用以上所述的水质总磷消解装置对水样中的总磷进行消解。

[0016] 进一步的,消解所用消解试剂为硫酸和过硫酸钾的混合溶液,过硫酸钾的含量为50g/L,硫酸的含量为30%;消解试剂和水样的进样比例为1:20;消解温度为80℃-95℃,消解时间为5-15min;;紫外光源波长为185nm。

[0017] 进一步的,消解过程中蠕动泵向消解管进样口鼓入空气。

[0018] 与现有技术相比,本发明具有如下优点和有益效果:

[0019] 本发明装置采用环形薄层结构的消解腔,并在消解管内部设置紫外灯对外侧环形薄层水样进行照射,反应充分,效率高,消解装置对总磷的消解效率在98.9%以上。本发明提供的消解方法采用185nm超短紫外线、氧化剂、热能以及向消解管中鼓入空气的方式对水样进行联合消解。本发明提供的装置与方法简化了总磷消解过程,其装置也更紧密精巧,实现了总磷消解装置的小型化、低功耗以及自动化,为总磷在线监测提供了有力的技术支持。

附图说明

[0020] 图1为本发明提供的总磷消解装置的剖视结构示意图。

[0021] 图2为本发明的总磷消解装置的三维俯视示意图。

[0022] 图3为消解管剖视结构示意图。

[0023] 图4为外壳立体结构示意图。

[0024] 图5为方变圆密封圈的剖视结构示意图。

[0025] 图6为采用消解装置进行总磷消解整体连接示意图。

[0026] 附图标记说明:

[0027] 1-紧定螺钉,2-消解管,3-上保温棉,4-护线圈,5-装配固定螺钉,6-尼龙防水圈,7-底板,8-右挡板,9-加热膜,10-底封板,11-紫光灯,12-下保温棉,13-左挡板,14-灯托,15-方变圆密封圈,16-灯脚线插座,17-出线管,18-外壳,19-空腔,20-消解腔,21-水样进出口,22-溢流口,23-管口,24-第一蠕动泵,25-第二蠕动泵,26-第三蠕动泵,27-反应池,28-两通电磁液阀。

具体实施方式

[0028] 以下将结合具体实施例对本发明提供的技术方案进行详细说明,应理解下述具体实施方式仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。

[0029] 如图1-5所示的一种水质总磷的消解装置,包括消解管2、紫外光源11、加热部件9,消解管为双空腔结构。具体的说,其中消解管整体为圆筒形,其内具有可容纳紫外光源的中心空腔19。如图3所示,消解管一端封闭,一端管口23处可供紫外灯管放入。消解管用于使进入其中的水样和试剂发生消解反应,紫外光源用于发出紫外光照射所述水样。如图3所示,消解管管壁为双层,内外管壁之间具有环形薄层消解腔20,从而令进入消解腔中的水样形成薄层分布,由于紫外光源11设置在内壳中,环形薄层水样能够受到紫外光源充分照射。消

解管的两端分别具有水样进出口21和溢流口22,进出口21分别与消解腔连通。水样自进出口21进入消解腔进行消解,待消解完成后,水样再从进出口21流出。进出口21和溢流口22都有护线圈4,用以柔性过渡。

[0030] 本例中紫外光源为低压蒸汽汞灯,其波长为185nm。消解管为石英管,其内部空腔直径为19.5mm,环形消解腔容积约为60mL。石英管外壁涂有紫外光反射层,可以有效增加紫外线照射量。该紫外光反射层优选为镀银层。

[0031] 加热部件9包裹在消解管外管壁外,用于对消解管内的水样进行加热处理,为了起到更好的包裹效果,加热部件应采用柔性加热片,如加热膜。温度传感器紧贴在加热片的表面,以实现温度控制。

[0032] 在加热部件外还包裹有保温材料,保温材料优先选择硬质保温棉或者岩棉。如图1所示,保温材料包括上保温棉3和下保温棉12。

[0033] 如图2、图4所示,消解管外设置有长方形外壳18,外壳一端通过装配固定螺钉5安装有右挡板8,另一端通过紧定螺钉1安装有左挡板13。右挡板8上设置有尼龙防水圈6,内部加热膜的电源线从尼龙防水圈穿出,同时防止有水分进入。紫外灯灯脚从消解管管口23处伸出,左挡板与灯脚之间设置有灯托14,用于保护紫外灯。灯脚与壳体交界处设置有方变圆密封圈15,如图5所示,该密封圈设置在外壳外的一端为方形,用于与灯脚线插座外形相适应,设置在外壳内的一端为圆形,与灯管外形相适应,密封圈采用橡胶材质,可有效隔断整个消解装置内部与外部的接触,有效防止紫外光泄露出来。灯托14和方变圆密封圈15外设置有出线管17。紫光灯灯脚插入方变圆密封圈圆孔内,灯脚线穿过出线管17后插入方变圆密封圈方孔里,并与灯脚线插座16孔连接。

[0034] 上述水质总磷的消解装置安装步骤如下:1.把加热膜包裹到消解管上;2.将上保温棉和下保温棉包裹到消解管外围并放置到底封板上;3.将紫光灯灯脚插入方变圆密封圈的圆孔里,再将灯脚线按照正确的方向穿过出线管,再插到方变圆密封圈方孔里,并与灯脚线插座孔对上,这样可避免盲插;4.将紫光灯组件放入消解管中间的空腔内,左挡板和右挡板按照机械配合放置左右,套上外壳;5.安装好所有螺钉,最后旋上出线管。拆卸,即反之。

[0035] 基于上述水质总磷消解装置对水样中的总磷进行消解。如图6所示,通过两台蠕动泵分别向消解管进样口送入水样和消解试剂,消解过程中通过另一台蠕动泵向消解管进出口鼓入空气,促进总磷的消解。具体的说,第一蠕动泵24向消解管送入水样,第二蠕动泵25向消解管送入消解试剂,第三蠕动泵26向消解管送入空气。反应池27与消解管水样进出口连接以确保消解反应完成后的消解液可流入反应池。反应池与消解管水样进出口之间的管路上设置有两通电磁液阀28,在消解未完成前,电磁液阀关闭,消解完成后,电磁液阀打开,消解液通过进出口自流入反应池。消解所用消解试剂为硫酸和过硫酸钾的混合溶液,过硫酸钾的含量为50g/L,硫酸的含量为30%。消解试剂和水样的进样比例为1:20。消解温度为80℃-95℃,消解时间为5-15min。各泵机、加热部件、紫外光源、温度传感器、两通电磁液阀等元件均由控制电路进行控制。

[0036] 消解过程如下:

[0037] 低压汞灯在仪器接通电源时就处于打开状态,两通电磁液阀关闭,控制电路按照设定的程序驱动第二蠕动泵25顺时针转动7s时间抽取2mL消解试剂沿着进样管路由消解装置的进样口进到消解管中,接着第一蠕动泵顺时针转动22s时间抽取40mL水样同样由消解

装置的进样口进到消解管中,试剂和水样在消解管内发生混合。

[0038] 混合液完全进入到消解装置后,包裹在消解管上的加热膜开始工作,将消解管中的混合液体加热到80℃,此时第三蠕动泵开始启动并计时,以10mL/min的流量向消解管内鼓入空气,10min后两通电磁液阀打开,消解液由消解管的进样口流向反应池,消解管中的液体经过40s后全部流到反应池中,两通电磁液阀关闭,整个消解步骤完成。

[0039] 实施数据:依据国标《水质总磷的测定钼酸铵分光光度法》(GB11893-1989)和《地表水质量标准》(GB3838-2002),以β-甘油磷酸钠为总磷标志物,配制代表I-V类地表水的总磷溶液,浓度分别为0.1、0.2、0.3、0.4mg/L,考虑到高浓度水样检测的需要,配制1.0、2.0mg/L的溶液,研究该消解方法对不同浓度总磷的消解效率。具体实验条件为:消解温度80℃,消解时间10min(温度到80℃消解开始计时),鼓入空气的流量为10mL/min,消解试剂和水样的进样比例为1:20,通过事先拟定的标准曲线计算消解液中的总磷含量,得到对应的消解效率分别99.97%、99.92%、99.25%、99.81%、99.05%、98.96%,从以上数据可以看出,该消解装置对总磷的消解效率不低于98.9%,能够满足实验室对总磷的检测要求。

[0040] 本发明方案所公开的技术手段不仅限于上述实施方式所公开的技术手段,还包括由以上技术特征任意组合所组成的技术方案。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也视为本发明的保护范围。

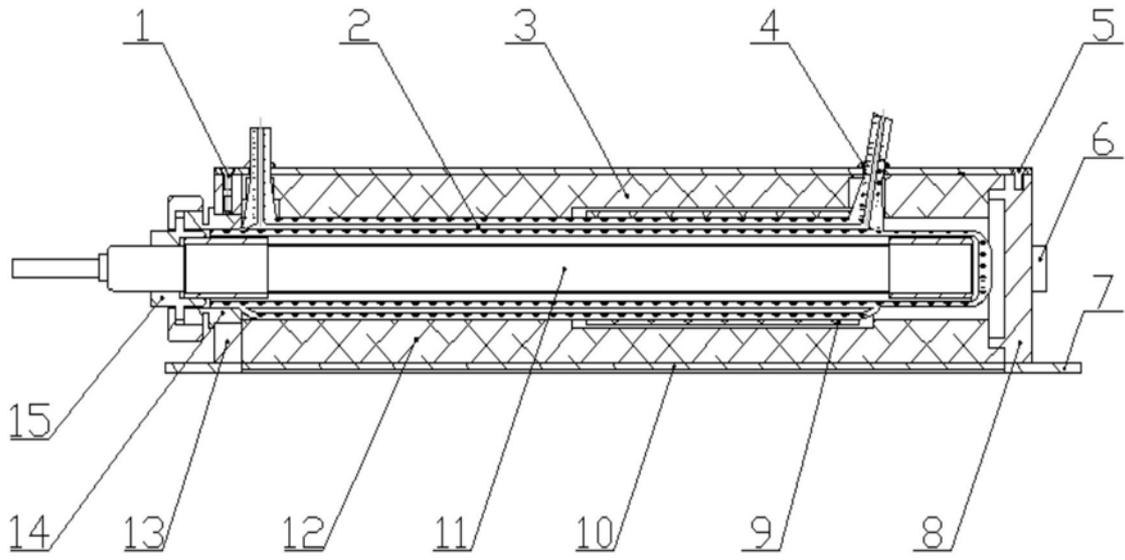


图1

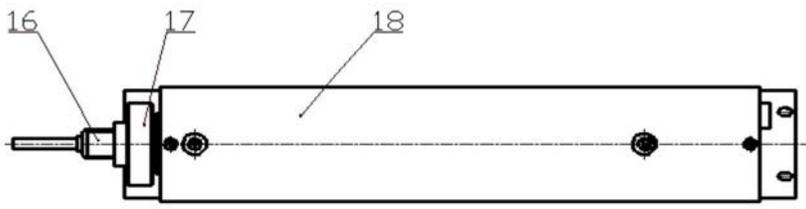


图2

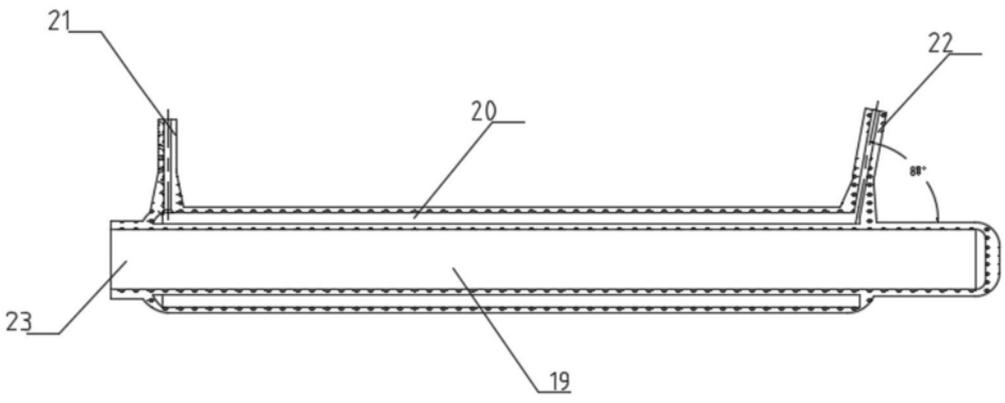


图3

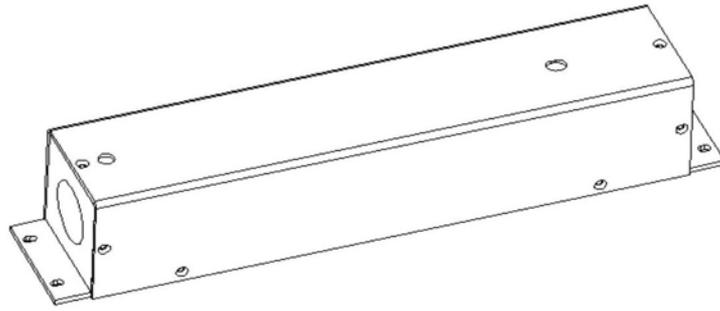


图4

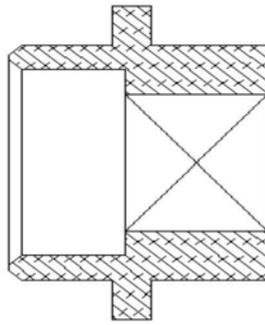


图5

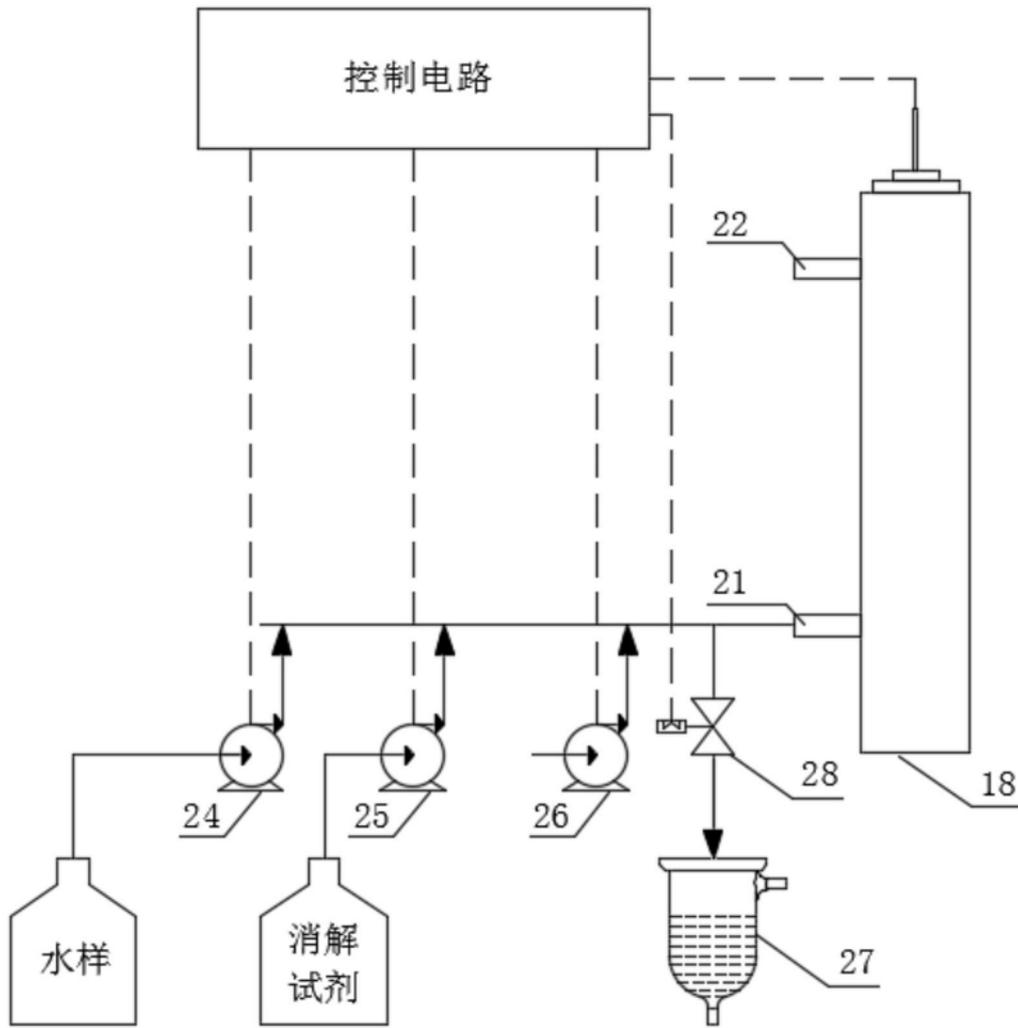


图6