

工业废水中硝酸根离子含量的测定方法探讨

徐荣益 者加云 冯建锋 (佛山市德方纳米科技有限公司, 广东 佛山 528000)

摘要: 采用亚铁离子还原, 高锰酸钾反滴定对硝酸盐溶液中硝酸根含量进行测定, 通过对影响测试结果准确性的测试条件: 亚铁离子加入量、硫酸加入量、加热温度、加热时间、高锰酸钾滴加量、滴定时间等进行探索, 得到了最佳的测试条件, 其测试偏差小于 0.2%, 该测试方法准确、可靠, 可用于工业废水中硝酸根离子含量的测定。

关键词: 工业废水; 硝酸根离子; 亚铁; 还原

0 引言

近年来, 随着化学工业的发展, 产生的工业废水越来越多, 工业废水进入自然环境中, 对人类健康和生态环境都会造成较大影响。工业废水种类繁多, 硝酸盐废水作为工业废水的主要成分, 其流入自然环境会造成自然水体中硝酸盐含量升高, 人类直接或间接摄入过高的硝酸盐会对身体健康造成严重的危害, 同时, 水体中的硝酸盐含量过高会造成水富营养化, 破坏生态环境平衡^[1-4]。

对工业废水中的硝酸盐含量进行准确分析, 可以让我们充分了解工业废水中硝酸盐含量的状况, 从而确定处理的工业废水是否达标排放, 对我们的生活具有重要意义。综合来看, 目前尚无硝酸根离子的准确测试方法, 本文往硝酸盐溶液中加入过量亚铁离子进行反应, 再用高锰酸钾反滴定, 提高了测试的准确性。

1 主要仪器及试剂

烧杯、移液管、滴定管、容量瓶、锥形瓶、加热器; 高锰酸钾标准溶液; 硫酸亚铁铵、 H_2SO_4 、去离子水为优级纯;

2 实验方法与结果分析

2.1 硫酸亚铁铵溶液、硫酸溶液的制备

①硫酸亚铁铵溶液的制备: 称取 24.5087g 样品于 250mL 烧杯中, 加 100mL 水溶解, 移入 250mL 容量瓶中, 定容, 摇匀备用;

②硫酸溶液的制备: 取 50mL 去离子水于 200mL 烧杯中, 缓慢加入 50mL 硫酸 (98%), 冷却, 摇匀备用。

2.2 实验过程

准确移取 20mL 工业废水于 250mL 容量瓶中, 加水稀释定容 10min, 移取上述液体 10mL 于锥形瓶中, 加少量水, 加入硫酸, 摇匀, 在加热器上加热一段时间, 加热结束后冷却至室温, 缓慢滴加高锰酸钾至溶液变为粉红色即为滴定终点。

2.3 影响测试结果的条件探索

2.3.1 亚铁离子加入量对测试结果的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索亚铁离子加入量对测试结果的影响。

从表 1 可以看出, 亚铁离子加入量对测试结果有一定影响, 亚铁离子加入量小于 54mL 时, 由于亚铁离子不够, 未将溶液中的硝酸根全部还原, 导致测试结果偏

低; 亚铁离子加入量大于 54mL 以后, 亚铁离子可以将溶液中的硝酸根全部还原, 测试结果基本维持不变。由于溶液中硝酸根含量较高, 配制亚铁溶液时的浓度也较高, 为了提高测试的准确性, 选择低浓度的高锰酸钾进行反滴定, 溶液中加入过多的亚铁离子需要消耗大量的高锰酸钾, 同时需要更长的滴定时间, 综合考虑, 亚铁离子加入量为 54mL 较为合适。

表 1 不同的亚铁离子加入量对测试结果的影响

Tab.1 Influence of different amount of ferrous ion on test results

实验序号	1	2	3	4	5
亚铁离子加入量 (mL)	50	52	54	56	58
测试结果 (%)	2.893	2.958	3.005	3.003	2.996
理论值 (%)	3.000	3.000	3.000	3.000	3.000
偏差 (%)	3.567	1.400	0.167	0.100	0.133

2.3.2 硫酸加入量对测试结果的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索硫酸加入量对测试结果的影响。

硫酸加入量对测试结果有一定影响, 硫酸加入量小于 3mL 时, 由于溶液酸度不够, 硝酸根离子与亚铁离子反应活性较低, 短时间内溶液中的硝酸根离子未反应完全, 造成测试结果偏低; 硫酸加入量大于 3mL 以后, 溶液中的全部硝酸根已参与反应, 测试结果较准确, 从提高测试精度的角度出发, 硫酸加入量不宜小于 3mL。

2.3.3 加热时间对收率的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索加热温度对测试结果的影响。

从表 2 可以看出, 加热温度对测试结果有一定的影

响, 加热温度小于 70℃ 时, 测试结果偏低, 加热温度大于 70℃ 以后, 测试结果基本稳定。亚铁离子与硝酸根离子反应存在反应能垒, 提高测试温度可以使反应突破能垒, 加快化学反应速率, 使硝酸根被亚铁离子还原完全, 但温度也不宜过高, 过高的温度需要更长的时间进行冷却, 延长了测试时间, 同时容易造成溶液损失, 加热温度在 70–80℃ 范围内较适宜。

表 2 加热温度对测试结果的影响

Tab.2 Influence of heating temperature on test results

实验序号	1	2	3	4	5
加热温度 (°C)	50	60	70	80	90
测试结果 (%)	2.925	2.971	2.996	3.000	2.997
理论值 (%)	3.000	3.000	3.000	3.000	3.000
偏差 (%)	2.500	0.967	0.133	0.000	0.100

2.3.4 加热时间对测试结果的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索加热时间对测试结果的影响。

表 3 加热时间对测试结果的影响

Tab.3 Influence of heating time on test results

实验序号	1	2	3	4	5
加热时间 (min)	10	15	20	25	30
测试结果 (%)	2.954	2.981	2.995	2.998	3.003
理论值 (%)	3.000	3.000	3.000	3.000	3.000
偏差 (%)	1.533	0.633	0.167	0.067	0.100

从表 3 可以看出, 加热时间对测试结果有一定的影

响, 加热时间小于 20min 时, 有一定测试误差, 加热时间大于 20min 以后, 测试结果波动较小, 测试较为准确。亚铁离子与硝酸根离子速度较慢, 加热时间短, 溶液中的硝酸根未全部被还原, 测试结果偏低。加热时间大于 20min 以后, 溶液中的硝酸根离子已全部被还原, 测试结果基本稳定, 在不影响测试的前提下, 加热时间越短越好, 因此加热时间选择 20–25min 较为合适。

2.3.5 高锰酸钾滴加量对测试结果的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索高锰酸钾滴加量对测试结果的影响。

高锰酸钾滴加量对测试结果有一定的影响, 高锰酸钾滴加量小于 30.4mL 时, 测试结果偏高, 高锰酸钾滴加量大于 30.5mL 以后, 测试结果偏低。滴加高锰酸钾是为了计算出参与反应的亚铁离子的量, 从而计算出溶液中硝酸根含量, 当高锰酸钾滴加量不够时, 势必造成参与反应的亚铁离子偏高, 从而使计算出硝酸根偏高; 相反, 加入过量高锰酸钾会使测试结果偏低。

2.3.6 滴定时间对测试结果的影响

在实验中, 控制其他反应条件不变, 探索滴定时间对测试结果的影响。

滴定时间对测试结果有一定的影响, 滴定时间小于 15min 时, 测试结果偏高; 滴定时间大于 15min 以后, 测试结果基本稳定。由于高锰酸钾溶液浓度较低, 需要滴加 30mL 左右才能到达滴定终点, 滴定时间过短, 势必需要加快滴定速度, 容易造成滴定误差, 延长滴定时间, 虽然可以提高滴定精度, 但影响滴定效率, 综合考虑, 滴定时间在 15–20min 较为合适。

3 结论

①通过对工业废水测试过程中影响测试结果的各因素进行探索, 得到最佳的测试条件为: 亚铁离子加入量 54mL、硫酸加入量 3mL、加热温度 70–80℃、加热时间 20–25min、高锰酸钾滴加量 30.4mL、滴定时间 15–20min;

②影响测试结果因素, 除了滴定时间影响较小, 其他测试条件均影响较大, 在测试过程中应严格控制。

参考文献:

- [1] 赵艳秋, 汪甜, 尹燕杰, 张昊天. 硝酸甘油片游离硝酸根离子的测定 [J]. 海峡药学, 2020, 32(10): 77-79.
- [2] 俞建国. 离子色谱法测定地下水中硝酸盐氮含量的不确定度评定 [J]. 分析测试技术与仪器, 2018, 24(04): 250-255.
- [3] 李剑晗, 柯沛毅. 脱氮硫杆菌对污水中硝酸根离子处理的研究 [J]. 广东化工, 2017, 44(18): 223-224.
- [4] 李可鑫. 伏安法测定 PM2.5 中的硝酸根离子、铅离子和铜离子 [D]. 扬州: 扬州大学, 2015.

作者简介:

徐荣益 (1989-), 男, 湖南娄底人, 本科, 主要研究方向为化学工程。