

岛津 TNP-4110 在线分析仪的日常维护

屈刚

(苏州工业园区清源华衍水务有限公司,江苏 苏州 215021)

摘要:从数据比对、硬件维护两个方面探讨岛津 TNP-4110 在线仪的日常维护问题。通过分析各种干扰因素来查找造成数据比对差异的原因并提出相应解决措施。在仪器日常维护上设立不同周期保养计划、共享设备维护经验,结合实践制定了合适的检修流程图。

关键词:TNP-4110; 数据比对; 试剂; 日常保养; 检修流程图

中图分类号: X853

文献标识码: B

文章编号: 1674-6732(2010)-05-0018-05

Discussion on the Routine Maintenance Issue of SHIMADZU TNP-4110

QU Gang

(Suzhou Industrial Park Qingyuan Hongkong & China Water CO. LTD., Suzhou, Jiangsu 215021, China)

ABSTRACT: Discussed routine service issues of SHIMADZU TNP-4110 on data comparison and hardware maintenance, and analyzed each kind of disturbance factor to find out the reason of different data compared results and provided the corresponding solution. We also presented experiences about setting up the different cycle maintenance project, the instrument routine maintenance of shared device, and formulated the suitable overhaul flow chart according to the troubleshooting.

KEY WORDS: TNP-4110; data comparison; reagent; routine maintenance; overhaul flow chart

随着污水排放标准的不断更新,针对各类水体的水质监测在环境保护中发挥了日益重要的作用,总磷(TP)、总氮(TN)监测数据是评价水质好坏的重要指标。公司在污水处理厂、污水提升泵站均采用岛津 TNP-4110 在线分析仪来监测 TP、TN 值。笔者总结了工作中对 TNP-4110 仪表使用维护、保养的实践经验,希望对同行业有一定的借鉴意义。

1 数据比对

作为一款能够同时测量 TN 及 TP 参数的在线分析仪,监测数据的准确性尤为重要。但在实际使用中,经常发现仪器数据与实验室采样分析数据存在较大差异。经分析研究,发现除仪器本身原因外,还存在其他因素导致测量数据与实验数据不符,数据比对差异原因分析程序如图 1。

1.1 水样差异

(1) 在线测定值同实验室分析值存在差异时,一般直接用化验留存样到仪器上进行离线测量,以保证数据具有可比性。

(2) 悬浮颗粒物(SS)浓度也直接影响 TP、TN 测量结果,水中藻类、浮游生物等动植物细胞中就

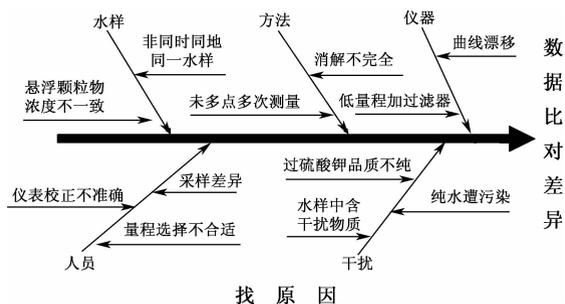


图 1 TNP-4110 仪测/人工数据比对差异鱼骨分析

含有 TP、TN。相关研究证明,随着悬浮颗粒物浓度变化,水体中溶解态磷、颗粒态磷及赋存于粗颗粒物上的磷所占总磷比例会显著变化;亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、无机盐氮、溶解态氮及大部分有机含氮化合物中氮同样受 SS 影响而变化^[1]。

在做离线对比测试时,为保证悬浮颗粒物浓度一致,常取一大桶水样将其完全搅拌后一分为二进行仪器和实验室分析测试。

收稿日期: 2009-09-01; 修订日期: 2009-09-25

作者简介: 屈刚(1981—),男,工程师,本科,从事水质自动监测维护管理工作。

1.2 测试手法差异

(1) 样品浓度超出试剂量程, 必须做稀释处理来匹配。

(2) 在制备碱性过硫酸钾溶液时要将氢氧化钠和过硫酸钾分开溶解。

(3) 在含有悬浮颗粒物的试样中, 提取完全一样的试样是很难的, 因此提取悬浮颗粒物的多少导致对比结果出现误差是不可避免的。

(4) 有时用过滤掉悬浮颗粒物或沉淀了悬浮颗粒物的试样进行对比试验, 可以迅速明白对比差异原因。

(5) 压力与时间的控制, 温度上升至 $120 \sim 124^\circ\text{C}$ 时, 消解时间以 50 min 为宜, 这样可以达到完全消解, 使测量结果稳定。

1.3 干扰因素影响

(1) 过硫酸钾纯度不够, 用重结晶法自行制取过硫酸钾或进行空白试验判断^[2]。

(2) 纯水纯度不够, 用无氨水或去离子超纯水为佳^[2]。

(3) 总氮测试时测量的是紫外线 220 nm 处的吸光度, 水样中铁等物质会增加干扰度。

1.4 人为因素差异

(1) 出水仪表等低量程仪器如加装水样过滤器会降低相应 TP、TN 实测值。

(2) 仪表校验不准, 测量曲线漂移及零点空白存在。

(3) 样品及手工监测的偶然性误差亦会影响监测结果, 仪器及手工分析均需测定 3 次以上再求平均值以减少误差。

2 硬件维护

2.1 依据测试原理分析故障原因

2.1.1 TP、TN 测试原理

TP、TN 测试原理流程图见图 2、图 3。

(1) TP 测试原理: 紫外线氧化分解-钼青吸光度法。水样通过 2 个八通阀, 抽取到注射器中, 添加硫酸和过硫酸钾混合均匀后, 送到消解池, 在 UV 光照射下加热到 95°C 消解 20 min , 氧化生成磷酸根离子后, 再把样品抽回到注射器, 添加氢氧化钠中和, 添加钼酸和抗坏血酸进行钼青还原反应显色(一般显淡蓝色)后, 将显色后的样品送到检测池测量 880 nm 处的吸光度, 根据量程校正和零点校正的吸光度计算出水样的 TP 浓度^[3]。

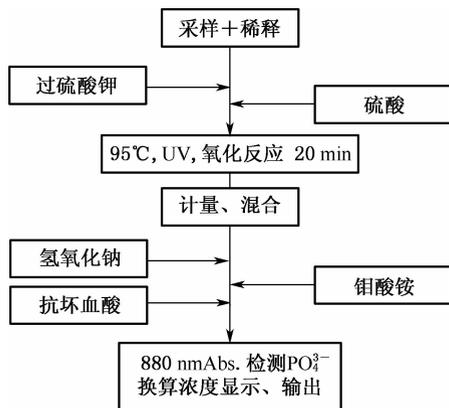


图 2 TP 测试流程

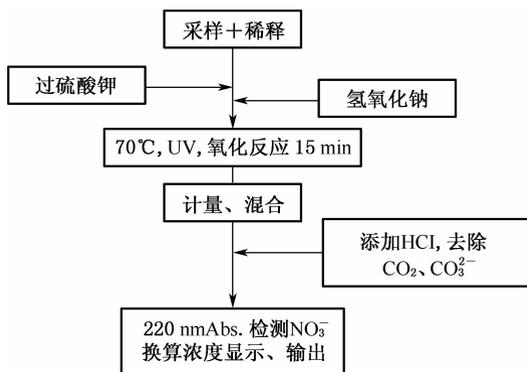


图 3 TN 测试流程

(2) TN 测试原理: 紫外线氧化分解-紫外线吸光度法。水样通过 2 个八通阀, 抽取到注射器中, 添加氢氧化钠和过硫酸钾混合均匀后, 送到消解池, 在 UV 光照射下加热到 70°C 消解 15 min , 氧化生成硝酸根离子后, 再把试剂抽回到注射器, 添加 HCl 除去水中的无机碳干扰后, 将被氧化后的样品送到检测池测定出在 220 nm 处的吸光度, 根据满量程 TN 标准液及蒸馏水(零点)的吸光度, 计算得出水样的 TN 浓度^[3]。

2.1.2 TP、TN 测试光路

TNP-4110 仪测试光路如图 4 所示。

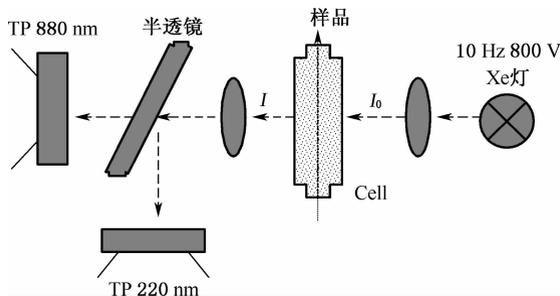


图 4 仪表光路示意

光源为 Xe 灯;检测池为 20 mm 石英比色皿;半透镜可透过 880 nm 波长的光和反射 220 nm 波长的紫外光;通过光电转换器将光信号转换成电信号,经放大后送 CPU 处理分析。

根据朗勃特-比尔(Lambert-Beer)定律;Xe 灯光源发出的光(I_0)照射溶液时,一部分光(I)通过溶液,而另一部分光被溶液吸收,其吸收光度与溶液中物质的浓度和液层的厚度成正比,用数学式描述为:

$$A = -\lg I/I_0$$

式中: A ——试样吸收光度; I ——样品光通量的测定值; I_0 ——纯水光通量的测定值。

试样浓度 $C = [(A - Az)/(As - Az)] \times Cs$ 。

式中: C ——试样浓度; A ——试样吸收光度; Az ——零点吸收光度; As ——满量程吸收光度; Cs ——满量程标液理论浓度^[3]。

2.1.3 TP、TN 测试原理之不同之处,正是查找故障原因的重点

(1) 添加试剂不同:当仅 TP 或 TN 异常时,所对应试剂及管路出问题的可能性最大。

(2) 氧化过程及检测光谱不同:TN 氧化过程更易被干扰,被半透镜反射的紫外光较 TP 透射入光的光强要弱得多。

2.2 日常保养

新安装仪器运行性能良好,随着运行时间的增加、各元器件老化、磨损程度加剧,在线仪整体性能会逐渐变差,最终导致故障的发生。要想避免仪器非正常停机、减少故障发生率、延长仪表使用年限,需要全面细致的仪器日常保养。公司自控组对 TNP-4110 仪表的日常保养计划如下。

2.2.1 每日保养

- (1) 仪表本体内外清洁擦拭;
- (2) 检查水样检测时流动情况(管路是否堵塞,泵是否工作正常);
- (3) 检查仪器面板上 ready 灯是否常亮;
- (4) 检查蒸馏水水位;
- (5) 检查 TP、TN 值是否有不明原因的异常变化。

2.2.2 每周保养

- (1) 根据水位变化每周添加一次蒸馏水;
- (2) 清洁滤网及预处理器;
- (3) 检查清洗水开关在常开,水量供应正常;
- (4) 检查注射器及柱塞工作情况:无漏液、无大

气泡;

(5) 做 2 次 TP 或 TN(二选一)零点和量程标准液的校准。

2.2.3 双周保养

- (1) 检查 1 次整机工作情况:无漏液、无破损;
- (2) 做 2 次 TN 或 TP 零点和量程标准液的校准(较上周不同项)。

2.2.4 月度保养

除上述保养内容外,重点是更换试剂,岛津 TNP-4110 仪器因试剂问题引起的故障约占总维修量的一半。为节约运行成本,一些试剂可以用得稍久些。根据实践经验将试剂使用时间及时剂不足对测试结果的影响列于表 1,需要提醒的是使用环境、季节气候等对试剂还有影响。

表 1 TNP-4110 试剂使用有效期、测试结果影响

试剂名称	有效期/月	剂量不足对测试结果影响	注意事项
浓硫酸	3~4	钼酸铵反应形成异常蓝色,导致 TP 测试值高	
抗坏血酸	1.5~3	不能有效地使钼酸铵显蓝色,造成 TP 值低很多	
氢氧化钠	1~2	1. 不能充分和钼酸铵反应形成蓝色,TP 值低 2. 可能导致 TN 测试结果低,但是可能很难被检测	1. 要穿戴防护眼镜 2. 戴防酸碱防滑手套
钼酸铵	1~2	不能有效使反应后的试样显色或不显色,导致 TP 测试值低	3. 抗坏血酸用黑色袋包装 4. 避免单独作业
过硫酸钾	>3	1. 无法充分消解 N、P 化合物,引起 TN、TP 测试值偏低 2. 无法消解 SS,导致 TN、TP 值高(SS 分散) 3. 不能充分消解可溶性有机物,导致 TN 值高	

2.2.5 半年度保养

同试剂更换一样,半年度、年度保养内容不是在不计成本情况下避免仪器发生故障。实际使用中可根据仪表重要性有选择地进行更换,比如关键的出水仪表就要按计划保养,换下的旧件,好的可作其他 TNP-4110 在线仪备件使用。

- (1) 更换八通阀的转子;
- (2) 更换搅拌泵和排水泵的泵头;
- (3) 更换柱塞头;

- (4) 检查并清洁反应管;
- (5) 检查 Xe 灯的工作情况;
- (6) 检查监测池有无漏液。

2.2.6 年度保养

- (1) 更换 UV 灯;
- (2) 更换反应管。

2.3 故障检修

2.3.1 硬件故障

(1) 异常判别:故障现象按严重程度可分3种

情况:a. 数据异常,b. 无数据显示,c. 仪器不工作。

(2) 原因分析:按类别大致可分试剂、机械、电气3类故障,每一类型故障都可从原理、动作流程、触发条件等因果关系出发查找原因,列出查找故障流程框图5以供参考。

(3) 检修最终目的是要达到:彻底解决,并使此类故障不再发生。

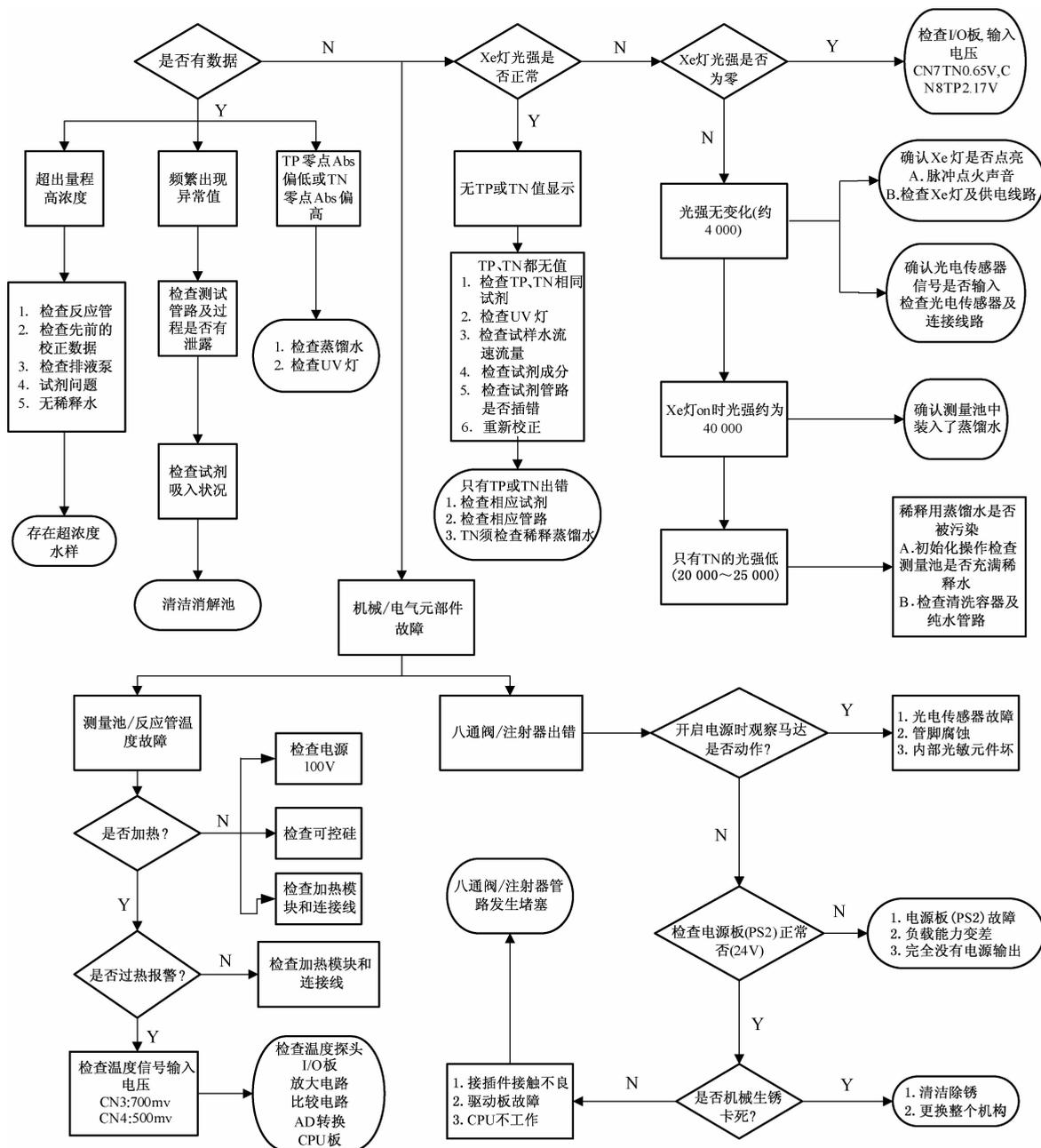


图5 岛津 TNP-4110 在线仪故障检修流程

2.3.2 参数修改

进入岛津 TNP-4110 服务菜单可以进行参数修改,有时会收到事半功倍的效果。下面举3个例子说明。

(1) ANALOG ADJUST 模拟信号输出调整:仪器运行满2年后一般会出现远程监控数据与现场数据存在偏差的现象。其原因是元器件老化引起的非线性失真,导致原有4~20 mA 模拟信号漂移,只需调整该参数使上下位机数据一致即可解决。

(2) SMPL TN OXIDIED TIME(MIN) 总氮氧化时间:TN 是很难测准的,原因是 TN 测量过程易受浊度影响。适当增加总氮氧化时间,可降低浊度影响。

(3) ENABLE WATCHDOG RESET 看门狗自动复位:将其设为1,可在操作软件死机情况下自动进行复位,设备无需断电。

2.3.3 经验共享

(1) 试剂问题:

a. 氢氧化钠不能用塑料瓶来装,否则会在瓶底出现强碱氧化反应产生的白色絮状物,严重干扰 TN 测量。

b. 更换试剂时要保留好原有试剂,待新试剂

测量通过后,旧试剂才能处理掉。否则一旦新更换的试剂上机出现问题,你无法很快判断出是试剂问题还是其他原因引起。

c. 切忌将新老试剂混用,这样反而缩短新试剂使用时间。有时在解决试剂失效问题时,更新全部试剂、纯净水往往能最终解决问题。

d. 稀释、溶解、清洗用纯水最好为纯度较高的去离子水,否则时间长了结垢会直接导致光强下降影响测量精度。

(2) 做好仪器电源单独接地,这直接关系到 TN 测量曲线零点漂移大小。

(3) 仪器本身输入电压是 AC 100 ± 10 V,需要通过稳压器转换而不是直接将其插入 220 V 插座。

[参考文献]

- [1] 胡雪峰,方圣琼,秦荣,等. 长江口南槽水域污染物迁移和分布规律[J]. 环境污染与防治,2004,26(3):179-181.
- [2] 桑艳红,李恒,周鹏,等. 使用岛津在线 TNP-4110 分析仪需注意的问题[J]. 环境监测管理与技术,2006(4):48.
- [3] 岛津在线 TNP-4110 分析仪原厂使用说明书[Z].
- (上接第17页)
- [8] CHANG I S, JANG J K, GIL G C, et al. Continuous determination of biochemical oxygen demand using microbial fuel cell type biosensor[J]. Biosensors and Bioelectronics,2004,19(6):607-613.
- [9] CHANG I S, MOON H, JANG J K, et al. Improvement of a microbial fuel cell performance as a BOD sensor using respiratory inhibitors[J]. Biosensors and Bioelectronics,2005,20(9):1856-1859.
- [10] CHEE G J, NOMURA Y, IKEBUKURO K, et al. Optical fiber biosensor for the determination of low biochemical oxygen demand [J]. Biosensors and Bioelectronics,2000,15(7-8):371-376.
- [11] CHEE G J, NOMURA Y, KARUBE I, et al. Biosensor for the estimation of low biochemical oxygen demand[J]. Analytica Chimica Acta, 1999,379(1-2):185-191.
- [12] 张悦,王建龙,李花子,等. 生物传感器快速测定 BOD 的研究[J]. 高技术通讯,2001,11(8):37-39.
- [13] 周廷尧,王旭东,赵赞,等. 基于氧猝灭原理的淡水 BOD 微生物传感器[J]. 厦门大学学报:自然科学版,2008,47(2):208-212.
- [14] RASTOGI S, KUMAR A, MEHRA N K, et al. Development and Characterization of a Novel Immobilized microbial Membrane for Rapid Determination of Biochemical Oxygen Demand Load in Industrial Waste-waters[J]. Biosensors Bioelectron,2003,18(1):23-29.
- [15] REISS M, HEIBGES A, MMTZGER J, et al. Determination of BOD-values of starch-containing waste water by a BOD-biosensor [J]. Biosensors Bioelectron,1998,13(10):1083-1090.
- [16] 李花子,张悦,施汉昌,等. BOD 生物传感器在海洋监测中的应用[J]. 海洋环境科学,2002,21(3):14-17.
- [17] 戴媛静,钟振明,陈曦,等. 基于氧猝灭的有机改性溶胶-凝胶微生物传感器测定 BOD 的研究[J]. 环境科学学报,2003,23(5):683-688.
- [18] 王德龙. 微生物传感器快速测定 BOD 的标准方法颁布实施 [J]. 中国给排水,2003,20(4):13-16.
- [19] 李花子,施汉昌,王建龙. BOD 微生物传感器的研究与发展 [J]. 重庆环境学报,2003,25(1):43-46.
- [20] 李洛娜,钮玉龙,李捷,等. BOD 微生物传感检测仪中高效微生物膜的研究[J]. 环境工程学报,2009,3(3):437-441.
- [21] 胡笑妍. 微生物传感器快速测定水中 BOD 的研究与讨论[J]. 职业圈,2007(10):160-161.
- [22] 刘建昌. BOD 微生物膜的再利用研究初探[J]. 环境科学导刊,2007,26(2):94-96.