



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104330530 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 18

(21) 申请号 201410594244. 7

CN 101038267 A, 2007. 09. 19,

(22) 申请日 2014. 10. 29

JP S57208446 A, 1982. 12. 21,

(73) 专利权人 核工业北京化工冶金研究院
地址 101149 北京市通州区九棵树 145 号

张震 等. 标准稀释法测定生化需氧量中稀释水的影响因素. 《贵阳医学院学报》. 2008, 第 33 卷 (第 5 期),

(72) 发明人 王立民 廖文胜 姜岩 原渊
赵海军

焦学然 等. 地浸采铀工艺中高浓度溶解氧测定方法研究. 《铀矿冶》. 2008, 第 27 卷 (第 1 期),

(74) 专利代理机构 核工业专利中心 11007
代理人 程旭辉

审查员 罗平

(51) Int. Cl.

G01N 33/00(2006. 01)

G01N 1/28(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102288653 A, 2011. 12. 21,

CN 101368911 A, 2009. 02. 18,

CN 201930762 U, 2011. 08. 17,

WO 2004017046 A1, 2004. 02. 26,

CN 103293147 A, 2013. 09. 11,

CN 104034724 A, 2014. 09. 10,

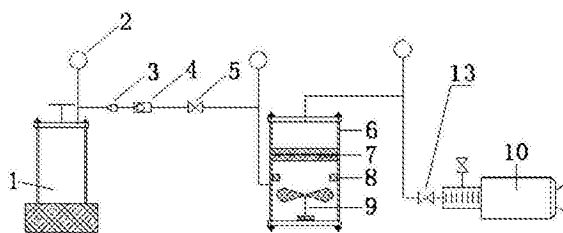
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种溶解氧测定装置和测定方法

(57) 摘要

本发明公开了一种可准确测量高浓度溶解氧的测定装置,依次包括接口、第一截止阀、稀释罐和手摇泵。本发明还公布了利用上述溶解氧测定装置的溶解氧测定方法,通过保压取样、稀释、降压等方式处理后,利用溶氧仪在常压下直接进行溶解氧浓度的测定,通过测定结果反算出原高浓度溶解氧液体的含量。本发明针对具有高压和高浓度溶解氧的液体提出了有效测定方法,弥补了现有方法无法测定较高溶解氧浓度的不足,该方法测量误差小,简单可行,易于实施,能够指导生产、监测和试验的实施。



1. 一种溶解氧测定装置,其特征在于依次包括接口(3)、单向阀(4)、第一截止阀(5)、稀释罐(6)和手摇泵(10);其中,接口(3)测量时用于连接高浓度溶解氧流体装置(1)的出口,验证时用于连接储液罐(12);稀释罐(6)中上部设置有活塞(7),活塞(7)将稀释罐(6)内部隔成上下两个空间;和接口(3)连接的管道依次经过单向阀(4)和第一截止阀(5)后连通稀释罐(6)的下部空间;稀释罐(6)的下底面设置有磁力搅拌装置(9),稀释罐(6)的侧壁中部设置有用于对活塞(7)进行轴向限位的挡块(8);稀释罐(6)的上部空间通过管道和手摇泵(10)连通,管道上设有第二截止阀(13)。

2. 一种利用权利要求1所述溶解氧测定装置的溶解氧测定方法,其特征在于包括以下步骤:

步骤1,关闭第一截止阀(5),打开手摇泵(10)和稀释罐(6)之间的第二截止阀(13),在稀释罐(6)的上部空间、手摇泵(10)、稀释罐(6)和手摇泵(10)之间的管路中充满去离子水,顺时针摇动手摇泵(10),驱出5~15ml的水;

步骤2,顺时针摇动手摇泵(10)加压,使稀释罐(6)的内部压力与高浓度溶解氧流体装置(1)中的待测含氧溶液压力相等后,将接口(3)与待测量的高浓度溶解氧流体装置(1)的出口连接;

步骤3,打开第一截止阀(5),逆时针摇动手摇泵(10),从高浓度溶解氧流体装置(1)的接口吸入待测的高浓度溶解氧溶液,所吸入溶液体积为步骤1中排出的去离子水体积,然后关闭第一截止阀(5);

步骤4,顺时针摇动手摇泵(10),使稀释罐(6)的压力恢复到步骤2加压后的压力,关闭第二截止阀(13);

步骤5,启动稀释罐中6的磁力搅拌装置(9),搅拌2~5h后,打开第二截止阀(13),逆时针摇动手摇泵(10)卸压,直至稀释罐(6)内气压与外界大气压相同;

步骤6,用溶氧仪测定稀释罐(6)内溶液的溶解氧浓度,通过公式 $P_2 = [\rho_1 \times V_2 - 8.1 \times (V_2 - V_1)] / V_1$,反算得出原高浓度含氧溶液的溶解氧浓度;

式中, P_2 为高含氧溶液溶氧浓度,mg/L; ρ_1 为溶氧仪测定的稀释后溶液溶氧浓度,mg/L; V_1 为步骤3中吸入的高含氧溶液体积,mL; V_2 为稀释罐(6)下部空间吸入高含氧溶液后的体积,mL;稀释用的去离子水中的溶解氧浓度为8.1mg/L;

在0~40℃的范围内,氧气溶解度与温度及压力的关系为:

$$Q = \frac{192H(1.073 - 0.071 \lg H)}{33.5 + T}$$

式中:Q为氧气溶解度,mg/L;H为绝对水柱,m;T为温度,℃。

3. 如权利要求2所述的一种溶解氧测定方法,其特征在于步骤1中手摇泵(10)驱出水的体积为10mL。

4. 如权利要求2所述的一种溶解氧测定方法,其特征在于步骤5中搅拌时间为2h。

一种溶解氧测定装置和测定方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学测量技术领域,具体涉及一种溶解氧测定装置和测定方法。

背景技术

[0002] 在工业生产、试验或环境监测的过程中,通常需要测定流体中的溶解氧参数。一般在压力较低、溶氧量较少的情况下可以利用溶氧仪或化学方法在一定的量程范围内直接测定液体中的溶氧量;而对于压力较高、溶氧量较大的情况,采用上述方法则难以满足量程和压力的要求。

[0003] 在原地浸出采铀过程中,通常利用溶解氧氧化铀矿石,促进铀的回收。为研究铀的浸出过程参数变化与溶解氧消耗量之间的关系,需要测定浸出过程中溶解氧的浓度变化。在实际生产或室内浸出试验中,流体的静压力通常为1~2MPa,溶浸流体的溶氧浓度在300~500mg/L范围内变化,而国内外各类的溶氧仪最大量程仅为0~99mg/L,耐压也有限制。一般的化学法也只适用于测定几十ppm的溶解氧浓度。即便借助于室内辅助设备,应用碘量滴定法,其测量范围也只有10.0~299.0mg/L,因此采用现有的仪器法或化学法都较难测定带有高压且溶解氧浓度较大的液体。

[0004] 在原地浸出采铀过程中,研究溶解氧的消耗量变化对于铀的氧化浸出和其他离子的变化非常重要。由于现有测定仪器及方法难以满足高压和高浓度溶解氧的测定,所以需要一种简单、安全、实用的测定装置和方法对其进行测量,以保证研究的顺利进行。

发明内容

[0005] 本发明的目的是弥补现有技术的不足,提供一种可准确测量高浓度溶解氧的测定装置和测定方法,通过保压取样、稀释、降压等方式处理后,利用溶氧仪在常压下直接进行溶解氧浓度的测定,通过测定结果反算出原高浓度溶解氧液体的含量。

[0006] 为了实现上述目的,本发明的技术方案为:一种溶解氧测定装置,依次包括接口、第一截止阀、稀释罐和手摇泵;其中,接口测量时用于连接高浓度溶解氧流体装置的接口,验证时用于连接储液罐;稀释罐中上部设置有活塞,活塞将稀释罐内部隔成上下两个空间;和接口连接的管道依次经过接口、单向阀4和第一截止阀后连通稀释罐的下部空间;稀释罐的下底面设置有磁力搅拌装置,稀释罐的侧壁中部设置有用与对活塞进行轴向限位的挡块;稀释罐的上部空间通过管道和手摇泵连通,管道上设有第二截止阀。

[0007] 利用上述溶解氧测定装置的溶解氧测定方法,包括以下步骤:

[0008] 步骤1,关闭第一截止阀,打开手摇泵和稀释罐之间的第二截止阀,在稀释罐的上部空间、手摇泵和稀释罐、手摇泵之间的管路中充满去离子水,顺时针摇动手摇泵,驱出5~15ml的水;

[0009] 步骤2,顺时针摇动手摇泵加压,使稀释罐的内部压力与高浓度溶解氧流体装置中的待测含氧溶液压力相等后,将接口与待测量的高浓度溶解氧流体装置的出口连接;

[0010] 步骤3,打开第一截止阀,逆时针摇动手摇泵,从高浓度溶解氧流体装置的接口吸

入待测的高浓度溶解氧溶液,所吸入溶液体积为步骤 1 中排出的去离子水体积,然后关闭第一截止阀;

[0011] 步骤 4,顺时针摇动手摇泵,使稀释罐的压力恢复到步骤 2 加压后的压力,关闭第二截止阀;

[0012] 步骤 5,启动稀释罐中 6 的磁力搅拌装置,搅拌 2~5h 后,打开第二截止阀,逆时针摇动手摇泵卸压,直至稀释罐内气压与外界大气压相同;

[0013] 步骤 6,用溶氧仪测定稀释罐内溶液的溶解氧浓度为 ρ mg/L,通过公式 $P_2 = [\rho_1 \times V_2 - 8.1 \times (V_2 - V_1)] / V_1$,反算得出原高浓度含氧溶液的溶解氧浓度;

[0014] 式中, P_2 为高含氧溶液溶氧浓度, mg/L; ρ_1 为溶氧仪测定的稀释后溶液溶氧浓度, mg/L; V_1 为步骤 3 中吸入的高含氧溶液体积, mL; V_2 为稀释罐下部空间吸入高含氧溶液后的体积, mL; 稀释用的去离子水中的溶解氧浓度为 8.1mg/L;

[0015] 在 0~40℃ 的范围内,氧气溶解度与温度及压力的关系为:

$$[0016] \quad Q = \frac{192H(1.073 - 0.07 \lg H)}{33.5 + T}$$

[0017] 式中: Q 为氧气溶解度, mg/L; H 为绝对水柱, m; T 为温度, °C。

[0018] 所述步骤 5 中,搅拌时间为 2h。

[0019] 所述步骤 1 中,手摇泵驱出水的体积为 10mL。

[0020] 本发明针对具有高压和高浓度溶解氧的液体提出了有效测定方法,弥补了现有方法无法测定较高溶解氧浓度的不足,该方法测量误差小,简单可行,易于实施,能够指导生产、监测和试验的实施。。

附图说明

[0021] 图 1 为一种溶解氧浓度测定装置示意图。

[0022] 图 2 为一种溶解氧浓度验证装置示意图。

[0023] 图中:1- 高浓度溶解氧流体装置,2- 压力表,3- 接口,4- 单向阀,5- 第一截止阀,6- 稀释罐,7- 活塞,8- 挡块,9- 磁力搅拌装置,10- 手摇泵,11- 氧气瓶,12- 储液罐,13- 第二截止阀,14- 第三截止阀,15- 第四截止阀。

具体实施方式

[0024] 下面结合附图和实施例对本发明进行进一步描述。

[0025] 本发明的原理和方法是将高压高浓度溶解氧溶液进行保压取样、稀释、降压处理,再用溶氧仪在常压下直接测定稀释后溶液的溶解氧浓度,最终反算出原高浓度含氧溶液的溶解氧浓度。本发明的技术方案为,一种溶解氧测定装置,如图 1 所示,依次包括接口 3、第一截止阀 5、稀释罐 6 和手摇泵 10;其中,接口 3 测量时用于连接高浓度溶解氧流体装置 1 的接口,验证时用于连接储液罐 12;稀释罐 6 中上部设置有活塞 7,活塞 7 将稀释罐 6 内部隔成上下两个空间,用于隔绝含氧溶液与手摇泵内的去离子水,防止其混合;和接口 3 连接的管道依次经过接口 3、单向阀 4 和第一截止阀 5 后连通稀释罐 6 的下部空间;稀释罐 6 的下底面设置有磁力搅拌装置 9,稀释罐 6 的侧壁中部设置有对活塞 7 进行轴向限位的挡块 8;稀释罐 6 的上部空间通过管道和手摇泵 10 连通,管道上设有第二截止阀 13。

[0026] 利用上述溶解氧测定装置的溶解氧测定方法,包括以下步骤:

[0027] 步骤 1,关闭第一截止阀 5,打开手摇泵 10 和稀释罐 6 之间的第二截止阀 13,在稀释罐 6 的上部空间、手摇泵 10 和稀释罐 6、手摇泵 10 之间的管路中充满去离子水,顺时针摇动手摇泵 10,驱出 10ml 的水,关闭截止阀 5;

[0028] 步骤 2,顺时针摇动手摇泵 10 加压,使稀释罐 6 的内部压力与高浓度溶解氧流体装置 1 中的待测含氧溶液压力相等后,将接口 3 与待测量的高浓度溶解氧流体装置 1 的出口连接;

[0029] 步骤 3,打开第一截止阀 5,缓慢逆时针摇动手摇泵 10,从高浓度溶解氧流体接口装置 1 吸入待测的高浓度溶解氧溶液,所吸入溶液体积为步骤 1 中排出的去离子水体积,该过程需保持压力稳定,然后关闭第一截止阀 5;

[0030] 步骤 4,顺时针摇动手摇泵 10,使稀释罐 6 的压力恢复到步骤 2 加压后的压力,关闭第二截止阀 13;

[0031] 步骤 5,打开稀释罐中 6 的磁力搅拌装置 9,搅拌 2h 后,打开第二截止阀 13,逆时针摇动手摇泵 10 缓慢卸压,直至稀释罐 6 内气压与外界大气压相同;

[0032] 步骤 6,用溶氧仪测定稀释罐 6 内溶液的溶解氧浓度为 ρ_1 mg/L,通过公式 $P_2 = [\rho_1 \times V_2 - 8.1 \times (V_2 - V_1)] / V_1$,反算得出原高浓度含氧溶液的溶解氧浓度。式中, P_2 —高含氧溶液溶氧浓度,mg/L; ρ_1 —溶氧仪测定的稀释后溶液溶氧浓度,mg/L; V_1 —步骤 3 中吸入的高含氧溶液体积,mL; V_2 —稀释罐 6 下部空间吸入高含氧溶液后的体积,mL;稀释用的去离子水中的溶解氧浓度为 8.1mg/L。在 0 ~ 40℃ 的范围内,氧气溶解度与温度及压力的关系为:

$$[0033] \quad Q = \frac{192H(1.073 - 0.07 \lg H)}{33.5 + T}$$

[0034] 式中:Q—氧气溶解度,mg/L;H—绝对水柱,m;T—温度,℃。

[0035] 高压高浓度溶解氧溶液是利用氧气瓶在一定的氧分压下制备的饱和溶解氧溶液,该溶液可以在已知的压力和温度下计算出溶解氧浓度。为验证上述测定结果的准确性,本实施例的验证装置如图 2 所示,接口 3 右侧接的测量设备设置不变,接口 3 左侧管道经第 4 截止阀接储液罐 12 底部,储液罐 12 中亦设置有磁力搅拌装置;氧气瓶 11 通过管道和储液罐 12 上部连通,氧气瓶 11、储液罐 12 之间的管道上设有压力表 2 和第三截止阀 14。试验验证步骤如下:

[0036] 首先关闭第一截止阀 5,打开氧气瓶 11 上的减压阀,通过压力表 2 控制氧气瓶 11 的氧压,启动储液罐 12 中的磁力搅拌装置;待储液罐 12 内液体充分饱和氧气后,顺时针转动手摇泵 10,使稀释罐 6 内的溶液压力与储液罐 12 内的溶液压力相等;依次打开储液罐 12 和稀释罐 6 之间的第四截止阀 15 和第一截止阀 5,缓慢逆时针摇动手摇泵 10,使稀释罐 6 吸入同测量时步骤 2 等体积的高浓度溶氧溶液,关闭储液罐 12 和稀释罐 6 之间的第一截止阀 5;摇动手摇泵 10 恢复稀释罐 6 压力至测量时步骤 2 加压后的压力,关闭手摇泵 10 和稀释罐 6 之间的第二截止阀 13;打开稀释罐 6 中的磁力搅拌装置 9,搅拌 2h 后,卸掉稀释罐 6 的压力,用溶氧仪测定稀释罐 6 内溶液的溶解氧浓度,并与理论计算值进行对比,验证其可靠性。实施过程中,储液罐 12 上部留有 50-100mL 空间,以便氧气充分溶解、达到平衡。

[0037] 按照上述步骤,在室内恒温 20℃ 的条件下进行了 3 种氧压下(分别为 0.25MPa、

0.50MPa、0.75MPa) 的溶解氧测定, 储液罐内溶液在该 3 种氧压下的理论溶解氧浓度分别为 90.98mg/L、178.02mg/L、263.58mg/L。分别将储液罐内 3 种氧压下的溶液用本发明装置取样并稀释, 稀释倍数分别为 6.6、9.4 和 16.4 倍。在常压下用溶氧仪测定稀释后溶液的溶解氧浓度, 其测定结果分别为 20.64mg/L、26.81mg/L 和 22.80mg/L。通过测定结果反算得出的储液罐内溶液的溶解氧浓度分别为 90.45mg/L、184.51mg/L、249.43mg/L, 与理论值的相对误差分别为 -0.59%、3.64%、-5.37%。计算过程中, 稀释用去离子水中的溶解氧浓度用溶氧仪测定结果为 8.10mg/L。

[0038] 上述实施例表明, 该溶氧测定装置和测量方法获得的结果与理论计算值相差较小, 能够满足实际生产或试验过程中的溶解氧测量要求。

[0039] 上面对本发明的实施例作了详细说明, 上述实施方式仅为本发明的最优实施例, 但是本发明并不限于上述实施例, 在本领域普通技术人员所具备的知识范围内, 还可以在不脱离本发明宗旨的前提下作出各种变化。

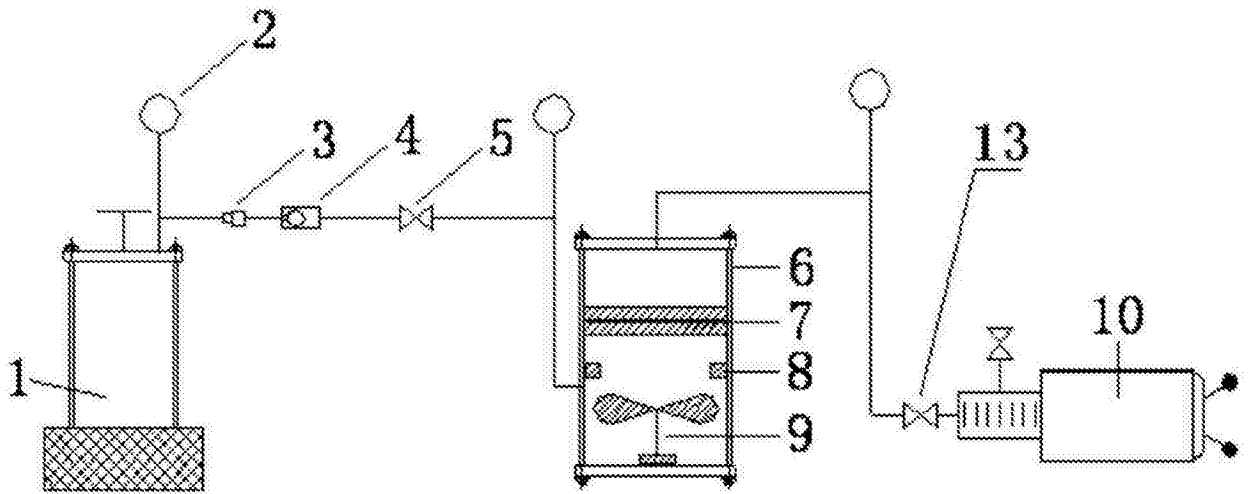


图 1

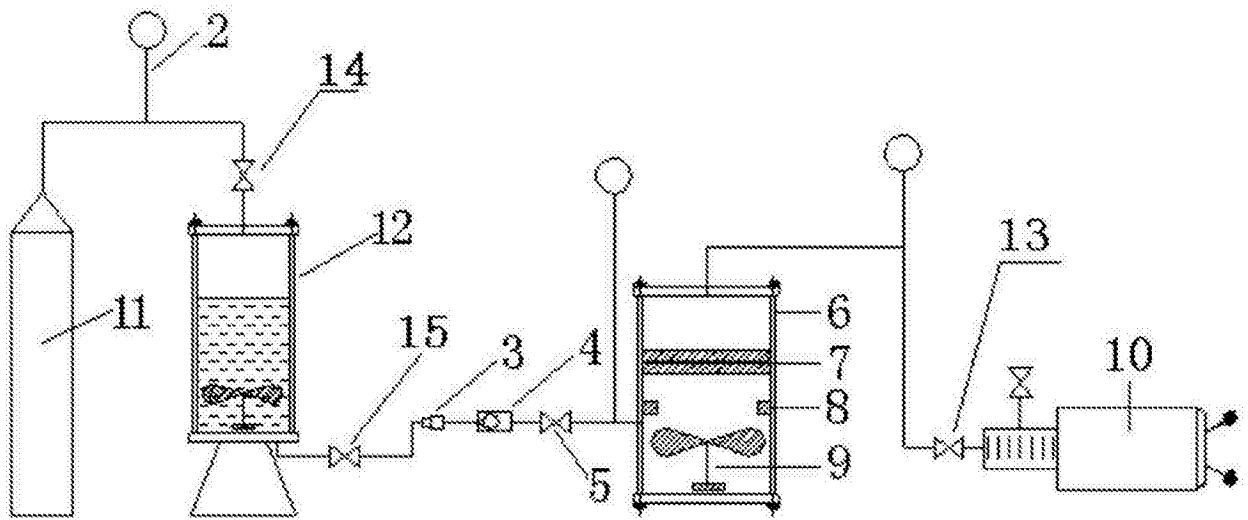


图 2