

工业水中氯离子检测方法探究

申 坤 (山西潞安煤基清洁能源有限责任公司, 山西 长治 046200)

摘 要: 工业水中氯离子的含量评价工业生产中原水、锅炉水、循环水、蒸汽凝液的重要指标。本文主要本文综述了化工厂氯离子含量的危害和氯离子测定的常用分析方法, 包括方法原理, 检测方法, 适用范围及方法的优缺点。

关键词: 氯离子; 检测; 方法

0 引言

在化工生产和机械制造中, 氯离子是一种非常有害的阴离子, 尤其是在水循环冷却系统中, 即使是痕迹也会由于长期的积累富集使生产设备如汽轮机、换热器等金属表面发生腐蚀, 最终导致设备的晶间裂纹和脆性破裂。除此之外, 工业水中氯离子的含量还是评价工业生产中原水、锅炉水、循环水、蒸汽凝液的重要指标。综上所述, 在工业生产中严格控制氯离子含量, 可以减缓循环冷却设备金属构件的腐蚀, 保证生产系统安全运行, 延长设备使用寿命, 节约企业资本。

目前氯离子的检测方法比较多, 如分光光度法、原子吸收法、极谱法、电化学法、离子色谱法、离子色谱法、流动注射分析法等, 原理各异, 各有优缺点, 其中也不乏一些昂贵精密的仪器设备。本文综述了化工厂氯离子测定常用的分析方法, 结果可靠, 经济实惠。

1 实验方法介绍

1.1 硝酸银滴定法

1.1.1 检测原理

这是卤素离子鉴定和测定的典型方法, 在 pH 值为 5~9 的范围内用 AgNO_3 标准滴定溶液直接滴定待测水样。具体的原理过程就是用 AgNO_3 标准溶液滴定适量水样, 待硝酸银与水中氯化物充分反应生成白色沉淀, 继续滴定, 过量的 AgNO_3 与指示剂铬酸钾反应, 生成砖红色铬酸银沉淀, 即为滴定终点。

化学反应方程式表示如下:



1.1.2 检测方法

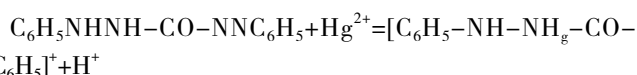
取适量水样于 250mL 锥形瓶中, 加入 2~3 滴酚酞指示剂, 根据水样的颜色变化, 选择用合适的酸或碱调节溶液 pH, 使水样颜色由红色变为无色。加入 2~3 滴铬酸钾指示剂, 在不断摇动的情况下, 用硝酸银标准溶液滴定, 直至出现砖红色为止。记下所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, 同时做空白试验, 记下消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

1.2 汞量滴定法

1.2.1 检测原理

汞量法测定水样中氯离子属于配位滴定法。在酸性溶液中硝酸银标准溶液与水样中氯离子完全反应生成难溶于水的氯化汞沉淀。稍过量的硝酸汞与指示剂二苯偶氮碳酰肼配位络合, 生成紫红色络合物, 即为滴定终点。

化学反应方程式如下:



1.2.2 检测方法

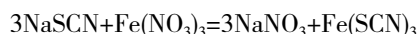
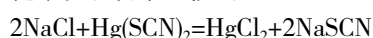
移取适量水样于 250mL 锥形瓶中, 用硝酸调节 pH 至 2~3 之间, 加入 2~3 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂, 用硝酸汞标准溶液滴定至颜色由黄色变为紫红色即为终点, 记下所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, 同时做空白试验, 记下消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

1.3 硫氰酸汞分光光度法

1.3.1 检测原理

硫氰酸汞分光光度法的反应实质就是沉淀反应 - 分光光度法, 用硫氰酸汞标准溶液中的硫氰酸根 (SCN^-) 与水样中氯离子完全完全置换试样中的氯离子 (Cl^-) 全部取代, 而被取代的硫氰酸根 (SCN^-) 与硝酸铁反应生成了硫氰酸铁, 显红色, 在波长 450nm 处, 对有色溶液进行光度测定。

化学反应方程式如下:



1.3.2 检测方法

取适量水样于 50mL 比色管中, 依次加入 10mL 硫酸铁铵溶液、5mL 硫氰酸汞溶液, 再用蒸馏水定容、摇匀、放置 10min, 在 460nm 处测其吸光度值, 其中, 以化学试剂的水溶液作为空白溶液对分光光度计进行调零处理。

1.4 离子色谱法

1.4.1 检测原理

利用离子交换的原理连续对多种阴离子进行定性和定量分析。仪器工作原理如下: 一定体积的样品溶液被注入样品定量环中或浓缩柱后系统开始工作, 样品阀会自动切换到进样位置, 淋洗液将样品定量环中的样品溶液或将富集于浓缩柱上的被测阴离子洗脱下来带入分析柱, 根据其在分离柱上的保留时间的不同实现各种阴离子的分离。淋洗液通过抑制器时, 所有阳离子被交换为氢离子, 氢氧根淋洗液转化为水, 碳酸根性淋洗液转化为碳酸。背景电导率降低, 与此同时被测阴离子转化为相应的酸电导率升高。由电导检测器检测响应信号, 数据处理系统记录并显示离子色谱图。以保留时间对被测阴离子定性, 以峰高或者峰面积对被测阴离子定量。

1.4.2 检测方法

以碳酸钠碳酸氢钠为淋洗液, 硫酸为再生液, 用电导检测器进行检测。先绘制标准标准曲线, 然后将样品的色谱峰与标准溶液中的离子的色谱峰比较, 根据保留时间定性, 峰面积或者峰高定量。对有机物含量 (下转第 89 页)

气体的过多排放。现在一种新型的瓦斯气体燃烧技术逐渐发展起来,应用了全新的燃烧理论,可以快速提升瓦斯气体的燃烧效率,减少环境的污染程度,还可以燃烧一些浓度非常低的瓦斯气体,已经引起了很多领域的广泛关注,目前,这项技术已经成为瓦斯气体燃烧的新技术方法。

3 煤矿低浓度瓦斯利用技术研究前景展望

在综合利用低浓度瓦斯的过程中,瓦斯发电是最常见的利用技术途径和方法,随着煤矿企业的快速发展,对瓦斯气体管道运输方面制定了具体、详细的标准,为了确保瓦斯气体的输送安全,在一定程度上还可以促进瓦斯气体的综合利用和有效发展。在未来的发展进程中,还应该不断优化和调整瓦斯气体的发电机组,全面、有效的提高瓦斯气体的利用效率和发电效率,增强利用的安全性和稳定性。

在未来的一段时间里,瓦斯气体会逐渐向着综合利用的方向快速发展,积极研究一些先进的综合化利用装置,这种装置自身有很多的明显优势,可以净化瓦斯气体,对瓦斯气体进行发电,还可以浓缩和液化瓦斯气体,是多功能集于一体的装置,快速实现瓦斯气体的合理利用和分层次利用,给利用瓦斯气体带来更高的经济效益。可以使用这样的瓦斯气体利用流程:先利用瓦斯气体进行发电,接着利用发出来的电量把瓦斯气体浓缩成浓度非常高的瓦斯,再液化浓度很高的瓦斯,进而分离出瓦斯里面存在的氮,最后用在煤矿井下,减少自然起火。

利用低浓度瓦斯进行焚烧,现在这项技术还没有发展

成熟,依然处于发展时期,不过现在的研究和发展工作持续推进,相信在不久的将来一定会取得显著的成效。焚烧技术发展成熟,就完全可以把低浓度的瓦斯气体应用在工业燃烧方面,给综合利用瓦斯气体提供一条全新的利用方法。

矿井乏风瓦斯利用技术目前的发展前景非常良好,会成为未来的重点研究项目。现在国家已经积极的投入了很多的资金,希望把这项先进的瓦斯利用技术快速的应用在工业生产上。

参考文献:

- [1] 宁成浩,陈贵锋.我国煤矿低浓度瓦斯排放及利用现状分析[J].能源环境保护,2005,8(4).
- [2] 陈宜亮.低浓度煤层气发电机组技术及其应用[J].山东理工大学学报,2003,7(4).
- [3] 马晓钟.煤矿瓦斯综合利用技术的探索与实践[J].中国煤层气,2007,7(3).
- [4] 景兴鹏,刘瑛,郑登峰.煤层气利用技术研究现状[J].陕西煤炭,2007(6).
- [5] 常应洁,刘应书,等.变压吸附法分离低浓度瓦斯的试验研究[J].低温与特气,2006,12(6).
- [6] 赵益芳,阎海英,等.矿井低浓度瓦斯增浓技术的研究[J].太原理工大学学报,2002(1).

作者简介:

刘学斌(1989-),男,籍贯:山西孟县,毕业院校:太原理工大学,学历:本科,现有职称:通风助理工程师。

(上接第 87 页)高的样品,应先使用有机溶剂萃取除去大量有机物,取水相进行分析。对污染严重、成分复杂的样品,可采用预处理柱法同时去除有机物和重金属离子。

1.5 目视比色法

该方法的检测原理是在硝酸介质中氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时在一定时间内氯化银呈悬浮体使溶液浑浊,在实际操作过程中,我们通过配制一系列标准氯化银悬浮液作为比对标准,再将待测样品反应后形成的氯化银与之比对,即可粗略地得出样品中氯离子的含量。这就是所谓的目视比色法。

2 方法评价

2.1 硝酸银滴定法

检测范围 5mg/L~150mg/L,滴定简单,但是终点判断误差较大。

2.2 汞量滴定法

检测范围 1mg/L~100mg/L,终点较易判断,但是有色溶液或者浑浊水样存在干扰。

2.3 硫氰酸汞比色法

检测范围 0.1mg/L~2mg/L,检出限较低,操作简单,但是适用于清洁水中氯离子的测定。如果水中氯离子大于 5mg/L,可以使用硝酸银滴定法。

2.4 离子色谱法

可以测量 ppb 级,操作简单,但是仪器昂贵操作需注意。

2.5 目视比色法

测定范围 0.2mg/L~4mg/L,操作简单,一般用于化学试剂中氯离子的测定。

根据上述方法的比对,我们发现滴定法、比色法和目视比色法在化验室中是容易实现的,离子色谱法更适用于对氯离子含量要求在 ppb 级的化工生产中。而汞量法在数据精准度方面又优于银量法,不只是因为它的检出限高于银量法,而且还因为银量法中铬酸钾指示剂只是起到一个指示终点的作用,而汞量法中指示剂不仅能起到指示终点的作用,还能有效地校准溶液 pH 的作用。但是汞量法分析也有它的缺点,如样品分析前同样需要对溶液 pH 进行调节。水样分析完毕后汞量法还会产生大量含有重金属汞的废液,还得妥善保管集中处理,从环保方面来讲,汞量法次于银量法。在实际操作过程中还需要具体对待。

3 总结

随着化工生产的日益发展,集安全、生产、科技于一身,是以后化工行业的必然趋势,对分析要求也越来越严格。就目前我公司情况及自身的生产特点,设备长期处于高温、高压,连续使用等诸多因素,会造成设备损坏、管线老化、结垢损失等。如果在处理水中氯离子时,由于分析人员选择的分析方法不适当,而使分析结果有偏差,造成公司内管道长期结垢而无人知晓,势必会影响工艺生产。因此根据生产需要,选择合理的分析方法,既能做好日常生产设备监测工作,又不会造成化验室资源浪费。