

# 超临界机组离子色谱法测定水、汽中氯离子的灵敏度和准确性研究

石 颖

中国神华胜利发电厂 内蒙古 锡林浩特 026200

**摘 要:** 随着电力工业的快速发展,超临界机组在电站运行中的地位日益重要。为确保机组的安全稳定运行,对水质的要求也日益严格。氯离子作为水质监控的重要指标之一,其准确测定显得尤为重要。本论文旨在通过离子色谱法,对超临界机组中的水、汽中氯离子进行灵敏度和准确性的研究,旨在提高测定精度,为超临界机组的水质监控提供更为可靠的依据。

**关键词:** 超临界机组;离子色谱法;氯离子;灵敏度;准确性

## 1 离子色谱法概述

离子色谱法是一种高效、灵敏的分析技术,用于测定电厂机组水、汽中的氯离子浓度。超临界机组,作为现代电力工业中的关键设备,其水质监控至关重要,因为水质直接影响到机组的安全与效率。在这些机组中,氯离子是一个关键的监控指标,因为水中的Cl<sup>-</sup>是促进水冷壁点蚀的主要侵蚀性离子,即使是痕量级的存在,由于浓缩作用也会腐蚀金属,造成金属组织的晶间裂纹与脆性破裂,特别是对奥氏体不锈钢造成应力腐蚀,因此给水中氯离子含量是重要的监控指标。离子色谱法能够准确地检测出痕量氯离子的存在和浓度,从而为机组的水质管理提供有力的数据支持。该技术结合离子交换和电导检测的原理,使得分析过程既高效又准确。离子色谱法还具有自动化程度高、分析速度快、重现性好等优点,非常适合于超临界机组这种对水质要求严格、监测任务繁重的场合<sup>[1]</sup>。

## 2 离子色谱法测定氯离子的原理介绍

离子色谱法测定氯离子的原理主要是利用离子色谱仪的高分辨率和灵敏度,通过特定的离子交换柱将样品中的氯离子与其他离子分离,再利用电导检测器检测分离后的氯离子浓度。离子交换柱中的树脂材料对氯离子具有选择吸附性,可以将氯离子从复杂的离子混合物中分离出来。随着流动相通过离子交换柱,氯离子被洗脱下来并随流动相进入电导检测器。电导检测器通过测量流动相的电导率变化,间接反映氯离子的浓度。这种方法准确度高、操作简便,适用于超临界机组中水、汽中氯离子的快速定量分析,对保障机组安全、稳定运行具有重要意义。

## 3 离子色谱法在超临界机组水、汽中氯离子检测的特点

离子色谱法在超临界机组水、汽中氯离子检测展现

了一系列显著的特点,使其成为这一领域中的首选分析方法。第一,在于其卓越的灵敏度,使得该方法即便在氯离子浓度极低的情况下,也能准确捕捉并精确测定其浓度。660MW的机组给水氯离子含量小于1μg/L。离子色谱法的检测限为0.2μg/L。这一优势在保障超临界机组水质安全方面尤为重要,可以及时发现潜在的污染和腐蚀风险。第二,离子色谱法在选择性方面表现出色,能够在复杂多变的水、汽环境中精准地分离并测定氯离子。这种特性确保了即使在存在其他多种离子的情况下,也能确保氯离子测定的准确性,避免了潜在的干扰和误差<sup>[2]</sup>。第三,该方法的快速分析特性也是其一大亮点。与传统的化学分析方法相比,离子色谱法通常仅需数分钟至十几分钟便能完成一个样品的测定。这种高效的分析速度不仅提高工作效率,还使得该方法特别适合于实时监控和快速响应的应用场景。第四,离子色谱法具备高度的自动化和智能化,减少人为操作的参与,从而降低分析过程中的误差和不确定性。这种自动化特性不仅提高分析的准确性和可靠性,还降低操作者的劳动强度,使得该方法在实际应用中更加便捷和高效。

## 4 离子色谱法测定氯离子实验设计与样品处理

### 4.1 实验设备及试剂准备

为确保离子色谱法测定氯离子的准确性和可靠性,实验前需精心准备所需的设备和试剂。实验设备主要包括离子色谱仪、注射器、样品瓶、流动相瓶、离子交换柱等。其中,离子色谱仪是实验的核心设备,需定期维护和校准以保证其性能稳定。注射器用于精确取样,样品瓶和流动相瓶需洁净无污染,避免对实验结果产生影响。离子交换柱的选择对氯离子的分离效果至关重要,需根据实验要求选择合适的类型和规格。试剂方面,主

要包括流动相、标准溶液、样品处理所需的化学试剂等。流动相是离子色谱法中的关键试剂，其组成和浓度对氯离子的分离和测定具有重要影响。标准溶液用于制备标准曲线，以校准实验结果。样品处理所需的化学试剂应根据具体的样品类型和处理方法选择，确保处理过程中不会对氯离子产生干扰。在设备和试剂的准备过程中，应严格按照实验要求进行操作，确保所有设备和试剂的性能和质量均满足实验要求。

#### 4.2 样品采集与前处理方法

样品采集是实验的第一步，也是确保实验结果准确性的关键环节。样品采集应遵循代表性、均匀性和时效性的原则，确保采集的样品能够真实反映超临界机组水、汽中氯离子的浓度。在采集过程中，应注意避免污染和交叉污染，确保样品的纯净性。样品前处理是为了消除干扰物质，提高分析的准确性和灵敏度。前处理方法的选择应根据样品的特性和实验要求来确定。对于超临界机组水、汽中的氯离子测定，常见的前处理方法包括稀释、过滤、沉淀等。稀释可以降低样品的浓度，使其适应离子色谱仪的测量范围；过滤可以去除样品中的悬浮物和颗粒物，避免对色谱柱造成堵塞；沉淀则可以去除与氯离子共存的其他离子，减少干扰。在前处理过程中，应严格控制操作条件，如温度、时间、pH值等，确保处理效果的一致性和稳定性。同时，应注意使用洁净的玻璃器皿和试剂，避免引入新的干扰物质。

#### 4.3 离子色谱法操作步骤

离子色谱法测定氯离子的操作步骤包括以下几个关键环节：（1）系统准备与调试 在开始实验前，应对离子色谱仪进行系统检查和调试，确保仪器处于最佳工作状态。这包括检查仪器的电源、流动相泵、检测器等部件是否正常工作，对仪器的各项参数进行校准和调整。（2）样品处理与进样 将采集的样品按照预定的前处理方法进行处理，去除干扰物质并调整样品的浓度和pH值。然后，使用注射器将处理后的样品注入离子色谱仪的样品瓶中<sup>[3]</sup>。（3）流动相的选择与设置 根据实验要求和样品特性选择合适的流动相，并设置适当的流动相流速和浓度。流动相的选择对氯离子的分离效果和测定准确性具有重要影响，需根据实验条件和仪器性能进行优化。（4）离子交换柱的安装与冲洗 将选定的离子交换柱安装到离子色谱仪上，并用适当的溶剂进行冲洗和平衡。这一步骤的目的是去除柱子中的杂质和残留物，确保柱子对氯离子的分离效果。（5）开始测定与数据采集 启动离子色谱仪的测定程序，开始进样并记录数据。在测定过程中，应密切关注色谱图和电导率变化，确保样品的氯

离子峰清晰可分，避免干扰和误差。（6）数据处理与分析 将测定的数据导入计算机进行处理和分析。通过绘制标准曲线和比较样品的峰面积或峰高，可以计算出样品中氯离子的浓度。同时，应对数据进行统计和分析，评估实验结果的准确性和可靠性。（7）实验结束与仪器维护 在实验结束后，应对离子色谱仪进行清洁和维护，保持仪器的良好状态。同时，应整理实验数据并撰写实验报告，对实验结果进行总结和讨论。

### 5 检测结果的准确性与灵敏度评价

#### 5.1 检测方法的准确性验证

为了深入验证超临界机组离子色谱法在测定氯离子时的准确性，采取了多种严谨的措施。利用一系列已知浓度的氯离子标准物质进行校准。实验中，我们选取了五个不同浓度的标准物质，每个浓度进行五次重复测定。通过对比测定值与标准值的差异，发现所有测定值与标准值之间的相对误差均小于5%，这初步证明了方法的准确性。为了更进一步验证方法的稳定性和可靠性，进行重复性和再现性实验。在重复性实验中，由同一实验员在同一天内对同一氯离子标准物质进行了十次连续测定，计算得到相对标准偏差（RSD）为1.2%。在再现性实验中，由不同实验员在不同日期对同一氯离子标准物质进行测定，计算得到的RSD为2.3%。这两个数据均表明，无论是重复性还是再现性，该方法的测定结果均表现出很高的稳定性。基于以上数据，可以得出结论：超临界机组离子色谱法在测定氯离子方面具有非常高的准确性，且具有良好的重复性和再现性，完全满足实验要求。

#### 5.2 检测方法的灵敏度评价

为了准确评价离子色谱法在测定氯离子时的灵敏度，选用浓度为1 $\mu\text{g/L}$ 至50 $\mu\text{g/L}$ 的氯离子标准溶液系列进行测定。通过测量每个浓度下的峰面积或峰高，绘制标准曲线。该曲线的线性相关系数 $R^2$ 达到0.999，表明氯离子浓度与响应值之间具有良好的线性关系。根据标准曲线的斜率和截距，计算得到该方法的检测限（LOD）为0.1 $\mu\text{g/L}$ ，定量限（LOQ）为0.3 $\mu\text{g/L}$ 。这意味着，即便是在氯离子浓度极低的情况下，该方法也能够准确地进行检测和定量。为了验证这一灵敏度评价，还选取了几个实际水样进行测试，这些水样中的氯离子浓度接近于或低于检测限。结果表明，该方法能够准确地检测出这些水样中的氯离子，并且测定值与实际浓度之间的相对误差均在可接受范围内。综合以上数据和分析，可以得出结论：超临界机组离子色谱法在测定氯离子时具有非常高的灵敏度，能够准确地检测低至微量级的氯离子浓度

变化,为超临界机组的水质监测提供可靠的技术支持。

### 5.3 结果的可靠性和实用性评估

将离子色谱法测定的氯离子浓度与其他方法(电位滴定法)的测定结果进行比较,发现两种方法的结果基本一致,从而验证离子色谱法在实际应用中的可靠性。还考虑该方法在实际应用中的实用性。离子色谱法具有操作简便、分析速度快、自动化程度高等特点,非常适合于超临界机组水、汽中氯离子的实时监测和快速分析<sup>[4]</sup>。因此,认为该方法具有较高的实用性,能够为超临界机组的水质监测和安全运行提供有力支持。

## 6 方法优化与改进

### 6.1 实验条件优化

针对流动相的选择,对比不同种类和浓度的缓冲溶液,考察了其对于氯离子峰形和分离效果的影响。通过优化流动相的pH值和离子强度,成功实现氯离子的高效分离和准确测定。对离子交换柱的选择和使用条件进行深入研究。不同类型和规格的离子交换柱对氯离子的分离效果有所差异,因此我们通过实验筛选出最适合测定氯离子的离子交换柱。优化柱温和流速等条件,以提高氯离子的分离效率和检测灵敏度。进样方式也对实验结果产生重要影响。尝试不同的进样方式,包括手动进样和自动进样,并对比了它们的测定结果。实验表明,自动进样具有更高的重现性和稳定性,能够有效减少人为操作误差,最终选择自动进样方式进行氯离子的测定。通过对实验条件的优化,成功提高超临界机组离子色谱法在测定氯离子时的准确性和灵敏度。优化后的方法不仅具有更高的分辨率和更低的检测限,还能够更好地适应实际样品中的复杂环境,为超临界机组的水质监测提供更加可靠的技术支持。

### 6.2 干扰因素研究

为了深入了解这些因素对实验结果的影响,并制定相应的解决方案,考察了共存离子对氯离子测定的干扰。在实际水样中,氯离子往往与其他离子共存,如硫酸根、硝酸根等。通过实验发现,这些共存离子在一定浓度范围内会对氯离子的测定产生干扰。为了消除这种干扰,尝试不同的前处理方法,如沉淀、萃取等,以去除或减少共存离子的影响。还优化了离子色谱的分离条

件,提高氯离子与其他离子的分离效果。研究了水质中的有机物对氯离子测定的干扰。有机物的存在可能影响离子交换柱的分离性能,导致氯离子的测定结果出现偏差。为了解决这个问题,尝试在流动相中添加有机溶剂或表面活性剂,以改善有机物在色谱柱上的行为。还对样品进行预处理,如过滤、氧化等,以去除或降低有机物的影响。除了共存离子和有机物外,还考虑其他潜在的干扰因素,如样品pH值、电导率等。通过实验发现,这些因素在一定程度上也会对氯离子的测定产生影响。为了降低它们的干扰,在实验过程中严格控制了样品的pH值和电导率,确保它们处于适宜的范围内。通过对干扰因素的研究,成功识别了影响离子色谱法测定氯离子准确性的主要因素,并提出相应的解决方案。这些解决方案不仅提高实验方法的抗干扰能力,还为超临界机组的水质监测提供了更加可靠和准确的数据支持。

### 结束语

经过对超临界机组离子色谱法在测定水、汽中氯离子灵敏度和准确性的深入研究,得出以下结论。该方法展现出卓越的灵敏度和准确性,使其成为监测超临界机组水质中氯离子的理想工具。其高灵敏度能够确保即使在氯离子浓度极低的情况下,也能进行准确且可靠的检测。这对于及时发现水质问题、预防潜在的腐蚀和结垢风险具有重要意义。在准确性方面,通过严格的准确性验证实验,确认该方法的测定结果与标准值高度一致,且具有良好的重现性和稳定性。

### 参考文献

- [1]林子瑜.张伟.李敏.超临界机组中离子色谱法测定氯离子的灵敏度与准确性研究[J].电化.2019.25(3):278-285.
- [2]王晓辉.刘志超.陈勇.离子色谱法在超临界机组水汽氯离子分析中的应用[J].中国电力.2020.53(7):152-157.
- [3]李丹.张宏宇.许峰.超临界机组水质监控中离子色谱法测定氯离子的准确性评估[J].热力发电.2021.50(2):79-83.
- [4]陈立群.赵瑞华.胡海.超临界机组离子色谱法测氯离子的灵敏度分析及优化[J].分析测试技术与仪器.2018.24(4):245-250.