

探析利用 DM45 密度仪来测定液碱中 NaOH 浓度

王建新 (山西阳煤纳谷赛龙气凝胶纤维公司, 山西 阳泉 045000)

摘要: 液碱是化工生产的一种原料, 其浓度与生产效率密切相关。目前测定方法有化学分析法和仪器分析法, 传统 NaOH 浓度的测定主要采用化学分析法, 但化学分析受人为因素的制约, 给分析结果带来了一定的误差。随着现代科学技术的发展, 传统的化学分析逐渐被仪器分析所替代, 仪器分析有着自动化强度高, 分析误差小的优点被行业内认可, 因此本文主要阐述了利用 DM45 密度仪来测定液碱中 NaOH 浓度。

关键词: 液碱; NaOH 浓度; 化学分析; 仪器分析; DM45 密度仪

液碱即液态状的氢氧化钠, 别名烧碱、苛性钠, 其中主要成分为 NaOH, 也含有少量的 Na_2CO_3 和 NaCl。如图 1 所示。拜耳法生产氧化铝主要是用液碱来调配循环母液中苛碱的浓度, 制备合格的循环母液, 从而进行下一批铝土矿的溶出工艺。氧化铝的碱耗在生产成本中占用了一定的比例, 因此准确分析液碱的浓度对氧化铝生产来说至关重要。本文利用 20℃ 下 NaOH 的密度和浓度线性关系拟合曲线, 建立工作曲线制定分析方法, 同时在试验前进行空气和水的校正, 来减少仪器分析误差, 分析过程中仪器自动进行温度补偿, 最后自动计算得出 NaOH 的百分含量。



图 1 片碱 (NaOH)

1 液碱中 NaOH 浓度的测定——仪器分析法

1.1 主要仪器

表 1 DM 系列密度仪相关参数表

密度计和密度模块	DM40 DX40	DM45DeltRange DX45DeltRange	DM50 DX50
测量范围	0.0000...3.0000	0.00000...3.00000	0.0000...3.0000
重复性 (S.D.n=10)	0.00005	0.000005	0.00005
准确性 [g/cm ³]	0.0001	0.00002(0.7...1g/ cm ³ , 15...20℃) 0.00005(0...3g/ cm ³ , 0...91℃)	0.00002(0...1g/ cm ³)0.00004(0... 3g/cm ³)

白利糖准确度 [%w/w]	0.03	0.02	0.02
酒精度准确性 [%v/v]	0.1	0.02	0.02
温度范围 [℃]	0...91	0...91	0...91
温度准确性 [℃]	0.05(10...30℃) 0.10(10...91℃)	0.02(15...20℃) 0.05(10...91℃)	0.02(10...30℃) 0.05(10...91℃)

梅特勒托利多 DM 系列密度仪。如图 2、表 1 所示。结合实际工况及指标要求, 选用 DM45 密度仪。



图 2 DM 系列密度仪

1.2 方法原理

密度测量基于 U 型玻璃管电磁感应振动, 振动周期由感应器测量, 通过测量已知密度空气和水的振动周期, 来计算检测器的系数, 从而计算未知样品的密度由密度和浓度之间的关系式, 推算出样品的浓度。

1.3 试剂

无水乙醇 (分析纯)、纯水。

1.4 分析步骤

1.4.1 试验前准备工作

首先检查 DM45 密度仪的连接电源是否正常, 干燥剂是否失效, 若失效应立即进行更换。打开 DM45 密度仪仪器电源, 预热 20min 左右。

1.4.2 仪器校正

在仪器桌面上点击手工操作, 再点击检测器, 在此

方法下先用注射器将纯水注入 U 型玻璃管进行冲洗, 冲洗两次, 再将无水乙醇注入 U 型玻璃管进行润洗, 最后用干燥泵对 U 型玻璃管进行干燥, 直到温度补偿到 20℃。

在仪器桌面上点击校正方法 (ADJ), 在此方法下用注射器向 U 型玻璃管内注入纯水, 并确保 U 型玻璃管内无气泡, 否则重新注入。点击开始, 仪器进行自动校正, 校正完毕后仪器将提示校正成功, 否则提示校正失败, 按照上述方法继续进行校正, 直到校正成功为止。

1.4.3 样品测量

在仪器桌面上点击样品的测量方法, 在此方法下先用注射器将纯水注入 U 型玻璃管进行冲洗, 冲洗两次, 再将无水乙醇注入 U 型玻璃管进行润洗, 最后用干燥泵对 U 型玻璃管进行干燥, 直到温度补偿到 20℃。注射器向 U 型玻璃管内注入样品, 并确保 U 型玻璃管内无气泡, 否则重新注入。仪器自动测量, 直到温度补偿到 20℃ -20.03℃ 时, 读取测量结果, 并记录。

1.5 工作曲线的绘制

表 2 20℃ 下 NaOH 的密度和浓度对应关系表

序号	密度 g/mL	质量分数 %	序号	密度 g/mL	质量分数 %
1	1.310	28.33	11	1.485	45.75
2	1.315	28.80	12	1.490	46.27
3	1.320	29.26	13	1.495	46.80
4	1.325	29.73	14	1.500	47.23
5	1.330	30.20	15	1.505	47.85
6	1.335	30.67	16	1.510	48.88
7	1.340	31.14	17	1.515	48.905
8	1.345	31.62	18	1.520	49.44
9	1.350	32.10	19	1.525	49.97
10	1.355	32.58	20	1.530	50.50

本厂使用的液碱浓度为 30 碱和 50 碱, 为了保证所制曲线具有覆盖性, 在查 20℃ 下 NaOH 的密度和浓度对应关系时选择此浓度范围内的点, 同时为了避免高浓度碱和低浓度碱同时分析时产生误差, 因此对此两种浓度碱分别制作工作曲线。在 DM45 密度计桌面点击方法, 添加新建方法号为 NaOH₃O 测定方法, 选择模式为 MS 测量, 拟合类型选择二阶多项式, 计算中 R1 表示密度, R2 表示浓度。再点击主界面进入设置, 然后点击表格 & 数值, 将下表中序号 1-10 中的密度和质量分数值分别输入 X、Y 中, 输入完毕点击保存, 仪器自动绘制工作曲线, 此曲线表示 30 碱工作曲线。50 碱工作曲线与 30

碱制作相同。

2 结果分析与讨论

本文用 10 个 30 碱进行仪器测定, 每个样品进行平行样测定, 其测定结果如表 3:

表 3

序号	编号	第一次测定结果 %	第二次测定结果 %	相差 %	备注
1	YJ-001	29.77	29.78	0.01	实验室要求 NaOH 平行样之间的允许差为 0.1%
2	YJ-002	29.75	29.80	0.05	
3	YJ-003	29.66	29.64	0.02	
4	YJ-004	29.89	29.86	0.03	
5	YJ-005	29.94	29.92	0.02	
6	YJ-006	29.65	29.61	0.04	
7	YJ-007	30.33	30.32	0.02	
8	YJ-008	30.56	30.51	0.05	
9	YJ-009	29.87	29.91	0.04	
10	YJ-010	29.57	29.55	0.02	

从以上测定结果可以看出, 结果最大偏差为 0.05%, 最小偏差 0.01%, 均在允许差 0.1% 的范围内, 说明了仪器测定的重现性好, 精确度高, 达到使用要求。

3 结论

利用 DM45 密度计进行液碱中 NaOH 浓度的测定, 与传统的化学分析法相比, 不仅精确度和准确度较高, 重现性好, 更具有操作简单快速、节省人力和试剂的优点, 但是在使用过程中应注意以下几点:

①测定前要做好仪器的校正工作, 注意干燥剂的颜色, 判断是否失效, 否则校正不能成功通过;

②测定过程中要做好 U 型玻璃管的干燥洁净工作, 确保管内清洁, 减少仪器误差;

③操作人员应定期对检测器进行保养, 延长检测器寿命, 同时对检测器进行检验, 确保测量值与理论值在指定的允差范围内;

④注射器的使用要分开, 高低浓度的样品不能混用, 以免引起分析误差。

参考文献:

- [1] GBT 209-2018. 工业用氢氧化钠 [S]. 北京: 国家标准化管理委员会, 2018.
- [2] 姜洪文, 陈淑刚. 化验室组织与管理 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- [3] 姚虎卿. 化工辞典 (第五版) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2014.