

解决方案 | 离子色谱法测定洗渣废水中 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 含量

在生产过程中,许多工艺会有大量的滤渣产生,然而其无法直接从过滤机上卸除,需要用自来水冲洗。在进行冲洗时,泥渣转移入冲洗水流中,并随同冲洗水流一起流出,形成了洗渣废水。这种废水中含有大量悬浮固体颗粒或无机阴阳离子,且有一定的酸性或碱性,若直接排入水体将会严重污染环境。因此需要全面了解和掌握洗渣废水的各离子含量及体系酸碱性,进而对洗渣废水进行处理。

离子色谱法测定洗渣废水中的部分阴离子和部分阳离子,因成本低廉,抗背景干扰能力强。且具有良好的分离效果、线性、重复性及稳定性,而被普遍采用。本文建立了利用 IC-2800 离子色谱法测定洗渣废水中的 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 含量的方法,供相关人员参考。

实验部分

仪器与试剂

IC-2800 型离子色谱仪 (配电导检测器);

碳酸钠 (优级纯);

碳酸氢钠 (优级纯);

蒸馏水;

氯离子标准溶液 (1000 $\mu g/ml$);

氟离子标准溶液 (1000 $\mu g/ml$);

硫酸根标准溶液 (1000 $\mu g/ml$);

硝酸根标准溶液 (1000 $\mu g/ml$);

钾离子标准溶液 (1000 $\mu g/ml$);

钙离子标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）；

钠离子标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）；

铵根离子标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）；

镁离子标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）。

色谱条件

色谱柱：阴离子色谱柱及阳离子色谱柱

淋洗液：阴离子 2.4mmol/L 碳酸钠和 6mmol/L 碳酸氢钠混合液作为淋洗液；

阳离子 1.3mL 甲烷磺酸用水定容至 1L 所得溶液作为淋洗液；

流速：1.0ml/min；

进样量：100 μL ；

柱温：室温；

电流：阴离子抑制器电流为 50mA，阳离子抑制器电流为 75mA。

样品前处理

洗渣废水用蒸馏水稀释至合适倍数。

实验结果

标准谱图

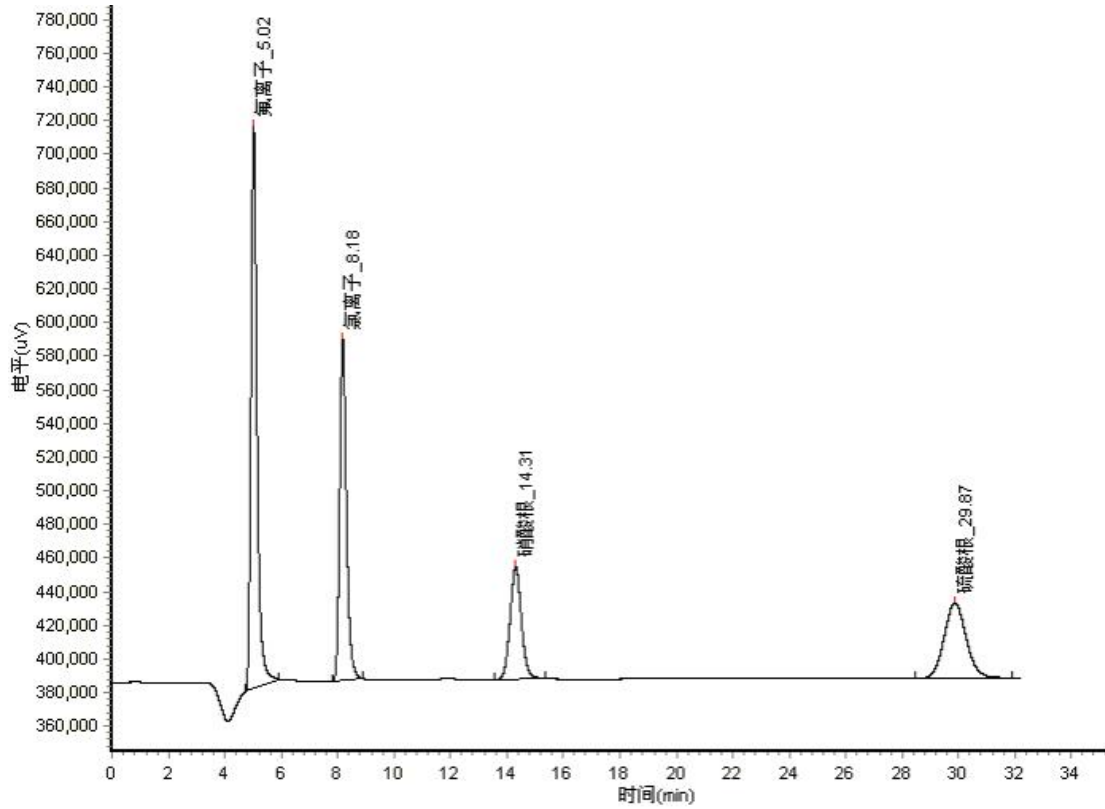


图 1 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻标准品的谱图

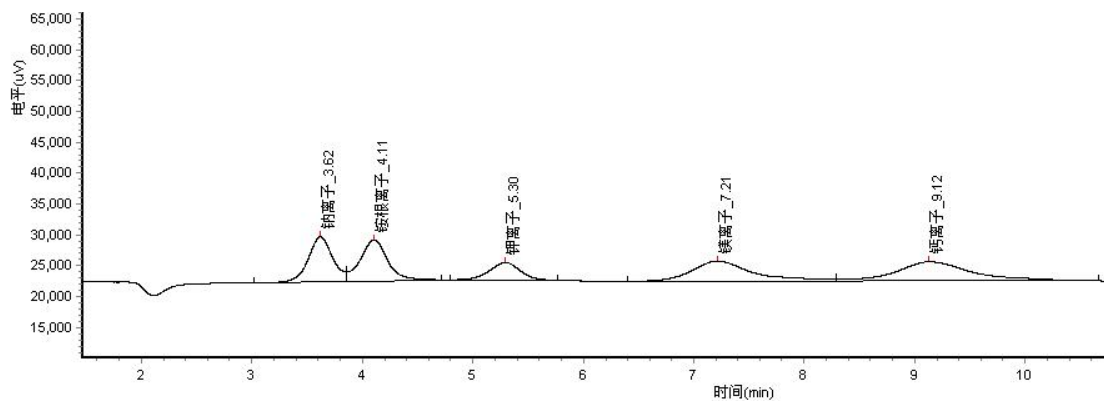
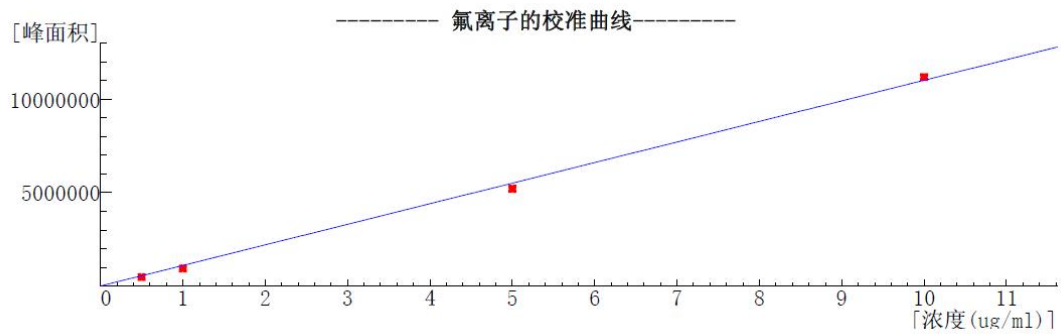


图 2 Na⁺、NH₄⁺、K⁺、Mg²⁺、Ca²⁺标准品的谱图

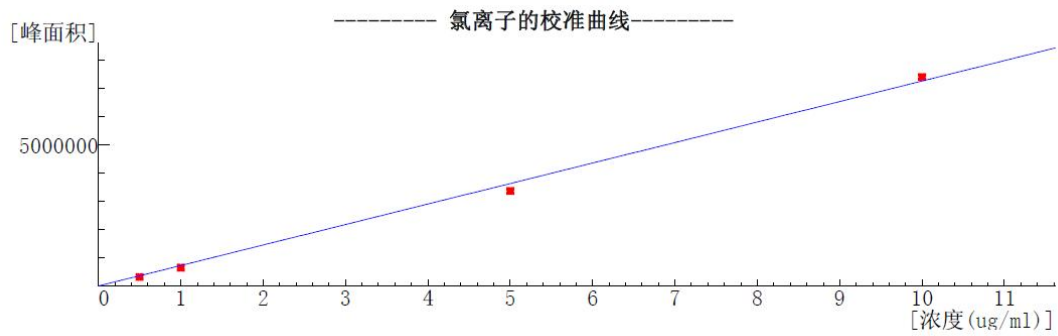
标准曲线



标准曲线方程: $Y = 1101747.60X + 0.00$

$R = 0.99942$

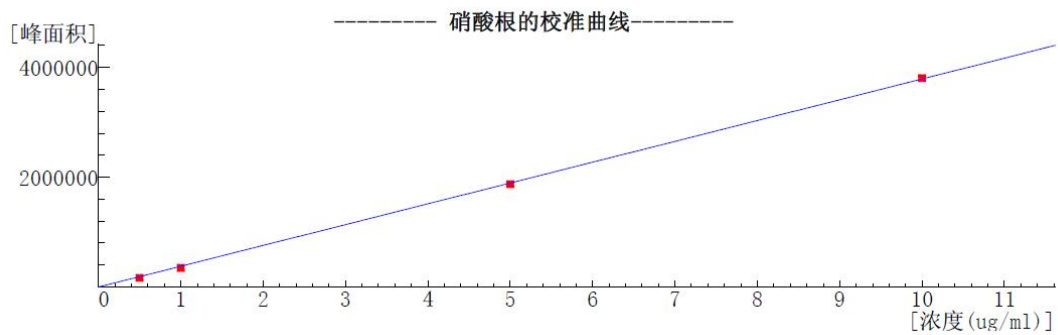
图 3 氟离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 725552.04X + 0.00$

$R = 0.99902$

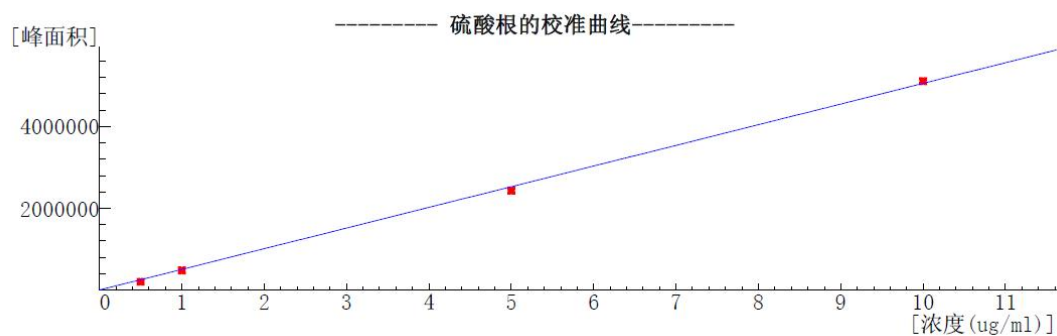
图 4 氯离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 378931.24X + 0.00$

$R = 0.9996$

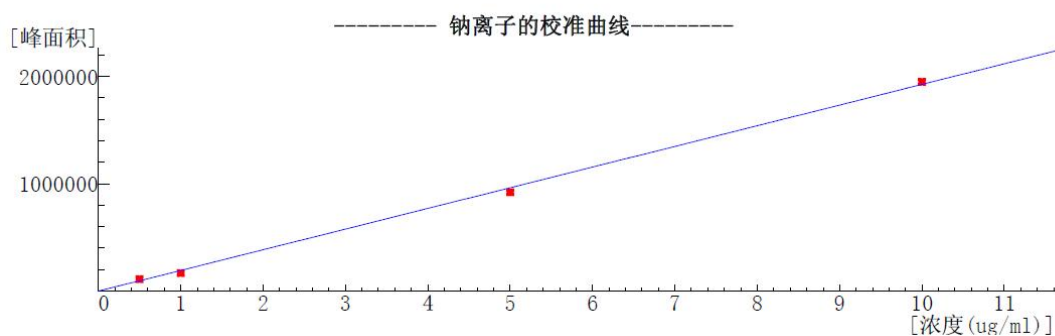
图 5 硝酸根离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 505257.93X + 0.00$

$R = 0.99972$

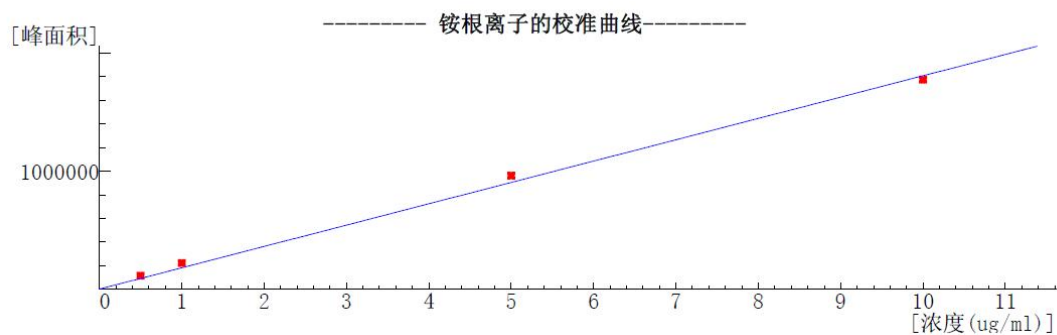
图 6 硫酸根离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 192461.68X + 0.00$

$R = 0.99946$

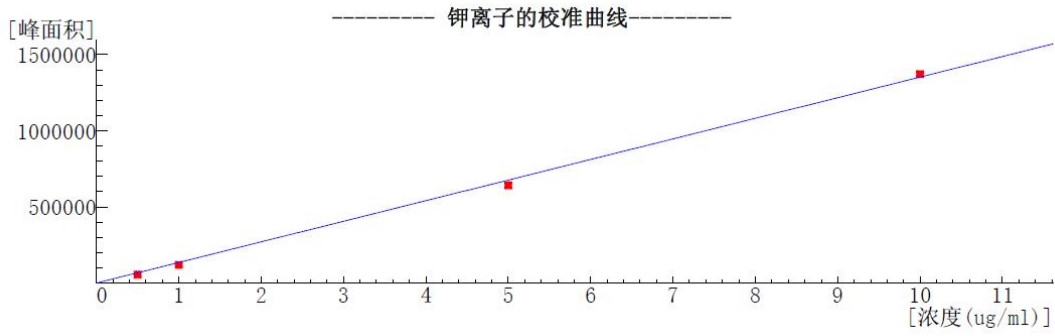
图 7 钠离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 180928.13X + 0.00$

$R = 0.9991$

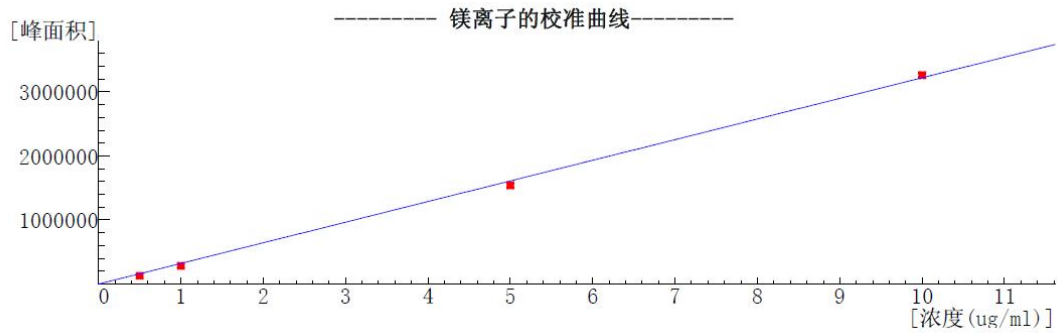
图 8 铵根离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 135193.33X + 0.00$

$R = 0.99952$

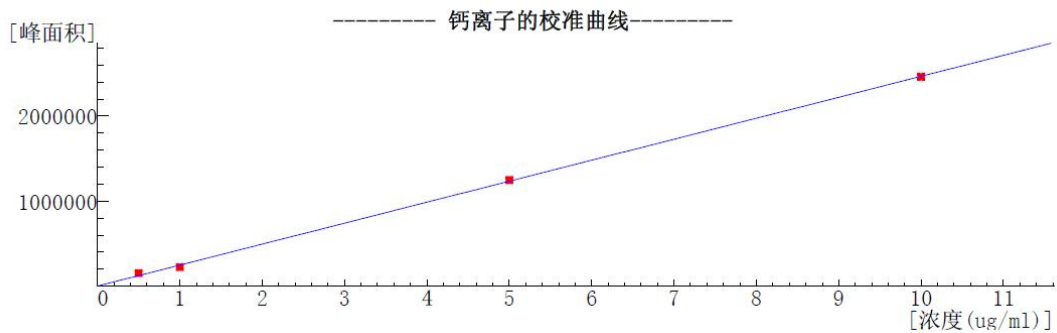
图 9 钾离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 322075.01X + 0.00$

$R = 0.99965$

图 10 镁离子的校准曲线



标准曲线方程: $Y = 247039.35X + 0.00$

$R = 0.99982$

图 11 钙离子的校准曲线

样品分析

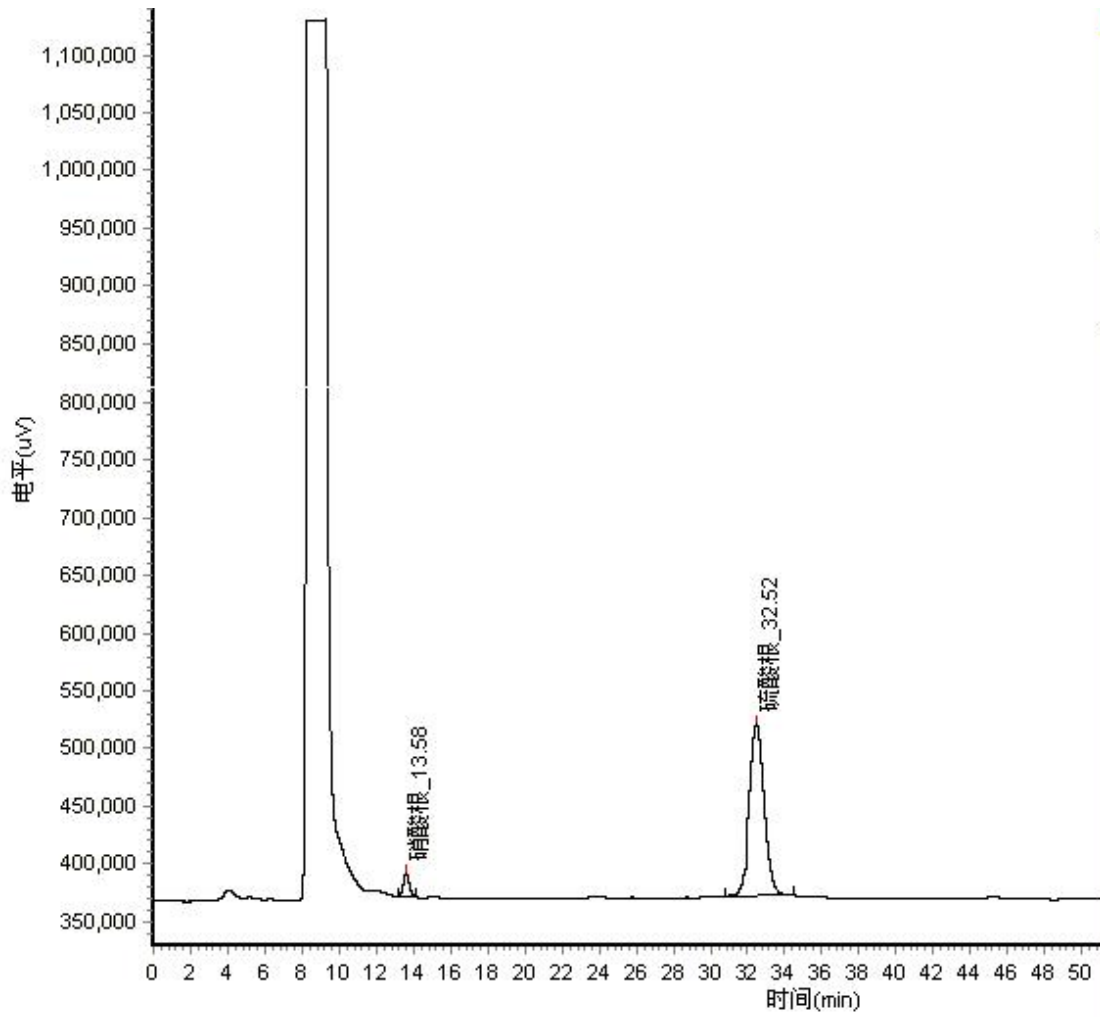


图 12 样品用水稀释 100 倍测 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 谱图

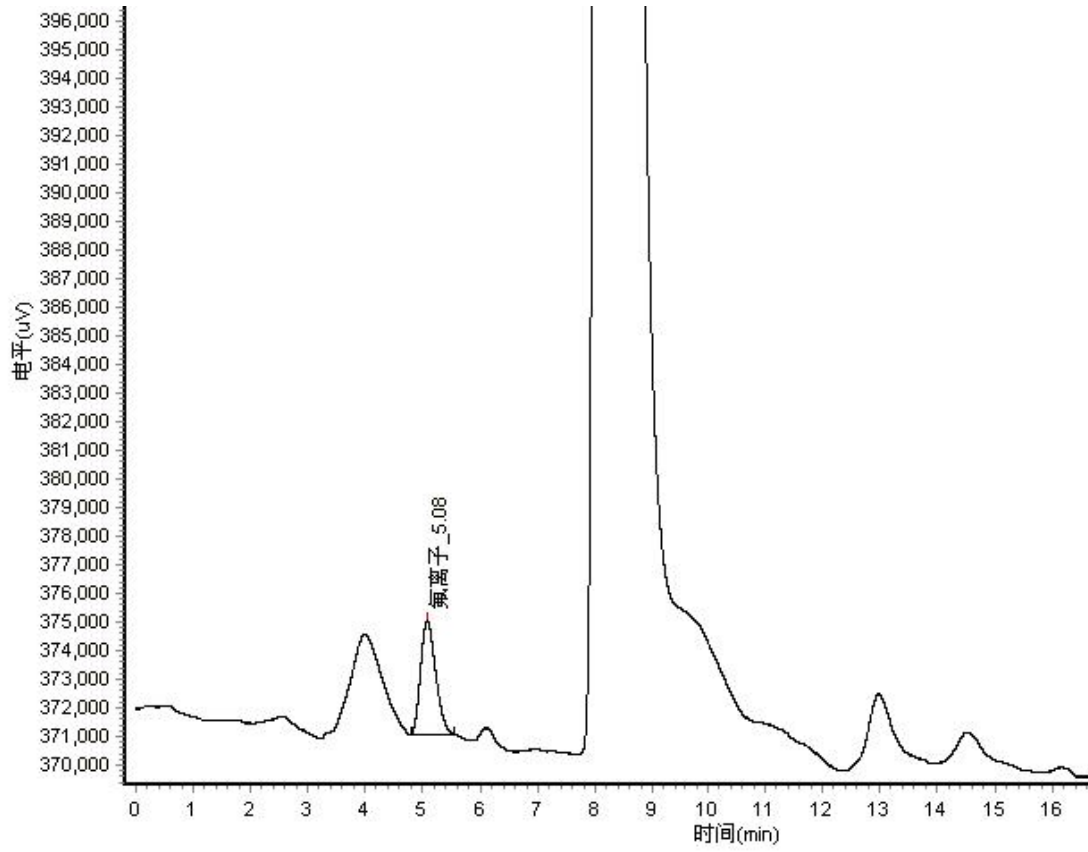


图 13 样品用淋洗液稀释 1000 倍测 F- 谱图

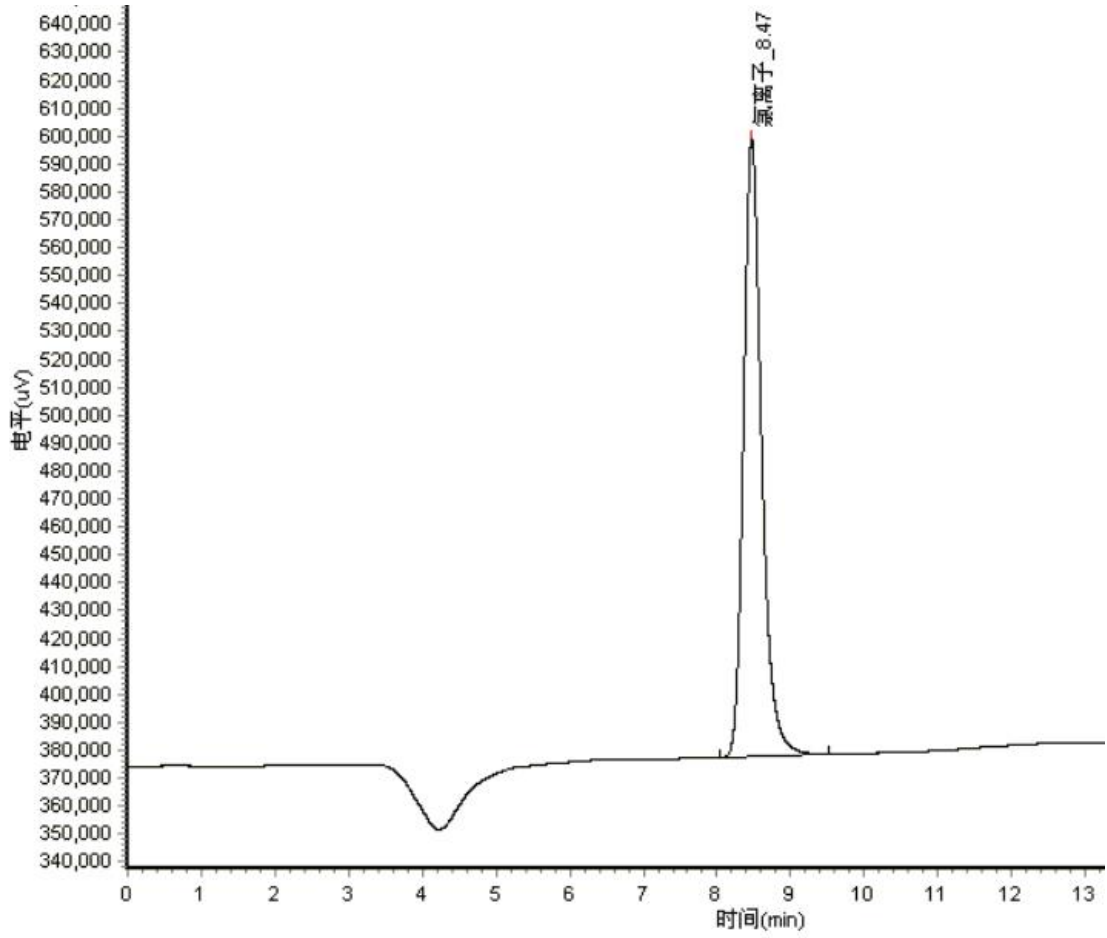


图 14 样品用水稀释 10000 倍测 Cl⁻谱图

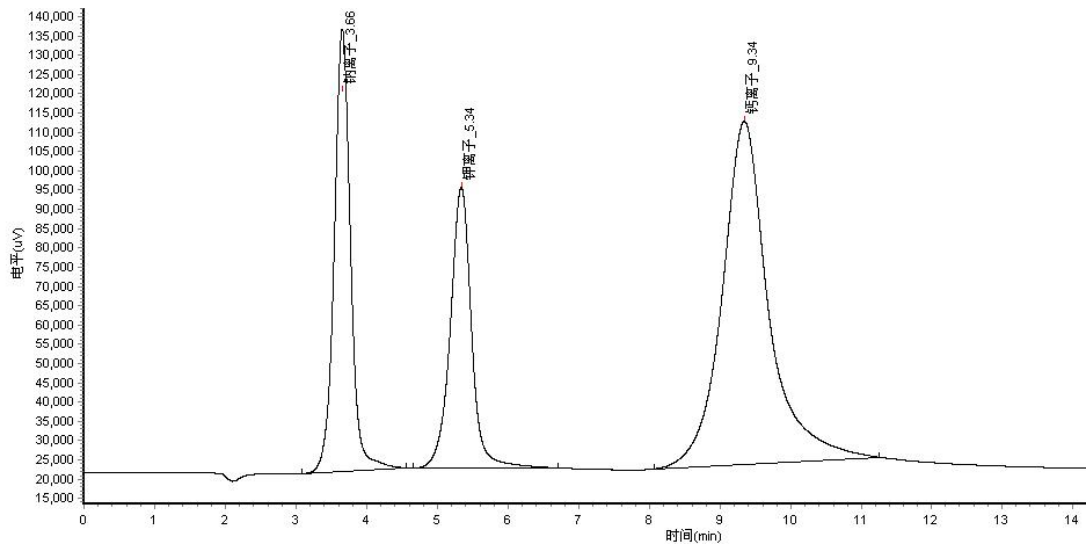


图 15 样品用水稀释 10000 倍测阳离子所得谱图

检测结果

离子	测定值 $\mu\text{g/ml}$	平均值 $\mu\text{g/ml}$	RSD%
F ⁻	65.8	65.6	0.40
	65.7		
	65.3		
Cl ⁻	55840	55553.3	0.48
	55500		
	55320		
NO ₃ ⁻	116.0	116.2	0.18
	116.4		
	116.1		
SO ₄ ²⁻	1667	1682.7	1.10
	1678		
	1703		
Na ⁺	9445	9527.3	0.81
	9540		
	9597		
NH ₄ ⁺ 注1			
K ⁺	11050	11206.7	1.22
	11270		
	11300		
Mg ²⁺ 注2			
Ca ²⁺	16860	16753.3	1.15
	16530		
	16870		

注 1：由于样品中钠离子与铵离子的含量相差较大，无法稀释合适倍数来检测铵离子。

注 2：由于样品中镁离子含量远小于其他离子含量，无法稀释合适倍数来检测镁离子。

结论

本文利用 IC-2800 离子色谱建立测定洗渣废水中的部分阴离子和部分阳离子的方法。实验结果表明，该方法峰型良好，分离度可满足分析要求，并且重复性良

好，各离子浓度测量值的 RSD 均在 3% 以下。可供相关人员参考。