



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114910604 B

(45) 授权公告日 2023. 10. 13

(21) 申请号 202210544306.8

G01N 1/34 (2006.01)

(22) 申请日 2022.05.18

G01N 1/38 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114910604 A

(56) 对比文件

JP H09229929 A, 1997.09.05

CN 114034643 A, 2022.02.11

(43) 申请公布日 2022.08.16

CN 103698325 A, 2014.04.02

(73) 专利权人 江苏一脉科技有限公司

CN 107084860 A, 2017.08.22

地址 225400 江苏省泰州市泰兴市姚王街
道众创集聚区阳江路东延南侧

CN 108982725 A, 2018.12.11

CN 111257313 A, 2020.06.09

(72) 发明人 于文杰 成庆

CN 204789518 U, 2015.11.18

CN 210720283 U, 2020.06.09

(74) 专利代理机构 上海江沪专利代理事务所

(普通合伙) 31446

CN 211235687 U, 2020.08.11

CN 215179680 U, 2021.12.14

专利代理师 伍见

CN 216525767 U, 2022.05.13

WO 2017092368 A1, 2017.06.08

(51) Int. Cl.

G01N 31/16 (2006.01)

G01N 1/14 (2006.01)

审查员 张煜

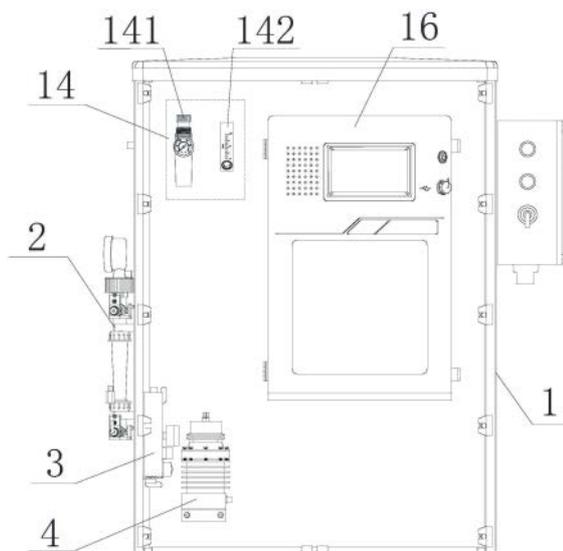
权利要求书2页 说明书8页 附图5页

(54) 发明名称

一种氨盐比在线分析仪及氨盐比的在线分析方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氨盐比在线分析仪,包括主体柜,还包括有设置于主体柜外侧的循环取样器及设置于主体柜内部的分析仪主机、纯水模块及NaCl浓度检测器,分析仪主机包括纯水泵、进料泵、检测杯、排料泵、柱塞泵及六通阀,六通阀设置有一号出口、三号出口以及五号出口三个出口和二号进口、四号进口以及六号进口三个进口,三号出口及排料泵排料端共同连接有液位传感器,检测杯上设置有PH计,主体柜内设置有正压系统,本发明还公开了一种氨盐比的在线分析方法,包括纯水清洗、样品的置换、样品的定量、NaCl浓度检测、样品的稀释以及样品氨含量检测、氨盐比计算及结果传输等步骤,本发明可实现密闭取样且能对氨盐比实现快速、精确在线分析。



1. 一种氨盐比在线分析仪,包括主体柜(1),其特征在于:还包括有设置于主体柜(1)外侧的循环取样器(2)以及设置于主体柜(1)内部的分析仪主机(16)、纯水模块(3)以及NaCl浓度检测器(4);

所述循环取样器(2)下部设置有连接到流通有氨盐水的生产管道上的循环取样器进口(22),循环取样器(2)上部设置有循环取样器出口(23),所述循环取样器(2)内设置有用于过滤杂质和气泡的过滤膜管(21),所述过滤膜管(21)的下端靠近循环取样器进口(22),过滤膜管(21)的上端远离循环取样器进口(22)且通过管路连接到NaCl浓度检测器(4)的进料端;

所述分析仪主机(16)包括纯水泵(5)、进料泵(6)、检测杯(7)、排料泵(8)、柱塞泵(9)以及六通阀(10),所述循环取样器(2)、NaCl浓度检测器(4)与进料泵(6)通过管路依次连接形成样品的供料系统,所述六通阀(10)分别设置有一号出口①、三号出口③以及五号出口⑤三个出口和二号进口②、四号进口④以及六号进口⑥三个进口,进料泵(6)的出料端通过管路连接六通阀(10)的四号进口④,纯水泵(5)的进料端与出料端分别与纯水模块(3)出水口以及六通阀(10)的六号进口⑥连接,六通阀(10)的二号进口②与五号出口⑤通过定量管(11)连通,六通阀(10)的一号出口①通过管路连接检测杯(7)的进料端,六通阀(10)的三号出口③连接有排料管(15),所述排料泵(8)的进料端以及柱塞泵(9)的出料端分别通过管路连通至检测杯(7)的出料端和进料端,排料泵(8)的排料端连接排料管(15),柱塞泵(9)的进料端连通检测溶液;

所述六通阀(10)的进口与出口按照进口-出口-进口的顺序依次相间均匀设置,所述六通阀(10)设置有初始位和第一旋转位,所述六通阀(10)的初始位与第一旋转位之间沿逆时针方向的夹角为 60° ,所述六通阀(10)处于初始位时六通阀(10)的六号进口⑥与一号出口①连通,四号进口④与五号出口⑤连通,二号进口②与三号出口③连通,所述六通阀(10)处于第一旋转位时六通阀(10)的二号进口②连通一号出口①,四号进口④连通三号出口③,五号出口⑤连通六号进口⑥;

所述六通阀(10)的三号出口③以及排料泵(8)的排料端共同连接有一液位传感器(12),所述液位传感器(12)左侧设置有置换样品入口,上方设置有已检物料接口,下方设置有排料口,所述六通阀(10)的三号出口③与液位传感器(12)的置换样品入口通过管路相连,所述排料泵(8)的排料端与液位传感器(12)的已检物料接口通过管路相连,所述液位传感器(12)的排料口连接到排料管(15)。

2. 根据权利要求1所述的一种氨盐比在线分析仪,其特征在于:所述检测杯(7)内设置有搅拌装置。

3. 根据权利要求1所述的一种氨盐比在线分析仪,其特征在于:所述检测杯(7)上设置有用于测定PH值的PH计(13)。

4. 根据权利要求1所述的一种氨盐比在线分析仪,其特征在于:所述主体柜(1)内设置有正压系统(14),所述正压系统(14)包括减压阀(141)和流量计(142)。

5. 根据权利要求1所述的一种氨盐比在线分析仪,其特征在于:所述检测溶液为硫酸。

6. 根据权利要求1所述的一种氨盐比在线分析仪,其特征在于:还包括有显示屏、PLC控制器、PCB控制板以及为其供电的电源,可以将数据通过信号线输出到DCS系统。

7. 根据权利要求1-6任一项所述一种氨盐比的在线分析方法,其特征在于:包括以下步骤

骤:

(1) 纯水清洗:启动纯水泵(5),此时六通阀(10)处于初始位,通过纯水泵(5)进料端吸入纯水并打入到六通阀(10)的六号进口⑥,并经一号出口①送入检测杯(7)中,泵入一定量的纯水后,启动检测杯(7)内的搅拌装置搅拌纯水,对检测杯(7)进行清洗,然后启动排料泵(8)泵出检测杯(7)内的用于清洗的纯水,并经液位传感器(12)的已检物料接口进入液位传感器(12),再经液位传感器(12)的排料口排入到排料管(15)排出,完成纯水清洗,关闭排料泵(8);

(2) 样品的置换:在步骤(1)完成纯水清洗后,启动进料泵(6),经循环取样器(2)内的过滤膜管(21)吸入并过滤得到样品,此时六通阀(10)处于初始位,样品经NaCl浓度检测器(4)后由进料泵(6)打入到六通阀(10)的四号进口④,并经五号出口⑤、定量管(11)、二号进口②,再从三号出口③由液位传感器(12)的置换样品入口进入液位传感器(12),液位传感器(12)检测有无样品进入,进入液位传感器(12)的样品再经液位传感器(12)的排料口排入到排料管(15)排出,完成样品的置换,样品的置换时间控制在25-40秒;

(3) 样品的定量:在步骤(2)样品的置换结束后,连接五号出口⑤和二号进口②的定量管(11)充满样品,将六通阀(10)逆时针旋转 60° ,使六通阀(10)处于第一旋转位,将定量管(11)中的样品控制在定量管(11)中,通过定量管(11)的容积计算定量管(11)中样品的体积,完成下一步用于氨含量的检测的样品的定量;

(4) NaCl浓度检测:在步骤(3)样品的定量过程中,在六通阀(10)逆时针旋转 60° 处于第一旋转位后2~3秒钟后,关闭进料泵(6),启动NaCl浓度检测器(4)对留存在NaCl浓度检测器(4)中的样品测定NaCl浓度;

(5) 样品的稀释:在步骤(3)完成样品的定量后,此时六通阀(10)处于第一旋转位,再次启动纯水泵(5)打入纯水,纯水经六号进口⑥进入并流至五号出口⑤,并将连通五号出口⑤和二号进口②的定量管(11)内的用于氨含量检测的定量的样品冲入至二号进口②,并经一号出口①到达检测杯(7)内,一次泵入一定量的纯水,纯水同时对样品进行稀释,完成样品的稀释后关闭纯水泵(5);

(6) 样品氨含量检测:经步骤(5)完成样品的稀释后,启动柱塞泵(9),从检测溶液中吸入一定浓度的硫酸经管路和检测杯(7)的进料端滴加到检测杯(7)中,在向检测杯(7)中滴加硫酸的过程中PH计(13)一直处于检测状态,检测到突跃点即为终点,关闭柱塞泵(9),再通过滴加的硫酸量计算出样品中含有的氨含量,氨含量检测完成后将六通阀(10)旋转到初始位;

(7) 氨盐比计算及结果传输:将步骤(4)测得的NaCl浓度以及步骤(6)测得的氨含量经数据分析计算出两者比例,即获得氨盐比,并将氨盐比数据以4-20mA的信号通过信号线输出到DCS系统,从而进行生产控制。

一种氨盐比在线分析仪及氨盐比的在线分析方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学分析技术领域,具体涉及一种氨盐比在线分析仪及氨盐比的在线分析方法。

背景技术

[0002] 纯碱的生产过程中,氨盐水与二氧化碳在碳化塔内经过物理化学过程,实现NaCl到NaHCO₃的转化,制得合格NaHCO₃悬浮液,其化学反应为 $\text{NaCl} + \text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{NaHCO}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$,而上述化学反应过程中氨盐比这一参数显得尤为重要,氨盐水约10%-13.5%的氨被塔顶排出的尾气带走,故维持氨盐比为1.110-1.150,出碱液中NH₃与Cl⁻的比例为1:1,若氨盐水自由氨过低则NaCl转化率低,如果含自由氨过高则不但降低Cl⁻浓度,而且使氨转化率降低,造成碳酸化制碱塔堵塔的现象产生。

[0003] 氨盐比的测量是一个比较复杂的过程,目前氨盐比的测量主要通过人工取样,而人工取样分析频次高,工作量很大,挥发的氨气还对人体有一定的伤害,并且检测所需时间较长,不能及时对生产过各中出现的问题进行反馈、处理,所以急需一个能够密闭取样、精确分析的在线设备,并将数据传输到DCS,进行生产控制。

发明内容

[0004] 为了克服现有技术不足,本发明提供一种可以实现在纯碱的生产过程中密闭取样且能够对氨盐比实现快速精确在线分析的氨盐比在线分析仪及氨盐比的在线分析方法。

[0005] 为了达到上述目的,本发明通过如下技术方案实现:

[0006] 一种氨盐比在线分析仪,包括主体柜,还包括有设置于主体柜外侧的循环取样器以及设置于主体柜内部的分析仪主机、纯水模块以及NaCl浓度检测器,所述分析仪主机包括纯水泵、进料泵、检测杯、排料泵、柱塞泵以及六通阀,所述循环取样器、NaCl浓度检测器与进料泵通过管路依次连接形成样品的供料系统,所述六通阀分别设置有一号出口①、三号出口③以及五号出口⑤三个出口和二号进口②、四号进口④以及六号进口⑥三个进口,进料泵的出料端通过管路连接六通阀的四号进口④,纯水泵的进料端与出料端分别与纯水模块出水口以及六通阀的六号进口⑥连接,六通阀的二号进口②与五号出口⑤通过定量管连通,六通阀的一号出口①通过管路连接检测杯的进料端,六通阀的三号出口③连接有排料管,所述排料泵的进料端以及柱塞泵的出料端分别通过管路连通至检测杯的出料端和进料端,排料泵的排料端连接排料管,柱塞泵的进料端连通检测溶液。

[0007] 进一步地,所述循环取样器下部设置有连接到流通有氨盐水的生产管道上的循环取样器进口,循环取样器上部设置有循环取样器出口,所述循环取样器内设置有用于过滤杂质和气泡的过滤膜管,所述过滤膜管的下端靠近循环取样器进口,过滤膜管的上端远离循环取样器进口且通过管路连接到NaCl浓度检测器的进料端。

[0008] 进一步地,所述六通阀的进口与出口按照进口-出口-进口的顺序依次相间均匀设置,所述六通阀设置有初始位和第一旋转位,所述六通阀的初始位与第一旋转位之间沿逆

时针方向的夹角为 60° ，所述六通阀处于初始位时六通阀的六号进口⑥与一号出口①连通，四号进口④与五号出口⑤连通，二号进口②与三号出口③连通，所述六通阀处于第一旋转位时六通阀的二号进口②连通一号出口①，四号进口④连通三号出口③，五号出口⑤连通六号进口⑥。

[0009] 进一步地，所述六通阀的三号出口③以及排料泵的排料端共同连接有一液位传感器，所述液位传感器左侧设置有置换样品入口，上方设置有已检物料接口，下方设置有排料口，所述六通阀的三号出口③与液位传感器的置换样品入口通过管路相连，所述排料泵的排料端与液位传感器的已检物料接口通过管路相连，所述液位传感器的排料口连接到排料管。

[0010] 进一步地，所述检测杯内设置有搅拌装置。

[0011] 进一步地，所述检测杯上设置有用于测定PH值的PH计。

[0012] 进一步地，所述主体柜内设置有正压系统，所述正压系统包括减压阀和流量计。

[0013] 进一步地，所述检测溶液为硫酸。

[0014] 再进一步地，还包括有显示屏、PLC控制器、PCB控制板以及为其供电的电源，可以将数据通过信号线输出到DCS系统。

[0015] 本发明还提供了一种氨盐比的在线分析方法，包括以下步骤：

[0016] (1) 纯水清洗：启动纯水泵，此时六通阀处于初始位，通过纯水泵进料端吸入纯水并打入到六通阀的六号进口⑥，并经一号出口①送入检测杯中，泵入一定量的纯水后，启动检测杯内的搅拌装置搅拌纯水，对检测杯进行清洗，然后启动排料泵泵出检测杯内的用于清洗的纯水，并经液位传感器的已检物料接口进入液位传感器，再经液位传感器的排料口排入到排料管排出，完成纯水清洗，关闭排料泵；

[0017] (2) 样品的置换：在步骤(1)完成纯水清洗后，启动进料泵，经循环取样器内的过滤膜管吸入并过滤得到样品，此时六通阀处于初始位，样品经NaCl浓度检测器后由进料泵打入到六通阀的四号进口④，并经五号出口⑤、定量管、二号进口②，再从三号出口③由液位传感器的置换样品入口进入液位传感器，液位传感器检测有无样品进入，进入液位传感器的样品再经液位传感器的排料口排入到排料管排出，完成样品的置换，样品的置换时间控制在25-40秒；

[0018] (3) 样品的定量：在步骤(2)样品的置换结束后，连接五号出口⑤和二号进口②的定量管充满样品，将六通阀逆时针旋转 60° ，使六通阀处于第一旋转位，将定量管中的样品控制在定量管中，通过定量管的容积计算定量管中样品的体积，完成下一步用于氨含量的检测的样品的定量；

[0019] (4) NaCl浓度检测：在步骤(3)样品的定量过程中，在六通阀逆时针旋转 60° 处于第一旋转位后2~3秒钟后，关闭进料泵，启动NaCl浓度检测器对留存在NaCl浓度检测器中的样品测定NaCl浓度；

[0020] (5) 样品的稀释：在步骤(3)完成样品的定量后，此时六通阀处于第一旋转位，再次启动纯水泵打入纯水，纯水经六号进口⑥进入并流至五号出口⑤，并将连通五号出口⑤和二号进口②的定量管内的用于氨含量检测的定量的样品冲入至二号进口②，并经一号出口①到达检测杯内，一次泵入一定量的纯水，纯水同时对样品进行稀释，完成样品的稀释后关闭纯水泵；

[0021] (6) 样品氨含量检测:经步骤(5)完成样品的稀释后,启动柱塞泵,从检测溶液中吸入一定浓度的硫酸经管路和检测杯的进料端滴加到检测杯中,在向检测杯中滴加硫酸的过程中PH计一直处于检测状态,检测到突跃点即为终点,关闭柱塞泵,再通过滴加的硫酸量计算出样品中含有的氨含量,氨含量检测完成后将六通阀旋转到初始位;

[0022] (7) 氨盐比计算及结果传输:将步骤(4)测得的NaCl浓度以及步骤(6)测得的氨含量经数据分析计算出两者比例,即获得氨盐比,并将氨盐比数据以4-20mA的信号通过信号线输出到DCS系统,从而进行生产控制。

[0023] 与现有技术相比,本发明的有益效果如下:

[0024] (1) 本发明提供一种氨盐比在线分析仪,通过在主体柜内设置NaCl浓度检测器和检测杯,在通过循环取样器取样后通过NaCl浓度检测器检测样品中NaCl浓度,然后再将同一批样品送入检测杯,通过向检测杯的样品中加入一定量0.1mol/L硫酸并结合PH计测定氨含量,将NaCl浓度和氨含量经数据分析计算出两者比例后,可立即将结果以4-20mA的信号通过信号线输出到DCS系统,从而进行生产控制,实现了氨盐比的在线分析,结构简单,相比于人工取样,从取样到分析出结果过程大大简化,工作量小,时间短,效率高,避免了人工取样由于分析频次高,造成工作量很大以及氨气挥发对人体的伤害以及对环境的污染。

[0025] (2) 纯水清洗可以避免检测杯中的残留对检测结果可能造成的影响,样品的置换保证了样品的新鲜,使样品的状态和生产管道中的氨盐水的状态尽可能一致,保证了氨含量检测结果的准确性。

[0026] (3) 本发明通过对六通阀流道结构的改进,将进口和出口间隔均匀设置,可以先通过六通阀完成对检测杯的纯水清洗、样品置换,然后通过旋转六通阀切换流道,通过连接二号进口②与五号出口⑤的定量管完成检测氨含量所需的样品的定量,可以实现每次150 μ L的微量定量,并通过20mL纯水的泵入将定量管中的样品冲入检测杯中从而完成样品的稀释,不仅检测结果准确,同时消耗检测溶液也较少,保证了检测的高精度。

[0027] (4) 采用液位传感器的主要作用是检测开始后,进料泵开始抽取样品并置换样品,此时通过检测是否有样品从样品入口进入液位传感器而检测是否抽到样品,如果样品因为结晶堵住则抽不到样品,这样可以判断取样端是否出现结晶堵塞,保证了分析过程的顺利进行,进一步提高了检测的准确性,同时将排料泵的排料端与液位传感器上方的已检物料接口连接,此时液位传感器相当于一个三通接头,这样从样品入口进入的样品和排料泵的排料端泵出的检测杯中的废液可以共用一个排料管排出,使分析仪主机结构更紧凑、合理。

[0028] (5) 采用循环取样器取样,氨盐水自生产管道从循环取样器下部的循环取样器进口流入,又从循环取样器上部的循环取样器出口流回到生产管道,并由位于循环取样器中的过滤膜管以及进料泵的吸入完成氨盐水的取样,这样一方面保证了生产过程的正常进行,另一方面使循环取样器中的氨盐水一直处于流动状态,保证了样品的新鲜,因为氨水极易挥发出氨气,属于有毒有害气体,所以采用了密闭的循环取样器,同时氨盐水含有比较多的杂质和气泡还需要进行过滤,所以在循环取样器内装有过滤膜管,这样取出来的样品就是比较干净的样品,利于检测,能通过过滤有效去除其中的杂质和气泡,在保证取样快速、连续的同时,提高了检测、分析的准确性。

[0029] (6) 通过循环取样器和进料泵一次取样,分别测试NaCl浓度和氨含量,保证了检测样品的同步性,从而确保了检测结果的准确性,能够对生产过程实现及时、准确监控。

[0030] (7)本发明提供的在线分析仪通过纯水冲洗检测杯、样品的置换、样品的定量和稀释、设置液位传感器等手段排除多种干扰,能够保证测定数值的准确度,并通过六通阀实现微量定量取样,大大减少了所需的检测溶液即硫酸,这样不仅能保证快速进行检测、分析,同时保证了检测的精确性,检测的精度可达 $\pm 1\%$ 。

[0031] (8)本发明提供的在线分析仪设置有正压系统,取样采用密闭带压取样,防止氨气挥发同时也不容易造成溶液结晶堵塞,向主体柜内充入压缩空气,使主体柜内气压保持正压,起到保护仪表的作用,防止一些腐蚀性气体进入,避免了分析仪工作过程中的故障,延长了分析仪的使用寿命。

附图说明

[0032] 图1是本发明一种氨盐比在线分析仪的结构示意图;

[0033] 图2是图1中分析仪主机的结构示意图;

[0034] 图3是进行在线分析时样品的置换时管路连通示意简图;

[0035] 图4是进行在线分析时样品的定量以及稀释时管路连通示意简图;

[0036] 图5是图1中循环取样器的结构示意图。

[0037] 图1-5中:1-主体柜;2-循环取样器;21-过滤膜管;22-循环取样器进口;23-循环取样器出口;3-纯水模块;4-NaCl浓度检测器;5-纯水泵;6-进料泵;7-检测杯;8-排料泵;9-柱塞泵;10-六通阀;11-定量管;12-液位传感器;13-PH计;14-正压系统;141-减压阀;142-流量计;15-排料管;16-分析仪主机。

具体实施方式

[0038] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明,应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0039] 如图1~图5所示的一种氨盐比在线分析仪,包括主体柜1,还包括有设置于主体柜1外侧的循环取样器2以及设置于主体柜1内部的分析仪主机16、纯水模块3以及NaCl浓度检测器4,所述分析仪主机16包括纯水泵5、进料泵6、检测杯7、排料泵8、柱塞泵9以及六通阀10,所述循环取样器2、NaCl浓度检测器4与进料泵6通过管路依次连接形成样品的供料系统,所述六通阀10分别设置有一号出口①、三号出口③以及五号出口⑤三个出口和二号进口②、四号进口④以及六号进口⑥三个进口,进料泵6的出料端通过管路连接六通阀10的四号进口④,纯水泵5的进料端与出料端分别与纯水模块3出水口以及六通阀10的六号进口⑥连接,六通阀10的二号进口②与其五号出口⑤通过定量管11连通,六通阀10的一号出口①通过管路连接检测杯7的进料端,六通阀10的三号出口③连接有排料管15,所述排料泵8的进料端以及柱塞泵9的出料端分别通过管路连通至检测杯7的出料端和进料端,排料泵8的排料端连接排料管15,柱塞泵9的进料端连通检测溶液。

[0040] 其中,所述循环取样器2下部设置有连接到流通有氨盐水的生产管道上的循环取样器进口22,生产管道中的氨盐水自循环取样器进口22进入循环取样器2,循环取样器2上部设置有循环取样器出口23,氨盐水由循环取样器出口23流回到流通有氨盐水的生产管道中,所述循环取样器2内设置有用于过滤杂质和气泡的过滤膜管21,具体结构可以参见图5,

过滤膜管21的下端靠近循环取样器进口22,过滤膜管21的上端远离循环取样器进口22且通过管路连接到NaCl浓度检测器4的进料端,所述NaCl浓度检测器4的出料端与进料泵6的进料端通过管路连接,所述六通阀10的进口与出口按照进口-出口-进口的顺序依次相间均匀设置,即按一号出口①、二号进口②、三号出口③、四号进口④、五号出口⑤、六号进口⑥的顺序沿六通阀10周向依次相间均匀设置,所述六通阀10设置有初始位和第一旋转位,六通阀10的第一旋转位设置于初始位的逆时针方向上,六通阀10的初始位与第一旋转位之间沿逆时针方向的夹角为 60° ,所述六通阀10处于初始位时六通阀10的六号进口⑥与一号出口①连通,四号进口④与五号出口⑤连通,二号进口②与三号出口③连通,具体结构可以参见图3,将六通阀10逆时针旋转 60° ,使六通阀10处于第一旋转位,具体结构可以参见图4,六通阀10处于第一旋转位时六通阀10的二号进口②连通一号出口①,四号进口④连通三号出口③,五号出口⑤连通六号进口⑥。

[0041] 为了检测出循环取样器2是否结晶堵塞以及减少连接管路用的三通接头的数量,使分析仪主机16内管路排布更紧凑、合理,所述六通阀10的三号出口③以及排料泵8的排料端共同连接有液位传感器12,所述液位传感器12左侧设置有置换样品入口,上方设置有已检物料接口,下方设置有排料口,所述六通阀10的三号出口③与液位传感器12的置换样品入口通过管路相连,所述排料泵8的排料端与液位传感器12的已检物料接口通过管路相连,所述液位传感器12的排料口连接到排料管15,所述检测杯7内设置有搅拌装置,搅拌装置采用一微型电机带动的搅动棒,搅动棒上设置有搅拌叶片;所述检测杯7上设置有用于测定PH值的PH计13;所述主体柜1内设置有正压系统14,所述正压系统14包括减压阀141和流量计142,本分析仪取样采用密闭带压取样,防止氨气挥发同时也不容易造成溶液结晶堵塞,向主体柜1内充入压缩空气,使主体柜1内气压保持正压,起到保护仪表的作用,防止一些腐蚀性气体进入;所述检测溶液为硫酸。

[0042] 需要说明的是,无论是图3中六通阀10处于初始位时六通阀10的六号进口⑥与一号出口①、四号进口④与五号出口⑤、二号进口②与三号出口③之间的连通,还是图4中六通阀10处于第一旋转位时六通阀10的二号进口②与一号出口①、四号进口④与三号出口③、五号出口⑤与六号进口⑥之间的连通,都是通过六通阀10内部的流道连通,在图中均以虚线表示,而其它通过管路连接的,在图中以实线表示,六通阀10的二号进口②与五号出口⑤通过定量管11连接,在图中也以实线表示。

[0043] 本发明提供的一种氨盐比在线分析仪还设置有显示屏、PLC控制器、PCB控制板以及为其供电的24V开关电源,可以将数据以4-20mA的信号通过信号线输出到DCS系统。

[0044] 本发明提供的一种氨盐比在线分析仪,其中循环取样器2连接到流通有氨盐水的生产管道上进行取样,纯水模块3连接纯水,其在具体操作时,主要包括纯水清洗、样品的置换、样品的定量、NaCl浓度检测、样品的稀释以及样品氨含量检测、氨盐比计算及结果传输等几个步骤:

[0045] (1) 纯水清洗

[0046] 该步骤主要是为了排除上一次取样检测分析后可能遗留在检测杯7内的残留物带来的干扰,具体操作如下,启动纯水泵5,此时六通阀10处于初始位,通过纯水泵5进料端吸入纯水并打入到六通阀10的六号进口⑥,参见图3,初始位时六通阀10的六号进口⑥与一号出口①连通,一号出口①通过管路连接检测杯7的进料端,纯水通过一号出口①进入到检测

杯7内,泵入一定量的纯水后,启动检测杯7内的搅拌装置搅拌纯水,对检测杯7进行清洗,本实施例用于清洗的纯水量为25~40mL,然后启动排料泵8,排料泵8泵出检测杯7内的用于清洗的纯水,排料泵8的排料端可以直接连接到排料管15(排料泵8的排料端与排料管15的直接连接图中未示出),在此连接状态下,排料泵8的排料端泵出的用于清洗的纯水直接通过排料管15排出,但为了减少管路与管理之间连接用的三通接头,使分析仪主机16内管路排布更合理,结构更紧凑,排料泵8的排料端通过管路连接到液位传感器12的已检物料接口,此时排料泵8的排料端泵出的用于清洗的纯水经液位传感器12的已检物料接口进入液位传感器12后再经液位传感器12的排料口排入到排料管15,最终排出,完成纯水清洗,关闭排料泵8,这样就可以排除上一次取样检测分析可能带来的干扰。

[0047] (2)样品的置换

[0048] 再参见图3,在步骤(1)完成纯水清洗后,启动进料泵6,生产管道中的氨盐水经循环取样器2内的过滤膜管21吸入并过滤得到样品,此时六通阀10仍处于初始位,样品经NaCl浓度检测器4后由进料泵6打入到六通阀10的四号进口④,初始位时六通阀10的四号进口④与五号出口⑤连通,五号出口⑤通过定量管11连通二号进口②,二号进口②又与三号出口③连通,样品最后经三号出口③排出,此时样品可以直接排入到排料管15中而排出(三号出口③与排料管15的直接连接图中未示出),但为了检查循环取样器2能否正常取样,将三号出口③与液位传感器12的置换样品入口通过管路相连,即样品经三号出口③排出后通过管路进入到液位传感器12内,并从液位传感器12的排料口排入到排料管15排出,这样就完成了样品的置换,样品的置换时间为25~40秒,样品的置换主要是因为循环取样器2中会有一段氨盐水为不新鲜液体,在过滤膜管21开始取样时需要将这一部分不新鲜液体排除干净,此时经三号出口③排出的样品也相当于废液。

[0049] 需要说明的是,上述步骤中液位传感器12的排料口连接有排料管15,液位传感器12主要是为了检测是否有样品液体从置换样品入口进入,此时液位传感器检测到液体,说明循环取样器2能正常取样未被结晶堵住,检测、分析过程可以继续,相反如果检测不到液体,则可以判定循环取样器2已被结晶堵塞,需要通过人工清理等方式来处理重新取样。

[0050] (3)样品的定量

[0051] 在步骤(2)样品的置换结束后,将六通阀10逆时针旋转60°,使六通阀10处于第一旋转位,此时二号进口②连通一号出口①,四号进口④连通三号出口③,五号出口⑤连通六号进口⑥,具体可以参见图4,由于在步骤(2)样品的置换过程中,样品的流通必须经过连接五号出口⑤和二号进口②的定量管11,因此样品置换一段时间后定量管11中充满样品,六通阀10处于第一旋转位时定量管11与四号进口④和三号出口③再已无法连通,再无样品进入定量管11,也无样品从定量管11中流出,可以将定量管11中的样品控制在定量管11中,由于定量管11的容积是固定的,因此定量管11中的样品的体积是固定的,可以通过计算得到定量管11中的样品的体积,而定量管11中的样品将用于下一步的氨含量的检测,因此就完成了用于氨含量的检测的样品的定量。

[0052] (4)NaCl浓度检测

[0053] 在步骤(3)样品的定量过程中,在六通阀10逆时针旋转60°处于第一旋转位后2~3秒钟后,关闭进料泵6,此时在NaCl浓度检测器4内仍留存有样品,启动NaCl浓度检测器4对

其中的样品测定NaCl浓度。

[0054] (5)样品的稀释

[0055] 在步骤(3)完成样品的定量后,再次启动纯水泵5,此时六通阀10处于第一旋转位,进料泵6处于关闭状态,纯水泵5打入纯水,纯水经六号进口⑥进入流至五号出口⑤,并将连通五号出口⑤和二号进口②的定量管11内的用于氨含量检测的定量的样品冲入至二号进口②,由于二号进口②连通一号出口①,因此纯水和定量的样品最终经一号出口①到达检测杯7内,一次泵入一定量的纯水,本实施一次泵入的纯水量为20mL,纯水同时对样品进行稀释,完成样品的稀释后关闭纯水泵5。

[0056] (6)样品氨含量检测

[0057] 在步骤(5)完成样品的稀释后,启动柱塞泵9,从检测溶液中吸入一定浓度的硫酸经管路和检测杯7的进料端滴加到检测杯7中,本实施例采用浓度为0.1mol/L的硫酸,在向检测杯7中滴加硫酸的过程中PH计13一直处于检测状态,检测到突跃点即为终点,关闭柱塞泵9,再通过滴加的硫酸量计算出样品中含有的氨含量,氨含量检测完成后将六通阀10旋转到初始位。

[0058] (7)氨盐比计算及结果传输

[0059] 将步骤(4)测得的NaCl浓度以及步骤(6)测得的氨含量经数据分析计算出两者比例,即获得氨盐比,并将氨盐比数据以4-20mA的信号通过信号线输出到DCS系统,从而进行生产控制。

[0060] 本发明提供的一种氨盐比在线分析仪按照氨盐比的在线分析方法进行了试验,试验时生产线工艺条件是:氨盐水:FNH₃为102-105tt,TCI⁻为90-92tt(tt是盐碱行业的一个常用单位,单位换算为1tt=1/20当量浓度=0.85kg/m³),温度为42℃以下,从凌晨2点至第二天晚上10点,每隔两小时进行一次分析,其结果与人工取样的检测结果对比如下:

检测时间	人工检测的氨含量(FNH ₃)	本发明一种氨盐比在线分析仪检测的氨含量	人工检测的氯离子含量(TCI ⁻)	本发明一种氨盐比在线分析仪检测的氯离子含量	人工检测的氨盐比	本发明一种氨盐比在线分析仪检测的氨盐比
2:00	103.5	104.32	91	91.1	1.137	1.145
4:00	103.5	105.13	91.5	91.5	1.131	1.149
6:00	104	104.75	91.5	91.45	1.137	1.145
8:00	103	104.29	91.5	91.6	1.126	1.139
10:00	103	104.33	91	91.11	1.132	1.145
12:00	103	104.15	91	91.43	1.132	1.139
14:00	103.5	104.35	91.5	91.21	1.131	1.144
16:00	104.5	105.35	91.5	91.1	1.142	1.156
18:00	103.5	104.59	91.5	91.47	1.131	1.143
20:00	103.5	104.15	91.5	91.44	1.131	1.139
22:00	103	103.91	91	91.13	1.132	1.140

[0062] 从上述数据分析可知,本发明一种氨盐比在线分析仪检测的氨含量由于在密闭环境中取样,氨不易挥发,测得的氨含量比较接近生产管道的真实情况,有利于对生产过程的监测与控制。

[0063] 上述实施例仅仅是对本发明的优选实施方式进行描述,并非对本发明的构思和范围进行限定。在不脱离本发明设计构思的前提下,本领域普通技术人员对本发明的技术方案做出的各种变通和改进,均应落入到本发明的保护范围,本发明请求保护的技术内容,已经全部记载在权利要求书中。

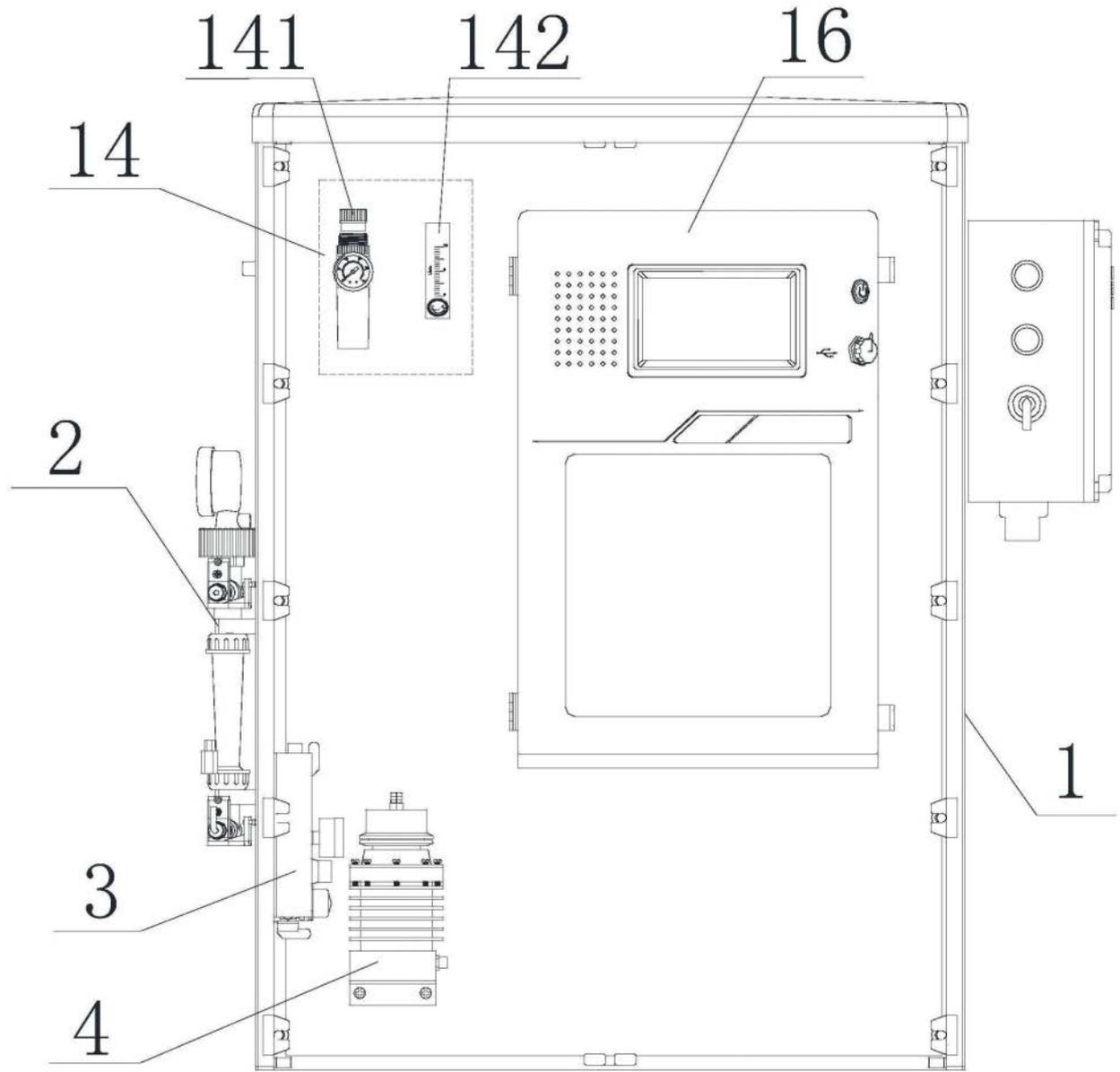


图1

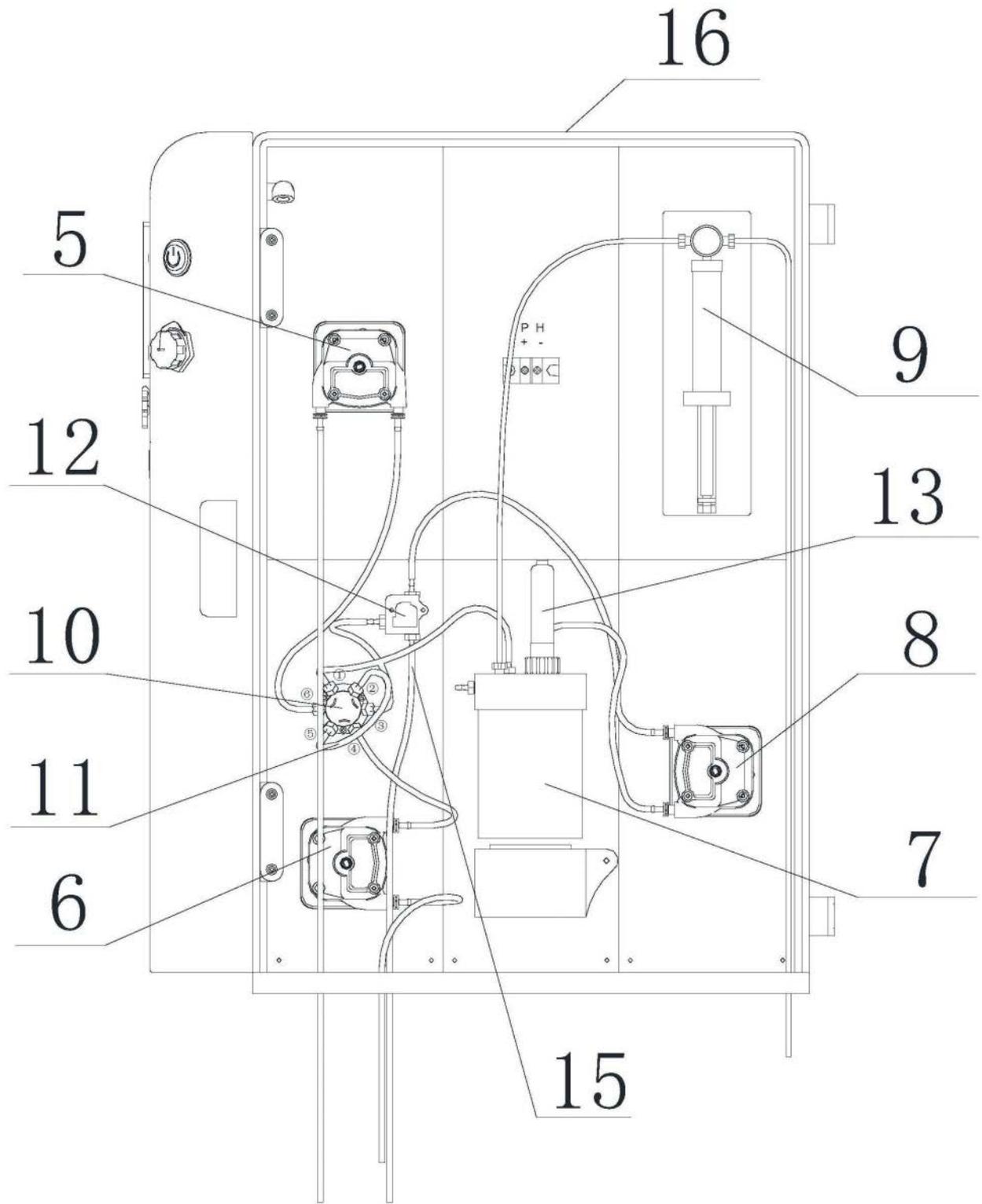


图2

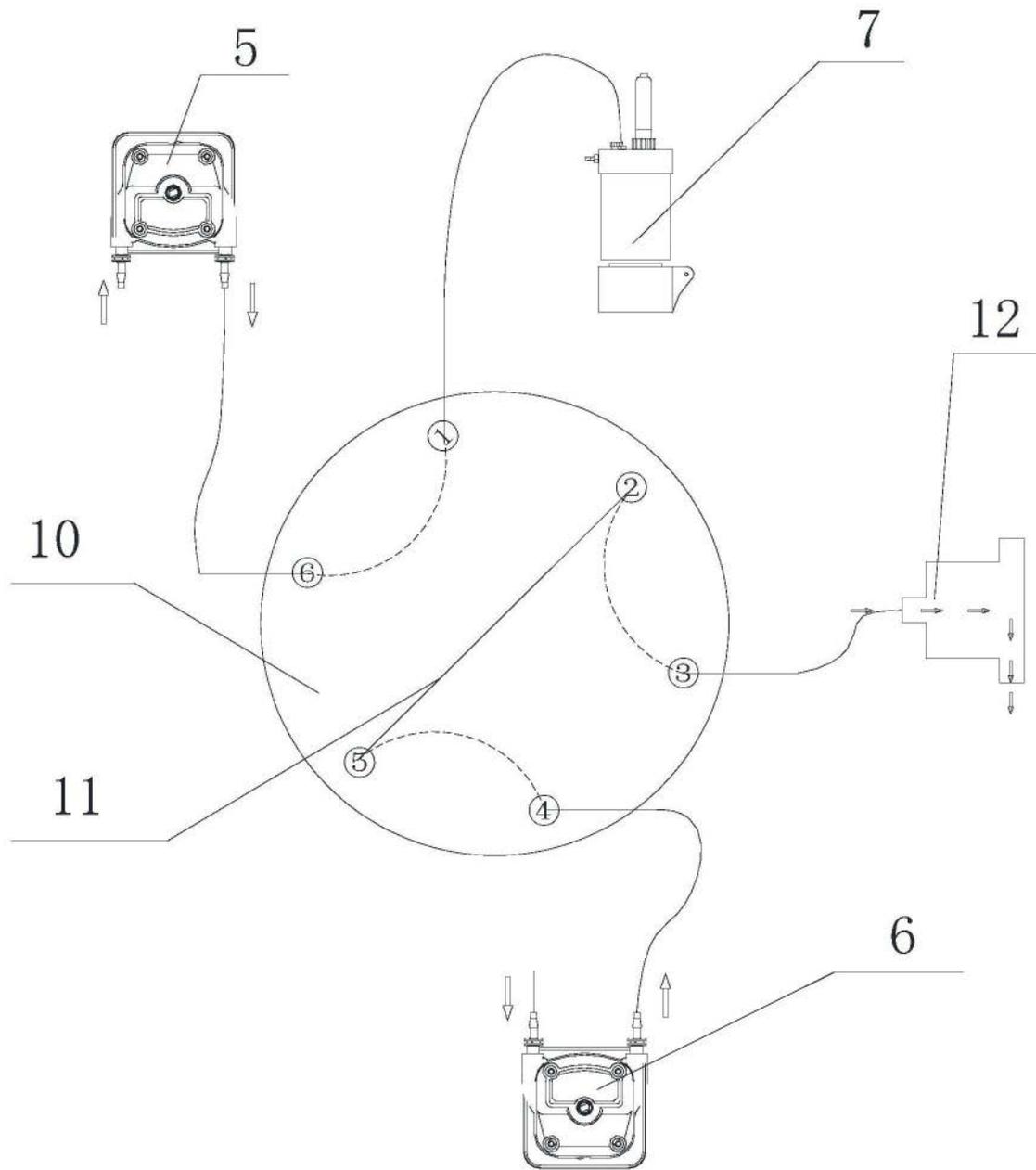


图3

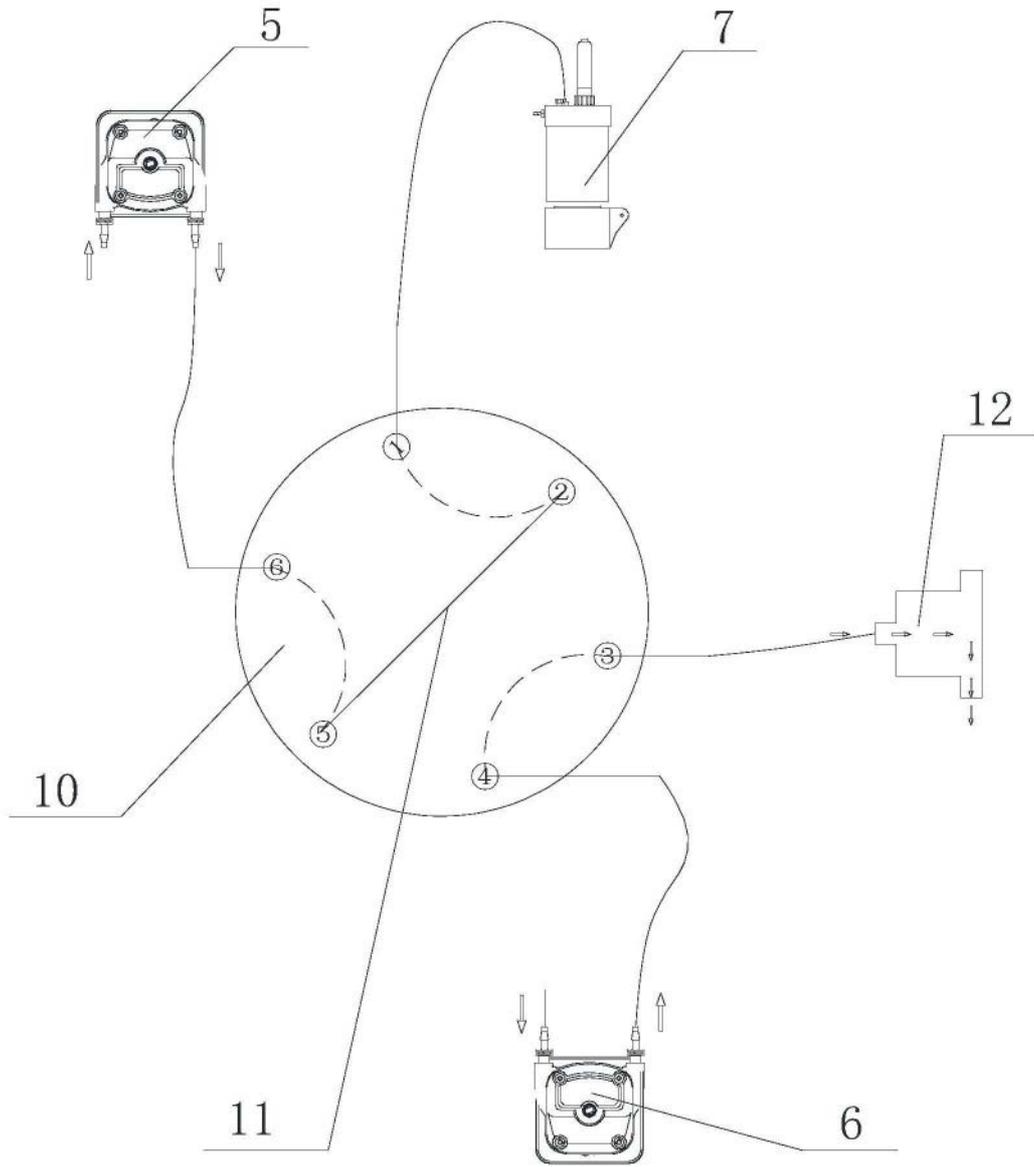


图4

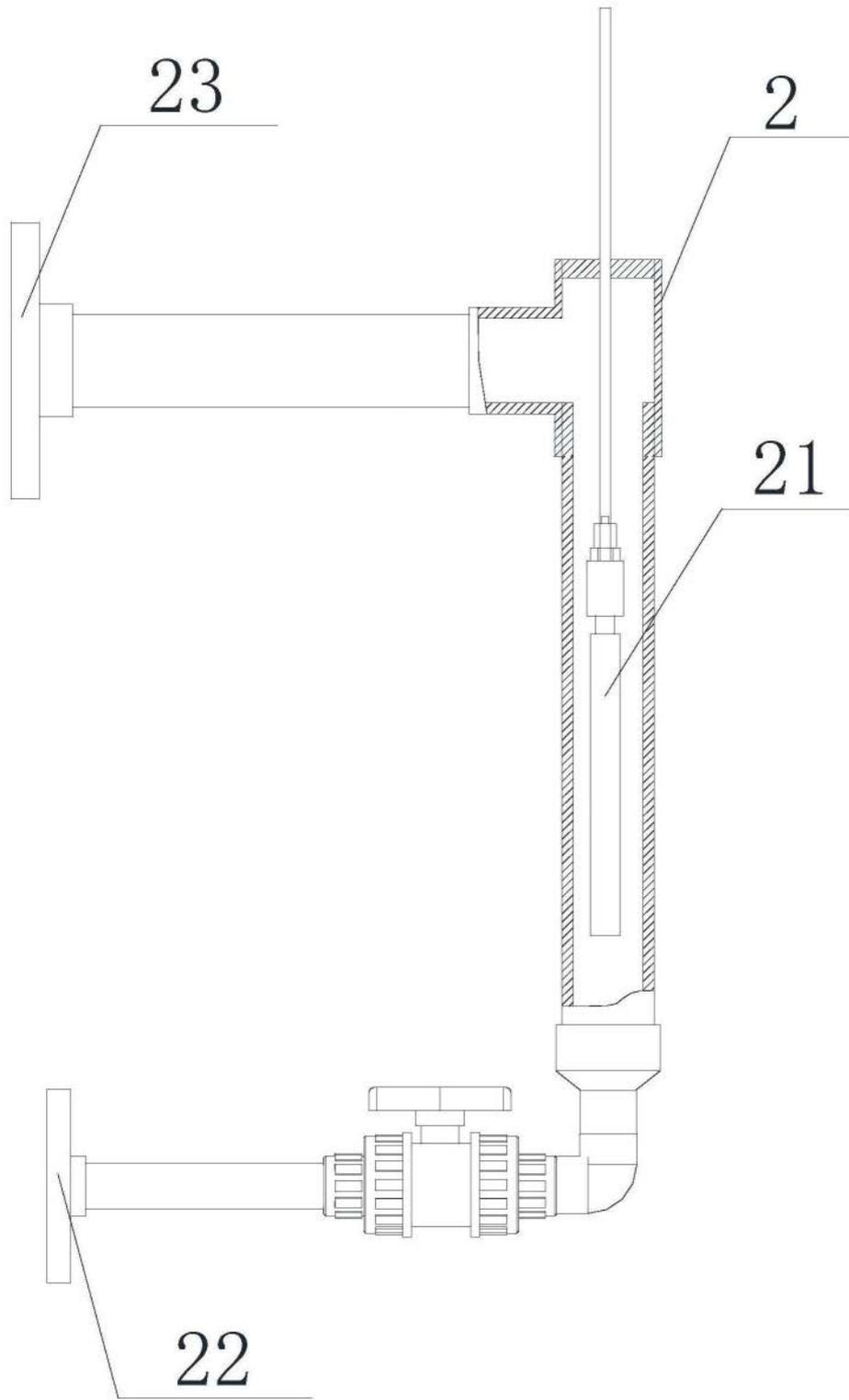


图5