

离子色谱在水环境监测中常见问题及处理方法

曹焱楠

南通生态环境监测站

DOI:10.12238/eep.v3i12.1148

[摘要] 离子色谱(IC)是一种新型的高效液相色谱技术,其从1975年由H.Small等人提出到沿用至今,已有近40年的历史。该技术的最大的优点就是能同时、准确地检测多种阴离子,因此在水环境监测中得到了广泛的应用。

[关键词] 离子色谱; 水环境; 监测问题; 处理方法

中图分类号: Q178.1+1 **文献标识码:** A

美国戴安公司是世界上第一台离子色谱仪的制造者,也是全球最著名的离子色谱仪制造商。该公司旗下型号Dionex ICS-90A的离子色谱仪(简称ICS-90A)主要由流动相、高压泵、进样器、分离柱、化学抑制器和电导池组成,具体分析过程是:样品通过分离柱,使被测离子得到分离,在抑制器中使淋洗液的背景电导值降低,最后经由检测器进行检测。本文就ICS-90A在水环境监测中应注意的事项和出现的问题进行以下分类讨论和总结。

1 离子色谱的意义

这种检测方法和传统的离子交换有着较为明显的区别。随着取样标准的不断变化,传统监测方法已经呈现出较大弊端。其泵输送淋洗液往往能够对喷淋的液体进行持续检测,进一步提高了检测效率。离子色谱法能够有效实现对溶液离子的分离并迅速做出检测,其效率相当高。在开展离子色谱中能够所使用的固定相离子交换树脂,当例子交换树脂的较为固定的分布了带电荷的基团和游离的配位离子。在将我们检测的样品加入到离子交换色谱值周,通过加入适当的溶液洗脱,从而使得样品中的离子能够和竖柱上的游离配位离子实现交换,从而实现连续的并可逆的交换吸附和解付的作用,从而实现吸附的平衡。就该种技术方案来说,技术的不断发展也在持续推动气相色谱的变革,为其技术

的实际应用提供了更为广阔的空间,进一步提高了应用水平。

2 离子色谱进样前应注意的事项

2.1 水样的过滤处理

水样在进入离子色谱前必须经过0.45um的滤膜进行抽滤,以免水样中的颗粒物进入管路,堵塞管路。

2.2 水样的稀释处理

对于成分相对较多的测试样品,一旦树脂亲和力指标发生较大偏差,就要进行多次取样测试,并通过不同浓度的淋洗液进行检验。一旦阴离子进样量超过了柱容量的30%,就要进行稀释工作,否则,就会对最终的色谱峰值产生较大影响,并不利于检测结果的准确。

2.3 温度的控制

温度对于最终的色谱柱显示将会造成较大影响,不论是基线的不稳定,还是较大的,压力波动都会导致最终的测定结果出现较大偏差。从这一点上来看,要尽量保证室温的稳定,在仪器检测时要避免放在通风口的位置,通过安装柱温箱的方式是柱体温度能够尽量稳定取样后不要立即进样,让样品在自动进样器中放置一段时间,让样品温度尽量和柱温一致。

3 离子色谱运行过程中出现的常见问题及处理方法

3.1 输液系统混入气泡

气泡的混入将会导致基线稳定性不

断下降。因此,在进行淋洗液和再生液的更换之后,要在第一时间去除已经混入的气泡。具体操作步骤为,将纯水通过真空泵脱气的方式进行气泡的去除。如果在这个过程中,气泡已经进入到输液设备过程当中。就要将压力放空,整个放空时间要保持在三分钟左右,就可以关闭废液阀。在关闭的过程中,要避免关口太紧的现象出现。在现实操作当中,六通阀的堵塞和缺乏过滤处理是有密切关联的。因此,要在进样器和六通阀连接之后,对相关堵塞点进行逐一排查,有效消除堵塞状态。

3.2 六通阀的堵塞

当进样阀处于Load状态装样的过程中,正常样品流路是:进样口——六通阀S口——六通阀L口(靠近S口的L)——六通阀L口(定量环另一端)——六通阀W口。假如样品进样前没有进行过滤处理,就容易造成六通阀的堵塞,所以,当出现进样器连接上六通阀很难进样的时候,就需要逐段拆开检查堵塞点,具体操作过程如下:

(1)接回S口,断开L口(靠近S口的L),继续进样观察,通畅则继续延流路往下排查;不通畅则说明S—L之间堵塞,需要连泵反冲两个口之间部分或者超声清洗六通阀。(2)接回上一个L口并断开下一个L口,继续进样观察,通畅则继续往下排查;不通畅则说明两个L口之间的定量环堵塞,需要更换定量环。(3)接回L口后

端开W口,继续进样观察,不通畅则说明L—W之间堵塞,需要连泵反冲两口之间部分或者超声清洗六通阀;通畅则继续下一步。(4)接回W口继续进样很难进入,则说明废液管堵塞造成反压过高,更换或截取废液管一段。

3.3 系统压力过高

在系统运行过程当中,系统压力将会对最终的运行结果造成较大影响,在具体实践过程当中,很容易出现压力不断升高的情况。一旦这种现象发生,我们要充分考虑其系统内部是否由于大量杂质的混入,导致色谱柱的堵塞,使之压力不断升高。因此,要及时断开保护柱的进口端。在这种情况下,仍然有压力过高的情况发生,就说明是单向阀门出现了严重的堵塞现象。这时候就需要拆下单向阀门,通过超声波的方式进行杂质清理,当30分钟之后便可以重新安装。如果在断开保护柱之后,进口端的压力开始趋于稳定时。就需要和保护柱的进口相连接,通过阻隔保护柱和色谱柱之间的连接渠道,为保护柱更换提供更多帮助。在整个拆卸过程当中,如果仍然出现压力过高的情况,那就说明保护柱通道已经被堵塞,这个时候就需要将原有保护柱进行拆除并更换新的设备。在进行具体拆解的时候,要避免原料的倾洒。因此,当断开保护柱时,要用10倍的淋洗液对整个色谱柱进行清洗,如果压力仍旧维持在高压状态,则说明过滤网杂质较多,需要及时更换。如果通过多种方案,

压力还是没有趋于缓解,那就说明需要对色谱柱进行更新处理。

3.4 背景电导突升

再进行正常使用的时候,电导一般都是相对稳定的,随着使用时间的延长,常常会导致电导率数值没有办法,处在一个稳定的状态之中,甚至产生较低的具体数值产生此现象的原因与ICS—90A仪器配备的抑制器有关,ICS—90A配备的是硫酸再生抑制器,在使用硫酸的过程中,可能会有一些杂质被带入到抑制系统中,这就逐渐降低了抑制效果。

处理方法有二:

(1)在具体实践过程当中,要对移液管进行专门的保养和维护,在转移硫酸过程当中,从而不断降低杂质的带入,有效保证硫酸液的质量。(2)如果抑制器本身的效果不是特别理想,就需要更换新的元器件,随着现代技术的不断突破,化学抑制器往往能够带来更好的抑制效果,同时也可以保证基线的稳定运行,从而忽略杂质对抑制器效果的影响。

3.5 运行过程中与计算机脱离连接问题

在仪器设备实际使用过程当中,往往会出现仪器和计算机之间脱离连接的实际情况。主要的原因就是在于,大型仪器和色谱仪都在同一连接电路之上,对电压稳定造成的巨大挑战致使脱离现象不断发生。因此,可以通过增设稳压电源和错开使用时间的的方式,保证之间的有效连接。

仪器与计算机脱离问题之所以没有能够得到合理解决,这是因为其观察并不够细致。很多时候,当大型仪器和设备与电路同步运行时,就会导致电压的不稳定,从而造成连接暂时中断。一方面可以通过电源的改善,另一方面也可以通过架设变压器的方式,从而保证稳定的电力供应,避免电源波动带来的实际影响。

4 结语

离子色谱仪自身具有检测时间段使用便捷等诸多优势,该项技术是目前为止能够实现水中多种阴离子测定的最佳实践方案。该检测方法能够进一步简化操作步骤,全面提升智能化应用水平。减少了人为环境所导致的实际误差,使得最终结果的精准度能够有所提升。而在使用过程中出现相关问题要第一时间进行有针对性的调整,并在第一时间制定出相应的解决方案,避免问题的不断累积而对仪器造成损坏,从而使自身的检测结果受到巨大影响。

[参考文献]

- [1]郑萌.水文勘测技术在水污染环境监测中的应用及细节问题探讨[J].绿色科技,2016,(104):87-88.
- [2]许靖,孟时贤.离子色谱技术在环境监测中的具体应用[J].中小企业管理与科技(下旬刊),2016,(04):142-143.
- [3]秦艺艺.离子色谱技术在水环境监测中的应用[J].内蒙古水利,2020,(05):66-67.