

分析与监测

DOI: 10. 19853/j. zgjsps. 1000-4602. 2022. 14. 022

基于顺序注射分析技术的水质快速监测设备设计

徐明刚, 韩士磊, 李文, 陈梦凡

(北方工业大学 机械与材料工程学院, 北京 100144)

摘要: 针对目前水质监测设备监测参数不够全面、监测周期长,以及设备维护成本高、维护时间长等问题,基于顺序注射分析技术(Sequential Injection Analysis, SIA),采用超声空化消解方法,集成故障诊断专家系统,设计了一种可实现温度(TEM)、酸碱度(pH)、浊度(TURB)、溶解氧(DO)、电导率(COND)、总磷(TP)、总氮(TN)、氨氮(NH₃-N)、化学需氧量(COD)等9项水质参数监测的快速监测设备。试验结果表明,对TP、TN、NH₃-N和COD的检出限分别为0.01、0.05、0.01、20 μg/mL。测定结果的相对标准偏差(RSD)分别为0.56%~1.94%、1.65%~1.96%、0.62%~1.92%、1.32%~2.92%,准确度分别为-3.41%~-1.15%、-3.27%~1.19%、-0.63%~2.12%、0.60%~3.65%。故障诊断专家系统能够对水质监测过程中的故障源进行精准定位。该系统对于缩短水质监测时间、降低设备维护成本、简化水质检测过程具有重要意义。

关键词: 水质监测; 顺序注射分析; 超声空化

中图分类号: TU99 **文献标识码:** B **文章编号:** 1000-4602(2022)14-0133-06

Design of Water Quality Rapid Monitoring Equipment Based on Sequential Injection Analysis Technology

XU Ming-gang, HAN Shi-lei, LI Wen, CHEN Meng-fan

(Institute of Mechanical and Material Engineering, North China University of Technology, Beijing 100144, China)

Abstract: At present, water quality monitoring equipment has the problems of limited monitoring parameters, long monitoring period, high maintenance cost and long maintenance time, etc. A rapid monitoring equipment based on sequential injection analysis (SIA) technology, ultrasonic cavitation digestion method and fault diagnosis expert system was used to realize nine water quality parameters monitoring, including temperature (TEM), power of hydrogen (pH), turbidity (TURB), dissolved oxygen (DO), electrical conductivity (COND), total phosphorus (TP), total nitrogen (TN), ammonia nitrogen (NH₃-N) and chemical oxygen demand (COD). The minimum detection limits of TP, TN, NH₃-N and COD were 0.01, 0.05, 0.01 and 20 μg/mL, respectively. The relative standard deviations (RSD) were 0.56%~1.94%, 1.65%~1.96%, 0.62%~1.92% and 1.32%~2.92%, respectively, and the accuracy were -3.41%~-1.15%, -3.27%~1.19%, -0.63%~2.12% and 0.60%~3.65%, respectively. The fault diagnosis expert system could accurately locate the fault source in the process of water quality monitoring. This system is of great significance to shorten the water quality monitoring time, reduce the equipment maintenance costs, and simplify the water quality testing process.

Key words: water quality monitoring; sequential injection analysis; ultrasonic cavitation

水质自动监测系统是水资源保护和监督管理的基础。各地水利局、水利保护部门及环保仪器公司研发了多种水质监测设备,但其监测周期长、检测过程复杂、水质参数比较单一,缺乏能够在线自动监测多种水质参数的快速监测设备。此外,各类水质监测设备普遍缺乏故障诊断模块,设备发生故障时维护成本高且时间长,造成监测数据缺失。

顺序注射分析技术^[1] (Sequential Injection Analysis, SIA)精确度高,样品和试剂消耗少,完全自动化且无需改变流路即可检测多种样品,非常适合应用于环境监测等领域^[2-3]。超声空化消解^[4]的原理为超声波空化现象,其操作简单、消解时间短。韩双来等^[5]设计了基于SIA的总氮在线分析仪,但未见有基于SIA,采用超声空化消解的水质监测设备报道。

故障诊断专家系统^[6]是一类模拟领域专家对设备进行故障诊断的软件系统。其主要根据专家知识库、设备运行参数和一般设定阈值对系统进行判断以达到故障诊断目的^[7]。其在核电站^[8]、航天、化工等诸多领域被广泛应用,但在水质监测设备上未见有应用。

笔者设计了一种基于顺序注射分析技术的水质快速监测设备,将水质常五项参数监测与基于SIA的微试剂水质监测相结合,以实现不同水质参数的在线监测;在监测单元中采用超声空化消解法,缩短水样消解时间;同时在水质监测系统中引入故障诊断专家系统,辅助维护人员对主要故障源进行及时诊断,以缩短维护时间,降低维护成本。

1 水质快速监测设备设计

1.1 水质监测系统整体设计

监测系统包括三个单元:电源模块单元、下位机单元和上位机单元。其整体框架见图1。

电源模块单元作为系统的能量来源,是水质监测系统的基础。设备能量来源于UPS电源,当正常供电时,UPS电源作为稳压器为整个系统提供稳定电压,并通过AC220 V转DC24 V开关电源为水质常五项参数监测单元和微试剂水质监测单元提供供电电压;当水质监测设备在偏远地区工作时,会出现掉电或欠压现象,这时UPS电源作为蓄电池为系统持续供电。下位机单元包含了光源模块、数据采集模块、数据处理模块、UART通信模块、GPRS网络服务器通信模块等;MCU实现下位机单元与各个模

块的控制,还可通过GPRS模块将数据上传至网络服务器。上位机单元程序编写通过LabVIEW实现,主要功能包括数据显示、数据存储、远程控制等模块;MCU与工控机之间采用RS485通信。

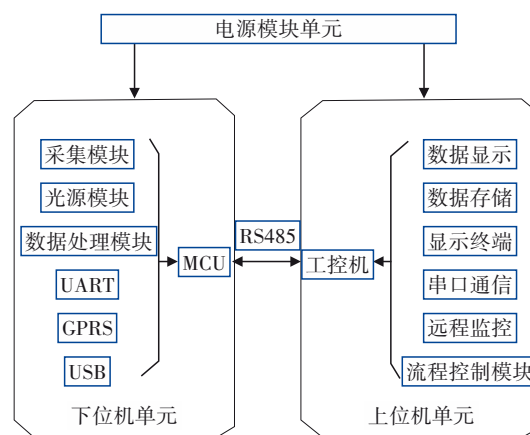


图1 水质监测系统整体框架

Fig.1 Overall frame of water quality monitoring system

1.2 水质监测设备机械结构设计

水质快速监测设备整体结构如图2所示。

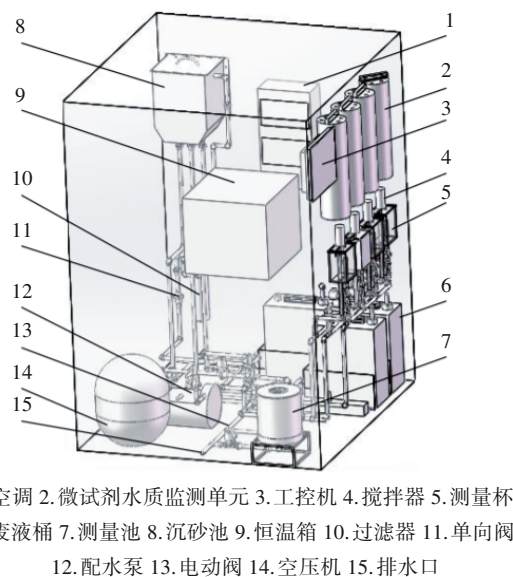


图2 水质快速监测设备整体结构

Fig.2 Overall structure of water quality rapid monitoring equipment

源水泵抽取待测水样进入沉砂池,作为常五项水质监测和微试剂水质监测水源供给,待沉淀完毕后一部分水样通过过滤器进入测量池,进行常五项水质监测流程,沉砂池、测量池和测量杯都装有液位传感器,水泵抽取水样达到指定水位后,控制单

元关闭单向阀停止进水;沉砂池另一部分水样通过水管路经过滤器进入测量杯,进行微试剂水质检测流程。水质监测设备还具有一些其他辅助功能模块:空压机、增压泵及清水泵配合使用可清洗水管路,防止水中杂质堵塞管路,造成机器故障;空调可保证设备在正常环境温度下工作,防止过热造成跳闸现象;恒温箱用来存储微试剂监测仪所需化学试剂;设备中还包括一些其他状态信息传感器,用来感知机器工作状态及作为故障源判定标准。

1.3 水质监测流程设计

水质监测流程步骤:清洗—润洗—蓄液—水质监测—数据发送—数据处理,监测流程如图3所示。整个水质监测流程时间为2 h,采集水样100 mL。

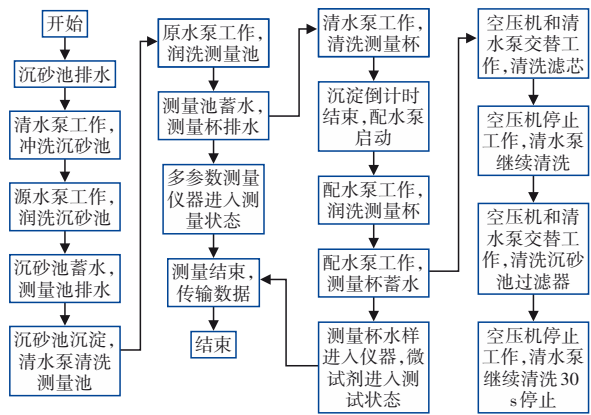


图3 水质快速监测设备水质监测流程

Fig.3 Flow chart of water quality monitoring for water quality rapid monitoring equipment

在整个快速水质监测设备中,基于顺序注射分析技术的微试剂水质监测单元是其核心部分,在设计微试剂水质监测单元时,应保证其监测项目的快速性、准确度和稳定性。

2 微试剂水质监测单元设计

2.1 机械结构设计

水中TP、TN、NH₃-N、COD水质参数的检验方法分别参照《水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—89)、《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(GB 11894—89)、《水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法》(HJ 536—2009)和《水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法》(HJ/T 399—2007)。结合SIA微试剂、自动化监测的优点,采用超声空化消解方法进行样品前处理,基于郎伯比尔定律,设计了基于SIA的微试剂水质监测单元。

应用时只需通过改变光源和检测管,以调整不同的光谱测定区间,可实现不同水质参数的测定。

微试剂水质监测单元结构见图4。系统包括顺序注射模块、超声辅助消解模块、系统控制模块^[9]。待测水样及各反应试剂由一体式注射器阀岛进入消解池,在超声辅助下完成消解过程,系统采集信号处理后得到水质参数。一体式注射器多通道切换阀岛型号为Smart SY-01,最小进液精度0.002 5 mm/1.038 1 μL,注射器规格为500 μL,阀门型号为M07;消解池为自主设计,容量10 mL;直径1.6 mm特氟龙硬管;超声换能器频率21 kHz,功率1 kW;水质监测单次时间35 min,共进液5 mL,消耗样品量1.5 mL。

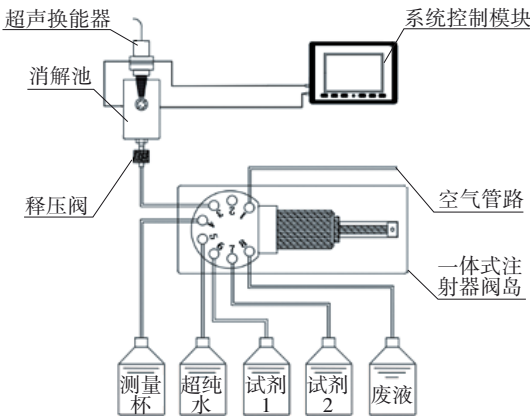


图4 微试剂水质监测单元结构

Fig.4 Structure of microreagent water quality monitoring unit

2.2 水样消解分析

在微试剂水质参数监测中存在水样消解的过程,采用超声消解。超声消解的原理为超声波空化现象,大量空化气泡在绝热压缩而崩溃的过程中,产生微泡,并在局部瞬间产生高温高压,促进消解反应进行。与传统密封消解法^[10]相比,超声消解具有操作简单、消解时间短等优点(见表1)。

表1 消解方法对比

Tab.1 Comparison of digestion methods

消解方法	消解温度/℃	消解时间/min	加快消解机理
密封消解法	165	30	升温,加压,匀化水样
超声消解法		5~6	超声波空化,局部瞬间高温高压

3 水质快速监测设备故障诊断专家系统

该水质快速监测设备在保证水质快速监测基本功能之外,以水质快速监测设备为诊断对象,建立基于LabVIEW的故障诊断专家系统,可对水质监测过程中出现故障源进行精准定位和预测,主要包括:知识获取机制、知识库、数据库、推理机、解释模块和人机界面子系统,其核心为知识库建立和推理机设计^[11]。

3.1 知识库建立

专家系统的知识获取机制主要包括经验专家的知识 and 通过机器学习的方法,获取途径包括:基于现场维护专家实际维修经验积累、基于水质快速监测设备设计人员的设计思路和基于机器自主学习的知识获取方式。

将通过各个途径获取到的知识转化为机器可以识别的语言,建立水质快速监测设备故障诊断专家系统知识库,为推理机诊断分析故障源提供依据。

专家系统的知识库是动态变化的,随着系统的运行,知识的观点会发生变化;随着一些未知故障的出现,知识会不断增加;知识库实现对知识的存储、编辑、增加、删除、搜索等功能^[12]。

使用FTA评估方法对水质快速监测设备进行定性及定量分析,将设备知识库分为机柜进液流程知识库、微试剂水质监测单元知识库和设备内部辅助功能知识库^[13]。

机柜进液流程部分故障诊断专家系统故障树见图5。

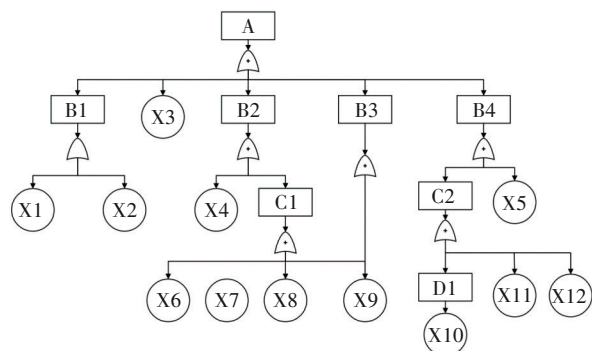


图5 故障诊断专家系统故障树

Fig.5 Fault tree diagram in fault diagnosis expert system

表2所示为图5中所建立的故障树中各节点所对应的相关事件,所有这些事件均存储在知识库中。

表2 故障诊断专家系统故障树事件

Tab.2 Fault tree events in fault diagnosis expert system

事件号	事件名称	事件号	事件名称
A	上位机检测到异常信号	X3	控制模块坏
B1	流量计异常	X4	液位计坏
B2	液位传感器未动作	X5	压力传感器坏
B3	上位机未检测到电动阀反馈信号	X6	未供水
B4	压力传感器数据异常	X7	管路坏
C1	容器中没有进液	X8	泵坏
C2	管路未进液	X9	电动阀故障
D1	泵未打开	X10	泵坏
X1	泵坏	X11	电动阀故障
X2	流量计坏	X12	管路坏

3.2 推理机设计

依据故障树的定性定量分析,根据故障源产生的条件,建立基于“Rule n”产生式规则的故障诊断专家系统推理机规则库^[14]。

推理机规则如下:

Rule n: If < and/or/not (条件1) (条件2) … (条件n) > Then <结论>

在推理机中,规则前提条件是否成立,取决于知识库中是否有该故障识别模块记录,以及它是否满足阈值条件。基于“Rule n”产生式规则的部分知识库(简化)源码程序:

Rule 1 If (管路未进液) or (压力传感器坏) Then (压力传感器数据异常)

Rule 2 If (泵未打开) Then (管路未进液)

Rule 3 If (电动阀故障) Then (管路未进液)

Rule 4 If (管路坏) Then (管路未进液)

Rule 2 If (泵坏) Then (泵未打开)

...

实际水质快速监测设备由上百个器件组成,故障种类繁多。通过建立基于FTA的知识库,采用“Rule n”产生式规则的推理方式,对故障源进行定位与预测。

采用下行法由规则结果筛选出故障原因:扫描知识库中的每一条规则,将由上一条规则推出的结论作为下一条规则的条件继续进行推理,直到规则的结论不能作为推理规则的条件,则推理结束并上报提示故障源。

4 现场试验

水质快速监测设备于2019年8月通过验收并投入运行,设备运行以来,系统运行平稳可靠,各项水质监测参数数据准确,能够实现水质快速监测的基本功能。图6为水质快速监测设备实物图。

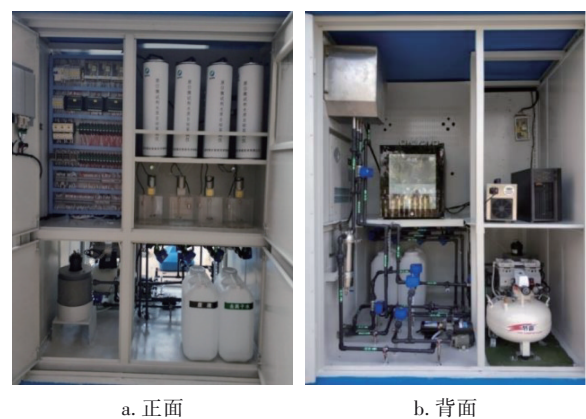


图6 水质快速监测设备实物图
Fig.6 Physical picture of water quality rapid monitoring equipment

配制三组 TP、TN、NH₃-N 和 COD 标准含量混合溶液,每组标准混合溶液取 5 个平行样,各组理论浓度值分别为 0.500、1.000、0.250、50 μg/mL; 1.000、2.000、0.500、100 μg/mL; 2.000、5.000、1.000、200 μg/mL。利用该水质快速监测设备进行测量实验,同时采用国标法对各水质参数进行测量,对 5 次测量结果取平均值,测试结果如表 3 所示。

表3 对比实验结果
Tab.3 Comparative experimental results

序号	水质参数	理论浓度值/ (μg·mL ⁻¹)	水质监测设备		国标法		准确 度/%
			浓度/(μg·mL ⁻¹)	RSD/ %	浓度/(μg·mL ⁻¹)	RSD/ %	
1	TP	0.500	0.499	0.56	0.505	1.83	-1.15
	TN	1.000	1.006	1.81	0.995	1.03	1.19
	NH ₃ -N	0.250	0.253	0.72	0.254	0.94	-0.63
	COD	50	50.8	2.92	50.4	1.77	0.79
2	TP	1.000	1.004	1.70	1.016	1.32	-1.16
	TN	2.000	1.968	1.96	2.014	2.46	-2.29
	NH ₃ -N	0.500	0.510	1.92	0.499	1.71	2.12
	COD	100	101.4	1.32	100.8	1.29	0.60
3	TP	2.000	1.960	1.94	2.029	2.05	-3.41
	TN	5.000	4.836	1.65	4.999	1.65	-3.27
	NH ₃ -N	1.000	1.002	0.62	1.008	0.95	-0.54
	COD	200	204.2	1.75	197	1.93	3.65

由表 3 中的数据可知,该设备与国标法对水样 TP、TN、NH₃-N 和 COD 的测试结果非常接近,准确度较高,充分证明了该设备的可行性、稳定性和可靠性。对 TP、TN、NH₃-N 和 COD 的最低检出限分别为 0.01、0.05、0.01、20 μg/mL。

在实验过程中安装故障电动阀 VD2,当水质监测流程进行至沉砂池排水时,上位机显示故障信息,故障警报灯闪烁,并伴随警报声音,水质监测流程停止,从而证明了故障诊断专家系统的工作可靠性。上位机报警界面如图 7 所示。

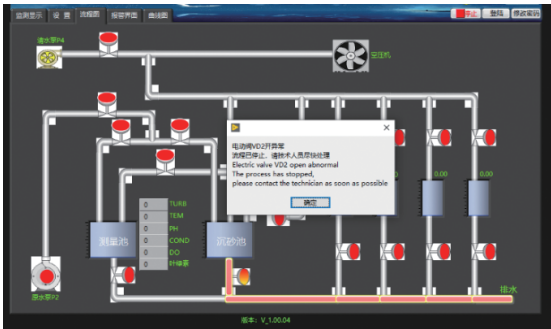


图7 上位机报警界面
Fig.7 Alarm interface of upper computer

5 结论

针对目前水质监测设备监测参数不够全面、监测周期长以及设备维护成本高、维护时间长等问题,设计了一种基于 SIA 的水质快速监测设备。该设备将水质常五项参数监测与微试剂水质监测相结合,实现了 9 项水质参数的同时在线监测;在微试剂水质监测过程中采用超声空化原理,实现了超声消解,缩短了消解时间,减少了能量消耗;在设备运行过程中加入故障诊断专家系统,能够对故障源进行精准定位,缩短了设备维护时间,增加了工作效率与工作质量,保证了设备安全可靠运行,为水质快速监测和高效管理提供了可能。

参考文献:

[1] RUZICKA J, MARSHALL G D. Sequential injection: a new concept for chemical sensors, process analysis analysis and laboratory assays [J]. Analytica Chimica Acta, 1990, 237:329-343.
[2] 赵芳,蔡强,杨笑鹤,等. 基于顺序注射分析法的丝网印刷型生物传感器系统的研究[J]. 分析化学, 2011, 39(4):511-515.
ZHAO Fang, CAI Qiang, YANG Xiaohe, et al.

- Screen-printed biosensor system based on sequential injection analysis method [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2011, 39 (4): 511-515 (in Chinese).
- [3] 魏康林,温志渝,郭建,等. 基于微型光谱仪的多参数水质检测微系统设计与实验[J]. 光谱学与光谱分析, 2012, 32(7):2009-2014.
- WEI Kanglin, WEN Zhiyu, GUO Jian, *et al.* The design and experiment of multi-parameter water quality monitoring microsystem based on MOEMS microspectrometer [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2012, 32(7):2009-2014(in Chinese).
- [4] 李文,汪楷健,杨守波,等. 应用超声消解快速检测COD方法的实验研究[J]. 工业水处理, 2016, 36(6): 90-93.
- LI Wen, WANG Kaijian, YANG Shoubo, *et al.* Experimental research on the rapid detection method of chemical oxygen demand by ultrasonic assisted digestion technique [J]. Industrial Water Treatment, 2016, 36 (6):90-93(in Chinese).
- [5] 韩双来,项光宏,唐小燕,等. 基于顺序注射分析技术的总氮在线分析仪[J]. 中国环境监测, 2013, 29(3): 94-98.
- HAN Shuanglai, XIANG Guanghong, TANG Xiaoyan, *et al.* A novel on-line total nitrogen analyzer based on sequential injection analysis technology [J]. Environmental Monitoring in China, 2013, 29(3):94-98 (in Chinese).
- [6] FUKUI C, KAWAKAMI J. An expert system for fault section estimation using information from protective relays and circuit breakers [J]. IEEE Transactions on Power Delivery, 1986, 1(4): 83-90.
- [7] 潘书鹏. 大型水泵故障诊断应用管理系统[J]. 工业控制计算机, 2021, 34(1):109-111.
- PAN Shupeng. Fault diagnosis application management system for large water pumps [J]. Industrial Control Computer, 2021, 34(1):109-111(in Chinese).
- [8] KANG H G, KIM M C, LEE S J, *et al.* An overview of risk quantification issues for digitalized nuclear power plants using a static fault tree [J]. Nuclear Engineering and Technology, 2009, 41(6):849-858.
- [9] 李文,吕赫,程李,等. 微控技术结合顺序注射技术水质氨氮在线监测系统的研究[J]. 仪表技术与传感器, 2019(10): 74-78.
- LI Wen, LÜ He, CHENG Li, *et al.* Study on micro-control technology combined with sequential injection technology for on-line monitoring system of ammonia nitrogen in water [J]. Instrument Technique and Sensor, 2019(10): 74-78(in Chinese).
- [10] 强洪,隋北平,朱若华. 密封消解法测定COD的研究[J]. 分析试验室, 2006, 25(2): 77-79.
- QIANG Hong, SUI Beiping, ZHU Ruohua. Study on determination of COD by means of seal digestion [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2006, 25 (2): 77-79(in Chinese).
- [11] LEE H J, PARK D Y, AHN B S, *et al.* A fuzzy expert system for the integrated fault diagnosis [J]. IEEE Transactions on Power Delivery, 2000, 15 (2): 833-838.
- [12] 张喜,杜旭升,刘朝英. 车站信号控制设备故障诊断专家系统的研究与实现[J]. 铁道学报, 2009, 31(3): 43-49.
- ZHANG Xi, DU Xusheng, LIU Chaoying. Development of railway station signaling control equipment fault diagnosis expert system [J]. Journal of the China Railway Society, 2009, 31(3): 43-49(in Chinese).
- [13] 李新民,罗学科,李文,等. 基于FTA的水质微型站智能故障诊断专家系统研究[J]. 给水排水, 2020, 46 (5):143-148.
- LI Xinmin, LUO Xueke, LI Wen, *et al.* Study on intelligent fault diagnosis expert system for water quality mini-station based on FTA [J]. Water & Wastewater Engineering, 2020, 46(5): 143-148(in Chinese).
- [14] 周宁,马建伟,胡博,等. 基于故障树分析的电力变压器可靠性跟踪方法[J]. 电力系统保护与控制, 2012, 40(19):72-77.
- ZHOU Ning, MA Jianwei, HU Bo, *et al.* Reliability tracing technique for power transformers using the fault tree analysis method [J]. Power System Protection and Control, 2012, 40(19): 72-77(in Chinese).
-
- 作者简介:**徐明刚(1979-),男,山东青岛人,博士,副教授,研究方向为高效复合加工技术。
- E-mail:** xmg@ncut.edu.cn
- 收稿日期:**2020-12-18
- 修回日期:**2021-04-21

(编辑:孔红春)