

水蒸气蒸馏法对氟离子检测预处理的影响因素探究

曲直

烟台金正环保科技有限公司 山东 烟台 264000

[摘要]水蒸气蒸馏法作为氟离子检测预处理的重要手段,尤其是提高了对工业废水氟离子的准确度。但是,现行的国标或行标中氟离子的检测方法中的预处理手段不尽相同,因此对检测结果可能存在差异。本文将对水蒸气蒸馏法对氟离子检测的预处理的影响因素进行深入分析,希望对相关人员提供帮助。

[关键词]氟离子;水蒸气蒸馏法;工业废水;影响因素

【DOI】10.12252/j.issn.2096-6288.2021.12.332

1. 引言

氟离子广泛存在于天然水体,并存在于各个工业领域的生产污水。冶金、玻璃、煤化工、染织、氟矿生产等相关行业排放的废水,以及垃圾渗滤液、市政污水等工业废水含有氟化物,水体中氟化物含量超标严重,直接排放影响周边环境,并且氟化钙溶解度低,也对膜法处理废水提出挑战。因此氟化物作为污水治理的一项重要指标,检测的精确度不容忽视。工业或生活污水等水质复杂,处理难度大,影响因素多而杂,对氟离子的检测准确度提出更高要求,现行国标^[1]主要采用的氟离子的检测方法有分光光度法^[2]、离子选择电极法^[3]、离子色谱法^[4]等。直接测量氟离子对水质要求高,而工业污水的成分复杂,因此针对工业废水的氟离子的检测需要进行预处理,目前氟化物预处理手段主要有蒸馏法、扩散法、浸取法等^[5],不同行业存在不同的预处理方法,伍欣华^[6]等人在利用氟离子选择电极法测定炼油催化剂工业污水中的氟含量时采用的是钛铁试剂作为掩蔽剂的预处理方法。而水蒸气蒸馏法可以有效地排除影响因素,提高分光光度法、离子选择电极法的检测准确度,提高离子色谱法预处理柱的使用寿命,因此,此方法对不同检测方法检测氟离子尤为重要。

2. 水蒸气蒸馏法原理及基本操作

2.1 水蒸气蒸馏法原理

氟离子检测过程受水中其它离子的影响因素多。不同的检测方法其中的影响因素不尽相同,但在不同的方法中色度, pH, 碱度、氯离子、硫酸根等阴离子及 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 等阳离子都会对氟离子检测或者设备存在干扰与损耗^[1]。水蒸气蒸馏法则能将水样控制在酸性条件下,使其达到高沸点,通过

水蒸气间接蒸馏将氟离子转化为氟化氢、氟硅酸蒸馏、冷凝收集到聚乙烯瓶中,保证后续检测的准确性。此法可以有效的降低馏出色度,排除大部分阴阳离子的干扰。

2.2 水蒸气蒸馏法基本操作

以现行国标水蒸气蒸馏法^[3]为例:按照普通蒸馏装置搭设蒸馏装置,准确取适量(例如25.00ml)水样,置于蒸馏瓶中,并在不断摇动下缓慢加入15ml高氯酸,利用可调电炉加热,待蒸馏瓶内溶液温度约为130℃时,开始通入蒸气,并维持在 $140\pm 5^{\circ}C$,控制蒸馏速度约5~6ml/min,待接收瓶馏出液体积约150ml时,停止蒸馏,并用水稀释至200ml,供后续测定用。

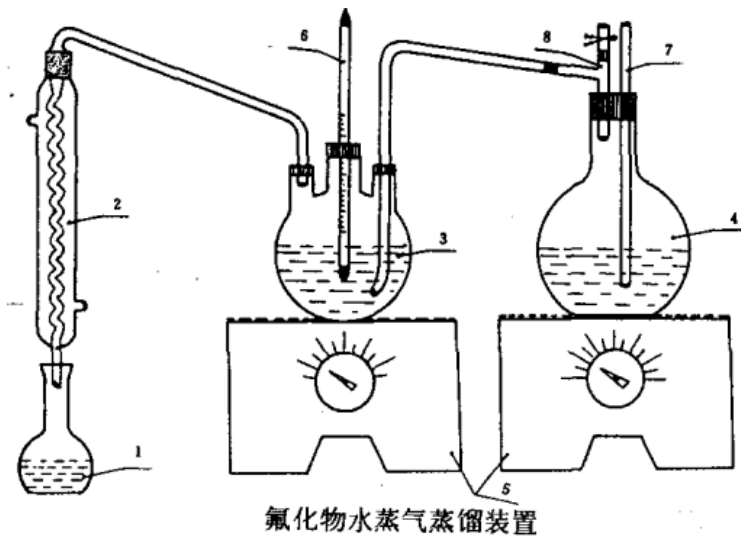
3. 水蒸气蒸馏法的影响因素

3.1 水蒸气蒸馏法用酸、用酸量的选择及温度控制

在现行国标离子选择电极法中的水蒸气蒸馏法采用的硫酸或者是高氯酸,但是高氯酸是一种强氧化剂,若工业废水中含有还原性有机物时^[7],容易引起爆炸,存在安全隐患,因此建议检测工业废水的氟离子用硫酸进行蒸馏。提高氟离子的检测准确度还需要对用酸量、馏出温度进行控制^[8],不同浓度的酸溶液沸点不同,氟离子的回收率不同,硫酸浓度太低,氢氟酸馏出不充分,氟离子回收率偏低,硫酸浓度太高,由于浓硫酸有吸水性,导致氟离子的馏出速度变慢,同样导致氟离子回收率偏低,因此在水蒸气蒸馏氟化物时,需选择合适的酸溶液,合理控制用酸量。

3.2 蒸馏装置、冷凝装置的选择

水蒸气蒸馏法需要配置良好的蒸馏蒸馏装置及冷凝管装置。目前加热方式多样化,现行国标采用的是电炉加热的方式,见图3-1,而水蒸气蒸馏法中蒸馏装置建议采用油浴加



氟化物水蒸气蒸馏装置
 1—接收瓶（200ml容量瓶）；2—蛇形冷凝管；3—250ml直口三角烧瓶；4—水蒸气发生瓶；5—可调电炉；6—温度计；7—安全管；8—三通管（排气用）

图 3-1 氟化物水蒸气蒸馏装置

热，可以克服加热套、电炉等加热方式存在的加热不均匀等缺点，可以有效的控制馏出温度，同时蒸馏导管端部设置多孔结构^[9]，防止蒸馏液飞溅；同时选择合适的冷凝装置，建议不用球形冷凝管而选择蛇形冷凝管，可以有效的提高冷凝效率，减少误差。

3.3 蒸馏速度与馏出体积

在氟离子的蒸馏过程中需严格控制蒸馏速度。馏出速度过快或过慢都会影响氟离子的回收，造成结果不准确。以关念云等人研究为例^[8]，在采用离子选择电极法测试矿冶废水中，以50ml硫酸作为蒸馏试剂，取样量为50ml，在140~150℃蒸馏30min（5ml/min），可有效的分离氟离子与重金属，试验结果具有良好的精密度和准确度。馏出液的体积不宜过多或过少，若体积过多，会造成氟离子稀释倍数过多，馏出体积过少，会造成氟离子馏出不充分。因此需严格控制蒸馏速度和馏出体积。

4. 结论

水蒸气蒸馏法是工业废水中监测氟化物预处理的一项重要方法，蒸馏试剂类型、酸量、蒸馏温度、蒸馏装置、冷凝装置等因素会影响蒸馏效果。工业废水等复杂水质氟离子的检测过程，尤其为需要预处理的水样，需有效的控制以上因

素，提高氟离子的馏出效果，保证检测的准确度。

参考文献

[1] GB/T 5750.5-2016 生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标[s]
 [2] HJ 488-2009 水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法[s]
 [3] GB/T 7884-87 水质 氟化物的测定 离子选择电极法[s]
 [4] HJ/T 84-2001 水质 无机阴离子测定 离子色谱法[s]
 [5] 应波, 吉荣娣. 氟化物测定中的预处理方法(综述)[J]. 卫生研究. 1993, 22(5): 279-282
 [6] 伍欣华, 范华. 氟离子选择电极法测定炼油催化剂工业污水中的氟含量[J]. 工业催化. 2021, 29(11): 77-80
 [7] 梁树权. 高氯酸在分析化学中的应用[J]. 化学通报. 1966(1)
 [8] 付彩霞, 刘崇凤. 水蒸气蒸馏中蒸气导管的改进[J]. 滨州师专学报. 1995, 11(2)
 作者简介:
 曲直(199406-), 男, 汉族, 山东省烟台市。本科, 烟台金正环保科技有限公司, 试验检测。