

循环冷却水中磷酸盐测定方法的改进

胡洪英

(新疆塔里木油田公司塔西南开发公司化肥厂 新疆泽普 884804)

王霞 刘道杰

(聊城师范学院化学系 山东聊城 252059)

摘要 循环冷却水系统中磷酸盐含量的测定,是评价水处理效果的一个重要指标。本文对国标法测定磷酸盐方法进行了改进,通过减少配制钼酸铵溶液时硫酸的用量使得方法的准确度、灵敏度都得到提高,应用于工业循环冷却水中磷酸盐的测定,结果满意。

关键词 磷酸盐测定 分光光度法 循环冷却水 阵列二极管分光光度计

循环冷却水系统是目前化工生产中常用的一种节能降耗、提高企业经济效益的重要措施。循环冷却水中的磷酸盐通常是作为水处理剂而被加入水中的。准确测定循环冷却水中磷酸盐的含量不仅可以判断水中聚磷酸盐的水解情况,进一步预测聚磷酸盐的缓蚀效果和阻垢能力,还可以了解有机磷酸盐在冷却水中结垢控制情况以及 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 的沉积趋势。在实际测定过程中,做好正磷酸盐的工作曲线是准确测定循环水中磷酸盐浓度的重要前提,而显色剂钼酸铵溶液的酸度对工作曲线的绘制具有很大的影响。本文在国标法的基础上,改变配制钼酸铵溶液时 1:1 的硫酸的加入量,用阵列二极管分光光度计测定,并与国标法进行比较,从而建立更灵敏、更准确的测定循环冷却水中磷酸盐的方法。

1 方法的改进

国标法¹中钼酸铵溶液的配制是加入 1:1 的硫酸溶液 230mL,分析波长为 710nm,方法改进后配制钼酸铵溶液时加入 1:1 的硫酸 180mL 分析波长为 890nm。

2 结果比较

2.1 吸收光谱的比较

按国标法实验步骤,分别加入相同量的按国标法配制的钼酸铵溶液和按改进法配制的钼酸铵溶液,用 1cm 比色皿,以空白调零,用阵列二极管分光光度计在 200~1100nm 可见波长范围内扫描,得光谱图 1,2。

从谱图 1 中可以看出,按国标法测定时,当磷酸盐浓度为 3mg/L 时, λ_{max} 在 890nm 处,而当磷酸盐

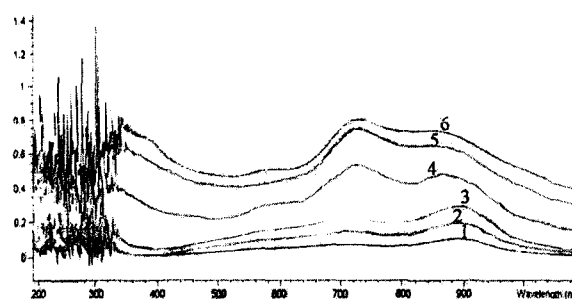


图 1 国际法光谱图

1. 1mg/L, 2. 2mg/L, 3. 3mg/L, 4. 5mg/L, 5. 7mg/L, 6. 8mg/L

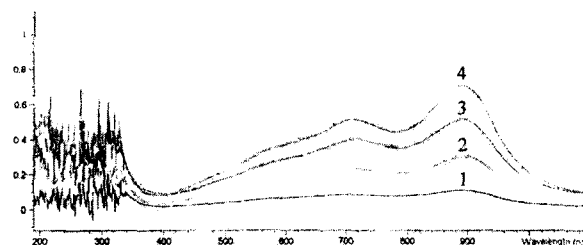


图 2 改进法光谱图

1. 1mg/L, 2. 3mg/L, 3. 5mg/L, 4. 7mg/L

浓度为 5mg/L 时, λ_{max} 在 710nm 处,表明在此实验条件下最大吸收波长随磷酸盐浓度不同发生变化,显然用 710nm 为分析波长对磷酸盐浓度低的溶液分析灵敏度不高。

从谱图 2 中可以看出,在整个浓度范围内,最大吸收波长都在 890nm 处,所以选用此波长为分析波长比较合适。

2.2 标准曲线的比较

国标法以 710nm 为分析波长,改进后的方法以 890nm 为分析波长,分别以测得的吸光度值为纵坐标,相对应的 PO_4^{3-} 浓度 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 为横坐标绘制工作曲线,如图 3 所示。

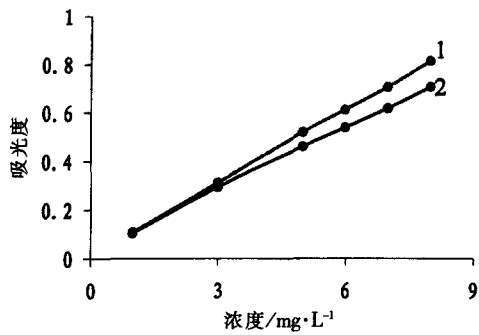


图3 标准曲线

1.改进法, 2.国标法

两标准曲线的回归方程以及相关系数分别为:

改进法: $y_1=0.0998x+0.0118, r=0.9998$

国标法: $y_2=0.0847x+0.0299, r=0.9983$

由图3的标准曲线图中我们可以看出,采用改进的方法后,不仅灵敏度明显提高,而且线性关系良好。

2.3 标准溶液分析结果比较

由国标法和改进法对浓度为8.0mg/L的标准溶液测定(见表1)。

表1 对标准溶液的测定结果比较(n=6)

标准溶液 (mg/L)	国标法			改进法		
	测得值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)	测得值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
8.0	8.7629	109.5	9.3	7.9250	99.1	0.94

从表1中可以看出,采用改进的方法后,测定

的相对标准偏差较小。

2.4 实际样品分析结果

采用改进的方法对实际水样进行分析。现场取3份约250mL循环水,实验室中用中速滤纸过滤后贮存在500mL烧杯中即制成试样。从试样中取20.0mL试验溶液,于50mL容量瓶中,加入2.0mL钼酸铵溶液,3.0mL抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温下放置10min,1cm比色皿,以不加试样溶液的空白调零,以890nm为分析波长测吸光度。由所测得样品溶液的吸光度,即可得到样品溶液中磷酸根离子的含量。并根据水样中磷酸根离子的含量适当加入一定量的磷酸根标准液,做回收率实验(见表2)。

表2 回收率实验结果

序号	水样中含量 mg/L	加入量 mg/L	测得量 mg/L	回收率 %
1	2.0907	3.50	5.6902	102.8
2	4.2536	2.50	6.8069	102.1
3	4.7111	2.00	6.7072	99.8

3 结论

3.1 溶液酸度对吸收光谱产生一定的影响。因此在实际应用中应选择合适的酸用量,并结合所使用的仪器的特点,选择最佳显色条件。

3.2 从实验结果看,测定循环水中的磷酸盐含量,采用改进的方法后,结果更准确更可靠。

An improvement for the determination of phosphate in Recycle Cooling Water

Hu Hongying

(Fertile Factory of Southwest of Talimu Basin Prospect and Exploitation Company of Xinjinag Municipality Xinjinag Zepu 884804)

Wang Xia Liu Daojie

(Liaocheng Teachers University of Shandong Provence Shandong Liaocheng 252059)

Abstract The determination of phosphate content in the recycle cooling water is an important index to estimate the effect of water treatment. An improvement of the determination of phosphate was made on the basis of the State Standard Method through decrease the volume of sulfuric acid while preparing the ammonium molybdic solution. The experiment results showed that the improved method could enhance both the accuracy and the precision. It has been applied to determine the content of phosphate in the recycle cooling water with satisfactory results.

Key words Determination of phosphate Spectrophotometry Recycle cooling water Diode array spectrophotometer