



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 216387009 U

(45) 授权公告日 2022. 04. 26

(21) 申请号 202121945021.2

(22) 申请日 2021.08.18

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城
西路99号

(72) 发明人 张辉

(74) 专利代理机构 北京劲创知识产权代理事务
所(普通合伙) 11589

代理人 王闯

(51) Int.Cl.

G01N 33/18 (2006.01)

G01N 35/00 (2006.01)

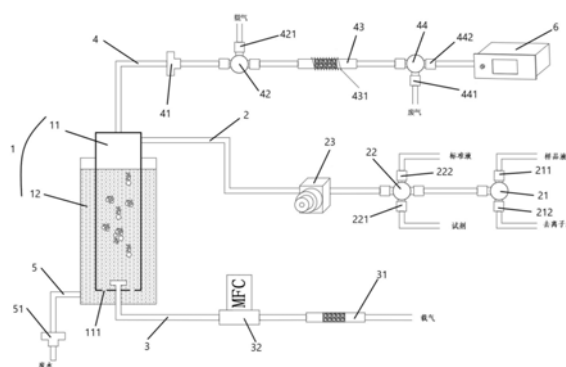
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种用于分析水质总汞的自动分析装置

(57) 摘要

本实用新型涉及一种用于分析水质总汞的自动分析装置,包括容器与所述容器连通的用于输送待测液体样品的第一管路,用于输送载气的第二管路和第三管路;所述第一管路上设有自动进样机构,用于自动输送待测液体样品;所述第二管路上设有反应吹扫捕集机构,用于从所述待测液体样品中还原出元素汞;所述第三管路上设有用于富集与裂解被还原的所述元素汞的富集解析机构和用于分析被裂解的所述元素汞的分析机构;控制器,用于控制所述自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的运行。实现对待测液体样品的自动分析,消除了人为误差和污染,解决了采用传统水质样品总汞分析的繁琐和费时耗力等问题,适用于长期的水质环境自动分析和监测。



1. 一种用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,包括:容器(1)与所述容器(1)连通的用于输送待测液体样品的第一管路(2),用于输送载气的第二管路(3)和第三管路(4);

所述第一管路(2)上设有自动进样机构,用于自动输送待测液体样品;所述第二管路(3)上设有反应吹扫捕集机构,用于从所述待测液体样品中还原出元素汞;

所述第三管路(4)上设有用于富集与裂解被还原的所述元素的汞富集解析机构和用于分析被裂解的所述元素汞的分析机构(6);

控制器,用于控制所述自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的运行。

2. 根据权利要求1所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述自动进样机构包括设于所述第一管路(2)上且相互连通的第一电磁阀(21),第二电磁阀(22)和注射泵(23),所述第二电磁阀(22)设于所述第一电磁阀(21)与所述注射泵(23)之间,所述注射泵(23)设于所述第二电磁阀(22)与所述容器(1)之间,所述第一电磁阀(21)上设有用于输送样品液的第一管接口(211),所述第二电磁阀(22)上设有用于输送试剂的第三管接口(221),所述注射泵(23)用于将所述样品液与所述试剂混合形成的所述待测液体样品输送至所述容器(1)中。

3. 根据权利要求2所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述第一电磁阀(21)上还设有用于输送去离子水的第二管接口(212),所述第二电磁阀(22)上还设有用于输送标准液的第四管接口(222)。

4. 根据权利要求1所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述反应吹扫捕集机构包括设于所述第二管路(3)上的用于净化载气的第一汞富集管(31)以及用于控制载气流量的质量流量控制器(32),所述质量流量控制器(32)设于所述第一汞富集管(31)和所述容器(1)之间。

5. 根据权利要求1所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述富集解析机构包括设于所述第三管路(4)上且相互连通的第一终止阀(41),第三电磁阀(42),第二汞富集管(43)和第四电磁阀(44),所述第一终止阀(41)设于所述容器(1)与所述第三电磁阀(42)之间,所述第二汞富集管(43)设于所述第三电磁阀(42)与所述第四电磁阀(44)之间,所述第三电磁阀(42)上设有用于输送载气的第五管接口(421),所述第四电磁阀(44)上设有用于排放废气的第六管接口(441),所述第二汞富集管(43)内设有用于裂解所述元素汞的加热丝(431)。

6. 根据权利要求5所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述第四电磁阀(44)上还设有与所述分析机构(6)连通的第七管接口(442),所述分析机构(6)为气态汞分析仪。

7. 根据权利要求1所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述容器(1)上还设有用于排放废液的第四管路(5),所述第四管路(5)上设有第二终止阀(51)。

8. 根据权利要求7所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述容器(1)包括相互连通的第一容器(11)和第二容器(12),所述第一容器(11)套设于所述第二容器(12)内且所述第一容器(11)部分穿过所述第二容器(12)的顶部。

9. 根据权利要求8所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述第一容器(11)的底部设有用于连通所述第二容器(12)的通孔(111),所述第二管路(3)的一端依次

穿过所述第二容器(12)和所述第一容器(11)的底部并延伸至所述第一容器(11)内。

10.根据权利要求9所述的用于分析水质总汞的自动分析装置,其特征在于,所述第二容器(12)的底部与所述第四管路(5)连接,所述第一容器(11)的顶部与所述第一管路(2)以及第三管路(4)连接。

一种用于分析水质总汞的自动分析装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及污水监测领域,特别是涉及一种用于分析水质总汞的自动分析装置。

背景技术

[0002] 汞(Mercury),俗称水银,是在常温、常压下唯一存在的一种有生物毒性的银白色液体重金属元素。元素汞的化学性质比较稳定,一般很难溶入水中,然而,一些氧化态的汞离子或化合物则易溶于水中,并具有不同水溶的形态。在水相中,汞通常以无机态、有机态和颗粒态的赋存形式存在,化合物包括 Hg^{2+} 、 CH_3Hg^+ 、 CH_3Hg^+ 、 $\text{CH}_3\text{Hg}(\text{OH})$ 、 CH_3HgCl 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{Hg}^+$ 等形态为主。水相中汞的浓度一般都比较低,绝大多数的自然水体总汞的浓度都是ppt(ng L^{-1})级别,但由于汞非常强的毒性,水中汞浓度超标会导致严重的环境和健康风险。然而现有的传统分析方法需要人工进行采样和保存、进行化学氧化消解、氯化亚锡还原并吹扫富集,过程较为繁琐且需要大量人工处理步骤,不仅容易引入人为误差而且不易实现在线分析,这些缺点决定了传统分析方法将难以满足日益频繁的水质总汞监测需求。虽然也有少数采用高温裂解方法分析水质总汞的仪器,但是检出限都很高,而且只能在实验室测少量的样品。

[0003] 传统的水质总汞分析过程需要手动加入多种化学试剂,部分试剂具有危险性,如氯化溴具有极强氧化性,人体吸入过多非常有害。此外,每个样品需要手动加入各种试剂,非常容易引入人为污染和误差。由于样品前处理步骤较为繁琐,需要经过严格培训的化学实验员才能胜任相关工作;这些缺点是比较不利于水质总汞分析的,而且耗时耗力额,增加分析的成本。

实用新型内容

[0004] (1)要解决的技术问题

[0005] 本实用新型实施例提供一种用于分析水质总汞的自动分析装置,通过控制器对自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的自动控制,实现各机构间的相互协调运作并与分析机构结合,摒弃传统水质总汞分析方法的复杂性,消除人为污染和误差,真正实现水质总汞的自动分析,并节省分析成本。

[0006] (2)技术方案

[0007] 第一方面,本实用新型的实施例提出了一种用于分析水质总汞的自动分析装置,包括容器与所述容器连通的用于输送待测液体样品的第一管路,用于输送载气的第二管路和第三管路;所述第一管路上设有自动进样机构,用于自动输送待测液体样品;所述第二管路上设有反应吹扫捕集机构,用于从所述待测液体样品中还原出元素汞;所述第三管路上设有用于富集与裂解被还原的所述元素汞的富集解析机构和用于分析被裂解的所述元素汞的分析机构;控制器,用于控制所述自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的运行。

[0008] 进一步地,所述自动进样机构包括设于所述第一管路上且相互连通的第一电磁阀,第二电磁阀和注射泵,所述第二电磁阀设于所述第一电磁阀与所述注射泵之间,所述注射泵设于所述第二电磁阀与所述容器之间,所述第一电磁阀上设有用于输送样品液的第一管接口,所述第二电磁阀上设有用于输送试剂的第三管接口,所述注射泵用于将所述样品液与所述试剂混合形成的所述待测液体样品输送至所述容器中。

[0009] 进一步地,所述第一电磁阀上还设有用于输送去离子水的第二管接口,所述第二电磁阀上还设有用于输送标准液的第四管接口。

[0010] 进一步地,所述反应吹扫捕集机构包括设于所述第二管路上的用于净化载气的第一汞富集管以及用于控制载气流量的质量流量控制器,所述质量流量控制器设于所述第一汞富集管和所述容器之间。

[0011] 进一步地,所述富集解析机构包括设于所述第三管路上且相互连通的第一终止阀,第三电磁阀,第二汞富集管和第四电磁阀,所述第一终止阀设于所述容器与所述第三电磁阀之间,所述第二汞富集管设于所述第三电磁阀与所述第四电磁阀之间,所述第三电磁阀上设有用于输送载气的第五管接口,所述第四电磁阀上设有用于排放废气的第六管接口,所述第二汞富集管内设有用于裂解所述元素汞的加热丝。

[0012] 进一步地,所述第四电磁阀上还设有与所述分析机构连通的第七管接口,所述分析机构为气态汞分析仪。

[0013] 进一步地,所述容器上还设有用于排放废液的第四管路,所述第四管路上设有第二终止阀。

[0014] 进一步地,所述容器包括相互连通的第一容器和第二容器,所述第一容器套设于所述第二容器内且所述第一容器部分穿过所述第二容器的顶部。

[0015] 进一步地,所述第一容器的底部设有用于连通所述第二容器的通孔,所述第二管路的一端依次穿过所述第二容器和所述第一容器的底部并延伸至所述第一容器内。

[0016] 进一步地,所述第二容器的底部与所述第四管路连接,所述第一容器(11)的顶部与所述第一管路以及第三管路连接。

[0017] (3) 有益效果

[0018] 综上,本实用新型通过控制器控制自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的相互协调运作并与分析机构结合,利用自动进样机构对待测液体样品在第一管路中实现自动输入与输出,利用反应吹扫捕集机构对储存于容器内的待测液体样品自动输入载气(优选为高纯氮气或氩气),从待测液体样品中还原出呈气态的元素汞,利用汞富集解析机构对气态的元素汞进行富集后再裂解,利用分析机构对气态的元素汞进行分析测试,得出待测液体样品的总汞浓度,实现对待测液体样品的自动分析,无需人工前处理样品,消除了人为误差和污染,解决了采用传统水质样品总汞分析的繁琐和费时耗力等问题,提高了对待测液体样品分析的时效性和高效性,适用于长期的水质环境自动分析和监测,且成本低廉。

附图说明

[0019] 为了更清楚地说明本实用新型实施例的技术方案,下面将对本实用新型实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面所描述的附图仅仅是本实用新型的一

些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0020] 图1是本实用新型的结构示意图。

[0021] 图中:

[0022] 1-容器;11-第一容器;111-通孔;12-第二容器;

[0023] 2-第一管路;21-第一电磁阀;211-第一管接口;212-第二管接口;22-第二电磁阀;221-第三管接口;222-第四管接口;23-注射泵;

[0024] 3-第二管路;31-第一汞富集管;32-质量流量控制器

[0025] 4-第三管路;41-第一终止阀;42-第三电磁阀;421-第五管接口;43-第二汞富集管;431-加热丝;44-第四电磁阀;441-第六管接口;442-第七管接口;

[0026] 5-第四管路;51-第二终止阀;

[0027] 6-气态汞分析仪。

具体实施方式

[0028] 下面结合附图和实施例对本实用新型的实施方式作进一步详细描述。以下实施例的详细描述和附图用于示例性地说明本实用新型的原理,但不能用来限制本实用新型的范围,即本实用新型不限于所描述的实施例,在不脱离本实用新型的精神的前提下覆盖了零件、部件和连接方式的任何修改、替换和改进。

[0029] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本申请中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。下面将参照附图并结合实施例来详细说明本申请。

[0030] 图1是本实用新型实施例的一种用于分析水质总汞的自动分析装置的结构示意图,如图1所示,该装置包括容器1与该容器1连通的用于输送待测液体样品的第一管路2,用于输送载气的第二管路3和第三管路4,该第一管路2上设有自动进样机构,用于自动输送待测液体样品;该第二管路3上设有反应吹扫捕集机构,用于从待测液体样品中还原出元素汞;该第三管路4上设有用于富集与裂解被还原的元素汞的富集解析机构和用于分析被裂解的元素汞的分析机构6,该装置还包括控制器,用于控制所述自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的运行。

[0031] 本实用新型通过控制器控制自动进样机构、反应吹扫捕集机构以及富集解析机构的相互协调运作并与分析机构结合,利用自动进样机构对待测液体样品在第一管路中实现自动输入与输出,利用反应吹扫捕集机构对储存于容器内的待测液体样品自动输入载气(优选为高纯氮气或氩气),从待测液体样品中还原出呈气态的元素汞,利用汞富集解析机构对气态的元素汞进行富集后再裂解,利用分析机构对气态的元素汞进行分析测试,得出待测液体样品的总汞浓度,实现对待测液体样品的自动分析,无需人工前处理样品,消除了人为误差和污染,解决了采用传统水质样品总汞分析的繁琐和费时耗力等问题,提高了对待测液体样品分析的时效性和高效性,适用于长期的水质环境自动分析和监测,且成本低廉。

[0032] 作为一种优选实施方式,如图1所示,该自动进样机构包括设于第一管路2上且相互连通的第一电磁阀21,第二电磁阀22和注射泵23,第二电磁阀22设于第一电磁阀21与注射泵23之间,注射泵23设于第二电磁阀22与容器1之间,该第一电磁阀21上设有用于输送

样品液的第一管接口211,该第二电磁阀22上设有用于输送试剂(为氯化溴,盐酸羟胺或氯化亚锡的混合物)的第三管接口221,该注射泵23用于将样品液与试剂混合形成的待测液体样品输送至容器1中。该第一电磁阀21采用的是三通电磁阀,第二电磁阀22采用的是四通电磁阀,通过控制器控制第一电磁阀21与第二电磁阀22可实现样品液与试剂分别从第一管接口211以及第三管接口221自动输入到第一管路2中,同时关闭第一电磁阀21上的第二管接口212和第二电磁阀22上的第四管接口222以及闭合第一终止阀41和第二终止阀51,控制器控制注射泵23将混合后的样品液与试剂输送至容器1中直至达到容器1的预设值停止注射泵23工作(通过在容器内设有液位传感器(图中未示出),超过液位传感器的位置时停止进液)。

[0033] 作为另一种优选实施方式,如图1所示,该第一电磁阀21上还设有用于输送去离子水的第二管接口212,该第二电磁阀22上还设有用于输送标准液的第四管接口222。为了防止待测液体样品发生交叉污染和降低监测空白值,每测完一个待测液体样品,容器1底部的第二终止阀51会打开,将已经测试过的待测液体样品(即废液)进行排除,然后控制第一电磁阀21上的第二管接口22打开向第一管路2注入去离子水(控制器控制第一电磁阀21的第一管接口211闭合)直至将第一管路2以及容器1内的残余废液清洗净化,然后再闭合第一电磁阀21上的第二管接口22,重新打开第一电磁阀21的第一管接口211向容器1内注入新的待测液体样品,重复上述步骤进行分析测试。在正式测试分析待测液体样品之前,预先根据待测液体样品的汞浓度配置浓度相同的标准液即汞标准溶液(例如,一定浓度的 HgCl_2 或者 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液)并根据该标准液来标定总汞浓度的标准曲线以及用于校准分析机构,由于待测液体样品汞浓度必须用不同梯度浓度的汞标准液做标准曲线,然后分析机构才能根据标准曲线计算待测液体样品的汞浓度,另外分析机构测量汞标准液能够获取该分析机构对汞的回收率,从而判断分析机构对数据测量的精准度,具体操作如下:通过控制器控制第一电磁阀21上的第一管接口211与第二管接口212以及第二电磁阀22上的第三管接口221、第二终止阀51闭合,同时打开第二电磁阀22上的第四管接口222和第一终止阀41,并启动注射泵23将标准液输送至容器1内直至达到容器1的预设值停止注射泵23工作,其他控制过程与待测液体样品测试分析过程一致,这里不再赘述。

[0034] 作为其他可选实施方式。

[0035] 优选地,如图1所示,反应吹扫捕集机构包括设于第二管路3上的用于净化载气的第一汞富集管31以及用于控制载气流量的质量流量控制器32,质量流量控制器32设于第一汞富集管31和容器1之间。当待测液体样品完成自动进料后,通过控制器控制注射泵23停止工作同时打开第一终止阀41,并向第二管路3通入载气(高纯氮气或者氩气),第一汞富集管31对通入的载气进行净化(第一汞富集管采用纯金材料制成或第一汞富集管内壁镀金用于对载气进行净化,去除载气中含有的微量汞,保证载气干净无汞,排除载气对分析结果的干扰),质量流量控制器32对净化后的载气的流量进行控制,例如控制流量为300-400ml/min,达到对待测液体样品进行吹扫从而使得游离的元素汞(试剂与样品液反应会还原出元素汞)气态化而被输送至第三管路4中。

[0036] 优选地,如图1所示,富集解析机构包括设于第三管路4上且相互连通的第一终止阀41,第三电磁阀42,第二汞富集管43和第四电磁阀44,该第一终止阀41设于容器1与第三电磁阀42之间,第二汞富集管43设于第三电磁阀42与第四电磁阀44之间,第三电磁阀42上

设有用于输送载气的第五管接口421,该第四电磁阀44上设有用于排放废气的第六管接口441,该第二汞富集管43内设有用于裂解元素汞的加热丝431。当待测液体样品完成自动进料后,控制器控制第一终止阀41打开并同时关闭第三电磁阀42上的第五管接口421 和第四电磁阀44上的第六管接口441以及第四电磁阀44上的第七管接口442,第二管路3中通入的载气对待测液体样品进行吹扫并将游离的元素汞气态化而被输送至第三管路4中,第二汞富集管43将经过其的气态化的元素汞进行吸附(第二汞富集管采用纯金,石英镀金,碳化硅或者活性炭等材料制作),当吹扫和富集完成后(即控制向第二管路通入载气的时间,大概30-60min,具体时间设置根据待测液体样品的汞浓度大小进行适应性调整或者根据检测第二汞富集管(于其上装设重量传感器)在吸附气态汞前后的重量差值来计算富集汞的重量来控制第二管路通入载气的停启),控制第一终止阀41闭合并停止向第二管路3内通入载气,同时打开第三电磁阀42上的第五管接口 421和第四电磁阀44上的第六管接口441,向第五管接口421通入载气(高纯氮气或者氩气)用于去除第三电磁阀42到第四电磁阀44连通的管路内的杂质气体(主要为第三管路管壁以及第二汞富集管上的水汽,以免高温裂解时载气会将水汽携带进入气态汞分析仪而污染气态汞分析仪),并将该载气与杂质气体的混合气体(即废气)从第六管接口441排出。

[0037] 优选地,如图1所示,该第四电磁阀44上还设有与分析机构6 连通的第七管接口442,该分析机构6为气态汞分析仪。当该杂质气体排除完毕后,控制器控制第四电磁阀44上的第七管接口442打开同时控制加热丝431工作对富集在第二汞富集管43上的元素汞进行高温裂解,在载气的作用下通过第七管接口442进入到气态汞分析仪 6内进行分析测试,得出待测液体样品的总汞浓度,完成待测液体样品的单次测试。

[0038] 优选地,如图1所示,该容器1上还设有用于排放废液的第四管路5,该第四管路5上设有第二终止阀51,当本次测试完成后,控制器控制第三电磁阀42上的第五管接口421和第四电磁阀44上的第六管接口441以及第四电磁阀44上的第七管接口442闭合,同时打开第二终止阀51将已经完成测试的待测液体样品即废液进行排出,待容器1内的废液全部排出后(第四管路5上设有流量计(图中未示出),当流量计监测的流量接近预设值,例如0ml/min,认为全部排出),控制第一电磁阀21的第一管接口211打开并向第一管接口211通入去离子水,控制注射泵23重新启动将去离子水输送至容器1内完成对第一管路2以及容器1的清洗净化,同时控制向第二管路3通入载气对容器1进行吹扫将杂质气体排出,防止待测液体样品测量时发生交叉污染和降低监测空白值。

[0039] 优选地,如图1所示,该容器1包括相互连通的第一容器11和第二容器12,该第一容器11套设于第二容器12内且第一容器11部分穿过第二容器12的顶部,第一容器11的底部设有用于连通第二容器12的通孔111,第二管路3的一端依次穿过第二容器12和第一容器11的底部并延伸至第一容器11内,第二容器12的底部与第四管路5连接,第一容器11的顶部与第一管路2以及第三管路4连接。通过将容器1设计成两个相互嵌套且相互连通的第一容器11和第二容器12,且使得第一容器11的顶部暴露于第二容器12的顶部,使得第一容器11相比第二容器12有用于接收气态化元素汞的空腔(当第二容器被待测液体样品装满时,由于第一容器的顶部高于第二容器,故形成空腔),便于气态化元素汞的收集与输送,最终实现总汞浓度的测试分析,将第四管路5与第二容器12连用于排放废液,由于第一容器11的底部高于第二容器12的底部,所以能够将第一容器 11内的废液全部排出,与此同时,由于第一

容器11的顶部分别与第一管路2以及第三管路4连接,便于去离子水对第一容器11进行全面清洗净化,保障第一容器11内部无废液残留,且第二管路3的输出端延伸至第一容器11内,便于将第一容器11内部进行吹扫用于将第一容器11内部的杂质气体挤出到第二容器12并通过第五管路5全部排出,提高了第二管路3通入到第一容器11内部的载气纯净度,进一步提高对待测液体样品的游离元素汞的气化效率,提升总汞浓度分析的精准度。

[0040] 需要明确的是,本说明书中的各个实施例均采用递进的方式描述,各个实施例之间相同或相似的部分互相参见即可,每个实施例重点说明的都是与其他实施例的不同之处。本实用新型并不局限于上文所描述并在图中示出的特定步骤和结构。并且,为了简明起见,这里省略对已知方法技术的详细描述。

[0041] 以上所述仅为本申请的实施例而已,并不限制于本申请。在不脱离本实用新型的范围的情况下对于本领域技术人员来说,本申请可以有各种更改和变化。凡在本申请的精神和原理之内所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本申请的权利要求范围内。

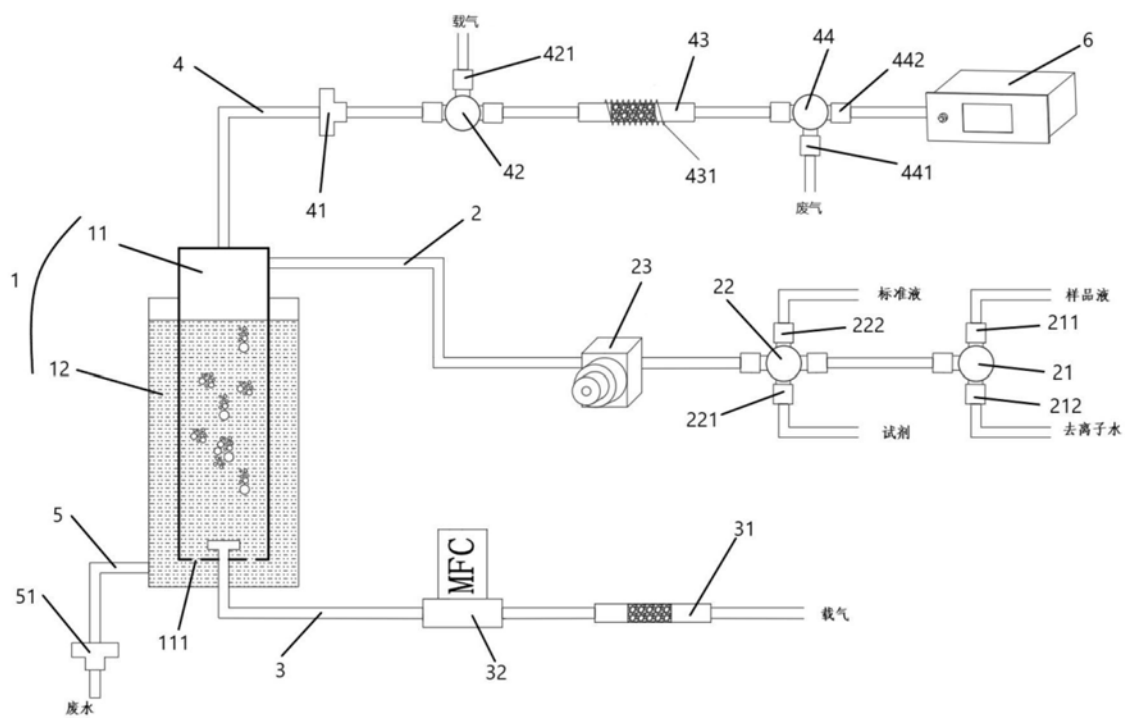


图1