



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 201765189 U

(45) 授权公告日 2011. 03. 16

(21) 申请号 201020190707. 0

(22) 申请日 2010. 05. 14

(73) 专利权人 武汉境辉环保科技有限公司

地址 430074 湖北省武汉市东湖新技术开发
区光谷创业街 2 栋 9 楼

(72) 发明人 马建辉 罗军 向红梅 喻静
马继凯

(74) 专利代理机构 武汉开元知识产权代理有限
公司 42104

代理人 唐正玉

(51) Int. Cl.

G01N 21/78 (2006. 01)

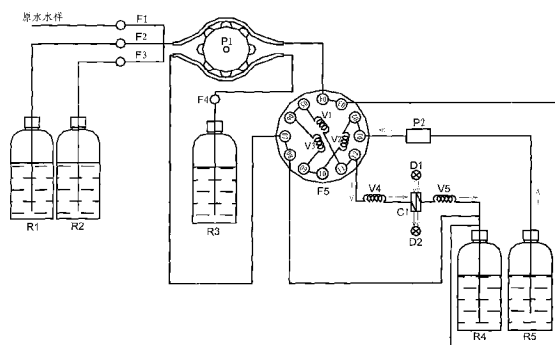
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 实用新型名称

水质六价铬流动注射在线分析仪

(57) 摘要

本实用新型涉及一种水质六价铬的流动注射在线分析仪,包括原水水样、载流液瓶、恒流泵、显色剂瓶、标准溶液瓶、纯水瓶、蠕动泵、反应管、流通池、背压管、十二通阀、单色光源、光电检测器,十二通阀具有取样和进样两种变换状态,十二通阀中连接有三个定量管;单色光源、光电检测器分别安装在流通池的透光面两侧;取样状态时,水样和显色剂通过蠕动泵输送到进样阀的定量管中,进样状态时,在恒流泵的推动下,定量管中的水样、显色剂与载流液混合反应生成紫红色溶液,紫红色溶液流过流通池时,通过光电检测器检测透过流通池的光电信号,测得溶液中六价铬的含量。本实用新型测量简单,定量准确度高,重现性好,适用于水质六价铬的快速、自动分析。



1. 水质六价铬的流动注射在线分析仪,包括原水水样、载流液瓶、恒流泵、显色剂瓶、标准溶液瓶、纯水瓶、蠕动泵、三个定量管、反应管、流通池、背压管、流通注射分析进样阀、单色光源、光电检测器,其特征在于:所述的流通注射分析进样阀采用十二通阀,具有取样和进样两种变换状态,十二通阀中连接有三个定量管(V1, V2, V3);单色光源、光电检测器分别安装在流通池的透光面两侧;

所述的十二通阀中,第一接口与恒流泵出口相连,恒流泵进口与载流液瓶相连,第十二接口与反应管相连;十二通阀位于取样状态时,第一接口与第十二接口相通;

所述的十二通阀中,第四接口与蠕动泵的水样管连接,水样管经过电磁阀连接到相应的原水水样、纯水瓶或标准溶液瓶,第五接口与第十一接口之间接有水样第一定量管(V1)、第十接口与第二接口之间接有水样第二定量管(V2),第三接口为废液出口;十二通阀位于取样状态时,第四接口与第五接口相通、第十一接口与第十接口相通、第二接口与第三接口相通;

所述的十二通阀中,第七接口与蠕动泵的显色剂管相连,显色剂管经过电磁阀连接到显色剂瓶,第八接口为废液出口,第六接口与第九接口之间接有显色剂第三定量管(V3);十二通阀位于取样状态时,第七接口与第六接口相通;

所述的十二通阀位于进样分析状态时,第一接口与第二接口相通,第十接口与第九接口相通,第六接口与第五接口相通、第十一接口与第十二接口相通。

2. 根据权利要求1所述的水质六价铬的流动注射在线分析仪,其特征在于:所述的蠕动泵同时接有水样管和显色剂管,其中水样管经过相应电磁阀与原水水样、纯水瓶或标准溶液瓶相连,显色剂管经过电磁阀与显色剂瓶相连。

3. 根据权利要求1所述的水质六价铬的流动注射在线分析仪,其特征在于:所述的光电分析中所用单色光源为LED,光电检测器为硒光电池。

4. 根据权利要求1所述的水质六价铬的流动注射在线分析仪,其特征在于:所述的电磁阀采用聚四氟乙烯制造而成。

水质六价铬流动注射在线分析仪

技术领域

[0001] 本发明涉及一种水质六价铬的流动注射在线分析仪,用于地表水、污水等水源中六价铬的在线分析,属环境监测中水质自动监测系统。

背景技术

[0002] 铬的化合物常见的价态有三价和六价,铬的毒性与其存在价态有关,通常认为六价铬的毒性比三价铬的毒性高 100 倍。六价铬更易为人体吸收而且在体内蓄积,导致肝癌。因此我国把六价铬规定为实施总量控制的指标之一。

[0003] 六价铬的污染来源主要是含铬矿石的加工、金属电镀、皮革鞣制、印染等行业。

[0004] 目前测定六价铬的方法比较多,主要是实验室分析方法,有原子吸收法、二苯碳酰二肼分光光度法、硫酸亚铁铵滴定法等,实验室分析方法速度慢,价格也贵,难于满足现在环境监测的需要。

[0005] 流动注射分析法作为近年来发展很快的一种方法,在水质在线分析中运用越来越普遍,也开始应用于水质六价铬的在线分析,但目前水质六价铬流动注射在线分析仪普遍存在寿命短、故障率高的缺点。

发明内容

[0006] 本发明的目的是为了克服上述现有技术存在的缺点,而提供一种水质六价铬的流动注射在线分析仪,使六价铬的在线分析简单、准确、快速、成本低。

[0007] 本发明技术方案为:

[0008] 一种水质六价铬的流动注射在线分析仪,包括原水水样、载流液瓶、恒流泵、显色剂瓶、标准溶液瓶或纯水瓶、蠕动泵、三个定量管、反应管、流通池、背压管、流通注射分析进样阀、单色光源、光电检测器,其特征在于:所述的流通注射分析进样阀采用十二通阀,具有取样和进样两种变换状态,十二通阀中连接有三个定量管(V1, V2, V3);单色光源、光电检测器分别安装在流通池的透光面两侧;

[0009] 所述的十二通阀中,第一接口与恒流泵出口相连,恒流泵进口与载流液瓶相连,第十二接口与反应管相连;十二通阀位于取样状态时,第一接口与第十二接口相通,载流液经过恒流泵、第一接口、第十二接口、反应管、流通池、背压管流出;

[0010] 所述的十二通阀中,第四接口与蠕动泵的水样管连接,水样管经过电磁阀连接到相应的原水水样、纯水或标准溶液,第五接口与第十一接口之间接有水样第一定量管 V1、第十接口与第二接口之间接有水样第二定量管 V2,第三接口为废液出口;十二通阀位于取样状态时,第四接口与第五接口相通、第十一接口与第十接口相通、第二接口与第三接口相通,水样经过蠕动泵、第四接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十接口、水样第二定量管 V2、第二接口、第三接口流出,水样第一定量管 V1、水样第二定量管 V2 中保留了定量的水样;

[0011] 所述的十二通阀中,第七接口与蠕动泵的显色剂管相连,显色剂管经过电磁阀连

接到显色剂瓶,第八接口为废液出口,废液出口连接到废液瓶,第六接口与第九接口之间接有显色剂第三定量管 V3;十二通阀位于取样状态时,第七接口与第六接口相通,显色剂经过蠕动泵、第七接口、第六接口、显色剂第三定量管 V3、第九接口、第八接口流出,显色剂第三定量管 V3 中保留了定量的显色剂;

[0012] 所述的十二通阀位于进样分析状态时,第一接口与第二接口相通,第十接口与第九接口相通,第六接口与第五接口相通、第十一接口与第十二接口相通,载流液经过恒流泵、第一接口、第二接口、水样第二定量管 V2、第十接口、第九接口、显色剂第三定量管 V3、第六接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十二接口到反应管,反应后的紫红色溶液流入流通池,在单色光源照射下由光电检测器进行光电分析,再经过背压管流出。

[0013] 所述的蠕动泵有两路通道,同时接有水样管和显色剂管,其中水样管经过相应电磁阀与原水水样、纯净水瓶或标准溶液瓶相连,显色剂管经过电磁阀与显色剂瓶相连,蠕动泵同时输送水样和显色剂到十二通阀的相应定量管中。

[0014] 所述的光电分析中所用单色光源为 LED 单色光源,光电检测器为硒光电池。

[0015] 所述的电磁阀采用聚四氟乙烯制造而成。

[0016] 载流液中含有体积浓度为 5% (V/V) 的硫酸和体积浓度 5% 的磷酸。

[0017] 显色剂是二苯碳酰二肼溶液。

[0018] 光电分析检测流通池中溶液的光学信号,用 540nm 波长的绿光照射流通池中的溶液,用对可见光反应灵敏度高的硒光电池作为光电检测器来测量流通池后的光学信号。当反应管中含有水样六价铬的紫红色溶液经过流通池时,硒光电池接收到的光学信号减弱,出现与流通池中六价铬浓度值成比例的吸光度信号,水样流出流通池后,光学信号增强并稳定到基线状态。从含六价铬的溶液开始进入流通池,到含六价铬的溶液完全流出流通池为止,硒光电池的测量信号会出现一个吸收峰。吸收峰面积与溶液中六价铬浓度成正比;硒光电池测量的吸光度信号有一个相对吸光度最大值,此最大吸光度为本次分析中溶液的吸光度 A,吸光度 A 与溶液中六价铬浓度成正比。

[0019] 硒光电池测得的溶液吸光度信号经过处理后输入到数据处理系统,再由数据处理系统进行吸光度曲线信号的处理,获得吸光度信号与溶液中六价铬浓度的响应曲线,曲线包括溶液的空白值基线和吸收峰信号,利用吸收峰的峰高或峰面积值转换为相应的六价铬浓度信号。

[0020] 水质六价铬流动注射在线分析仪的流路系统稳定,采用一定长度的聚四氟乙烯管定量水样和显色剂,定量方式简单、准确。同时,将显色剂置于两段水样中间,在流动过程中可加快显色剂与水样的相互扩散和混合;载流液置于两段水样的两边,在流动过程中可加快载流液与水样的相互扩散和混合。

[0021] 采用十二通阀控制取样和进样分析,用步进电机完成十二通阀的取样和进样分析两种状态的切换,操作方便。

附图说明

[0022] 图 1 是本实用新型的取样流程示意图。

[0023] 图 2 是本实用新型的清洗、进样分析流程示意图。

具体实施方式

[0024] 1 化学试剂的配制方法：

[0025] a) 载流液：

[0026] 将 50ml 硫酸 ($\rho = 1.84\text{g/ml}$) 和 50ml 磷酸 ($\rho = 1.69\text{g/ml}$) 缓慢加入到约 800ml 蒸馏水中, 然后再用蒸馏水稀释至 1L, 混匀。

[0027] b) 铬标准储备液：

[0028] 称取于 120℃干燥 2h 的重铬酸钾 (K_2CrO_7) 0.2829g, 用水溶解后, 移到 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。每毫升溶液含 0.100mg 六价铬。

[0029] c) 铬标准溶液：

[0030] 吸取 5.00ml 铬标准储备液, 置于 500ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。每毫升含 1.00 μg 六价铬。

[0031] d) 显色指示剂：

[0032] 称取二苯碳酰二肼 ($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$) 0.2g, 溶于 200ml 丙酮中, 加水稀释至 1000ml, 摇匀。贮于棕色瓶中保存。色变深后不能使用。

[0033] 2 实施实例：

[0034] 水质六价铬流动注射在线分析仪的分析流程包括清洗、取样、进样分析。

[0035] a) 清洗

[0036] 水质六价铬流动注射在线分析仪在分析前需要用载流液对流路进行清洗。清洗时蠕动泵 P1 停止转动, 十二通阀转到如图 2 中的进样分析状态。

[0037] 如图 2 箭头方向所示, 载流液的流经路线依次是：载流液瓶 R5、恒流泵 P2、十二通阀 F5 的第一接口、第二接口、水样第二定量管 V2、第十接口、第九接口、显色剂第三定量管 V3、第六接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十二接口、反应管 V4、流通池 C1、背压管 V5、废液瓶 R4。

[0038] b) 取样

[0039] 取样包括水样取样和显色剂取样。

[0040] 其中水样指的是纯水水样、标准溶液、原水水样这三种水样中的一种, 通过电磁阀 F1、电磁阀 F2、电磁阀 F3 来控制水样的选择。取样时, 启动蠕动泵 P1, 十二通阀 F5 转到如图 1 中的取样状态。

[0041] 水质六价铬流动注射在线分析仪在做空白校准时需要用蠕动泵将纯水从纯水瓶 R1 输送到水样第一定量管 V1、水样第二定量管 V2 中。如图 1 所示, 纯水的流经路线依次是：纯水瓶 R1、电磁阀 F2、蠕动泵 P1、十二通阀 F5 的第四接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十接口、水样第二定量管 V2、第二接口、第三接口、废液瓶 R4。此时水样第一定量管 V1 和水样第二定量管 V2 中充满了定量的纯水水样。

[0042] 水质六价铬流动注射在线分析仪在做标准溶液校准时需要用蠕动泵 P1 将标准溶液从标准溶液瓶 R2 中输送到水样第一定量管 V1、水样第二定量管 V2 中。如图 1 所示, 标准溶液的流经路线依次是：标准溶液瓶 R3、电磁阀 F3、蠕动泵 P1、十二通阀 F5 的第四接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十接口、水样第二定量管 V2、第二接口、第三接口、废液瓶 R4。此时水样第一定量管 V1 和水样第二定量管 V2 中充满了定量的标准溶液。

[0043] 水质六价铬流动注射在线分析仪在做未知水样分析时需要用蠕动泵 P1 将未知浓

度的原水水样输送到水样第一定量管 V1、水样第二定量管 V2 中。如图 1 所示,原水的流经路线依次是:原水水样、电磁阀 F1、蠕动泵 P1、十二通阀 F5 的第四接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十接口、水样第二定量管 V2、第二接口、第三接口、废液瓶 R4。此时水样第一定量管 V1 和水样第二定量管 V2 中充满了定量的原水水样。

[0044] 水质六价铬流动注射在线分析仪在水样取样的同时进行显色剂的取样。如图 1 所示,显色剂的流经路线依次是:显色剂瓶 R3、电磁阀 F4、蠕动泵 P1、第七接口、第六接口、显色剂第三定量管 V3、第九接口、第八接口、废液瓶 R4。此时显色剂第三定量管 V3 中充满了定量的显色剂。

[0045] c) 进样分析

[0046] 取样完毕后,开始进样分析程序。

[0047] 进样分析时,蠕动泵 P1 停止转动,十二通阀 F5 转到如图 2 中的状态,载流液的流经路线依次是:载流液瓶 R5、恒流泵 P2、十二通阀 F5 的第一接口、第二接口、水样第二定量管 V2、第十接口、第九接口、显色剂第三定量管 v3、第六接口、第五接口、水样第一定量管 V1、第十一接口、第十二接口、反应管 V4、流通池 C1、背压管 V5、废液瓶 R4。

[0048] 载流液流动过程中,依次推动水样第二定量管 V2 中的水样、显色剂第三定量管 V3 中的显色剂、水样第一定量管 V1 中的水样前进,并在前进过程中混合反应生成紫红色溶液;紫红色溶液进过流通池 C1 时,单色光源 D1 的光透过流通池 C1 的透光面进入到光电检测器 D2 的光被紫红色溶液吸收,透光信号减弱,吸光度信号增强。吸光度信号与溶液中六价铬浓度成正比。

[0049] d) 检测数据

[0050] 下表是本实施实例的检测数据:

[0051]

测量项目	已知的六价铬浓度 (mg/L)	用本流动注射分析法的测量值				用实验室分光光度法测得的六价铬浓度 (mg/L)
		基线	峰高	吸光度	六价铬浓度 (mg/L)	
自制标样	0.100	1700	1600	0.026		
	1.000	1702	950	0.253		
原水水样		1701	1032	0.217	0.858	0.846
		1703	822	0.316	1.250	1.234
考核标样	0.507	1698	1266	0.127	0.501	0.502

[0052] 从上表可见,用本流动注射分析仪分析所得的六价铬浓度与实验室分光光度法测得的六价铬浓度值一致。

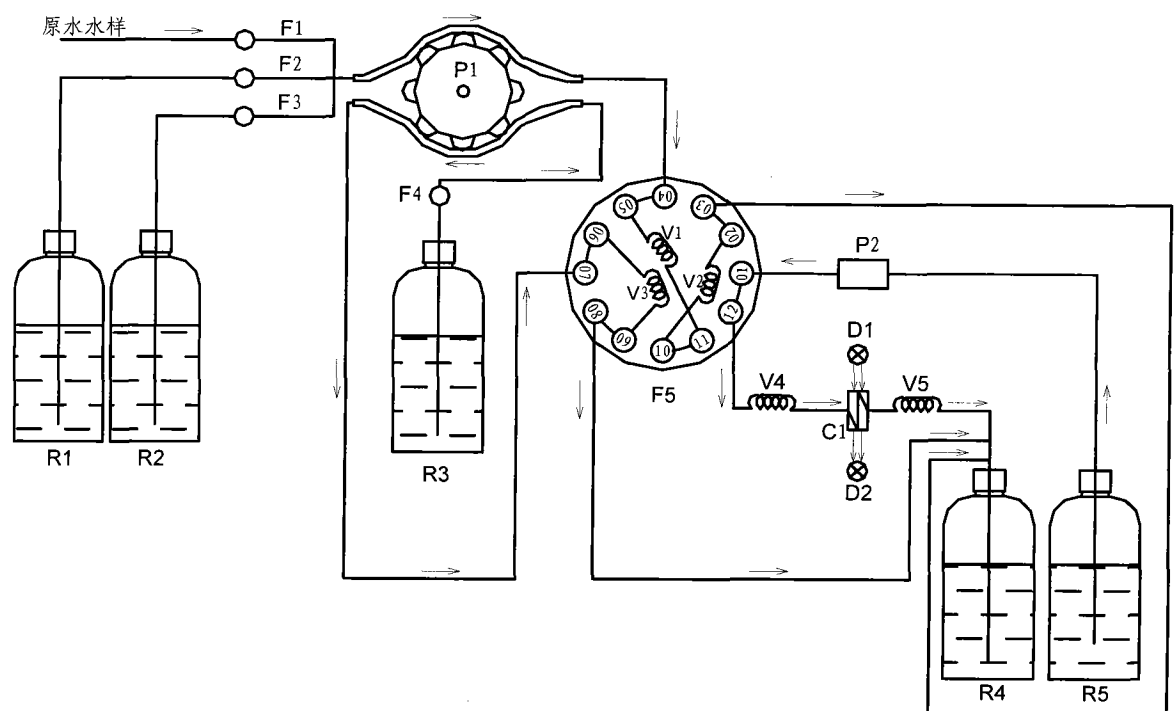


图 1

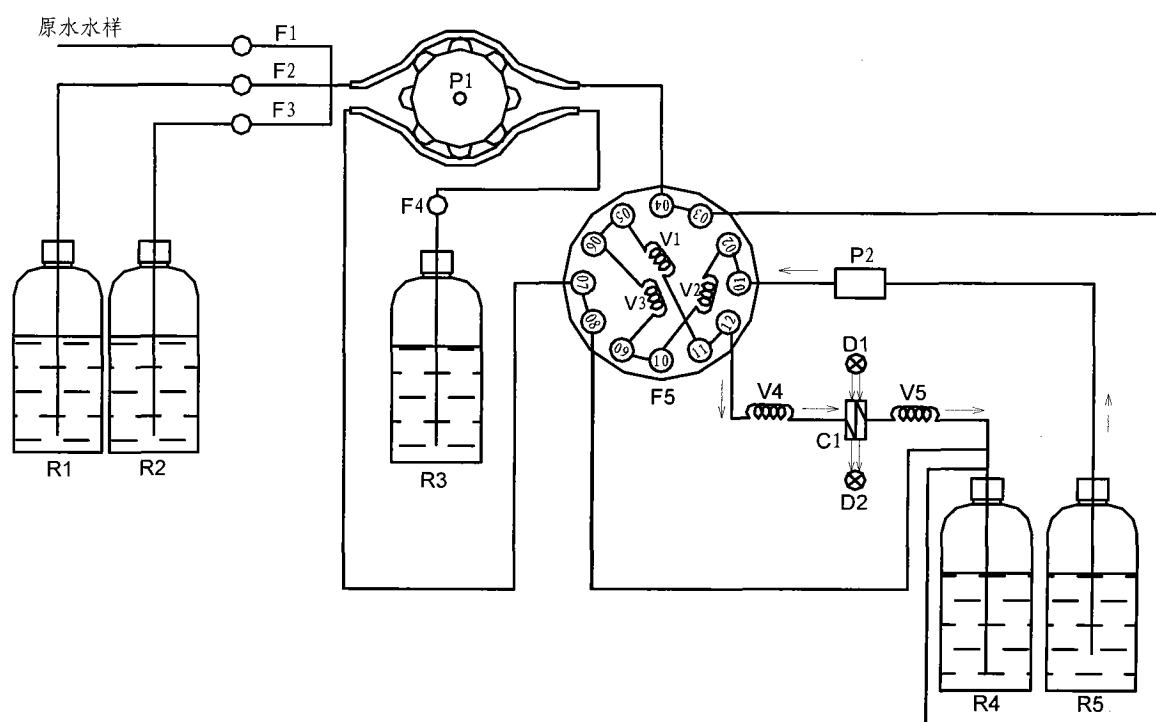


图 2