

Exploration of Using Single Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectroscopy to Determine Chlorine in Wastewater

Huifang Yang Siping Du Shunbin Qi Juan Qi Kecheng Liu

Qingyang Petrochemical Branch, PetroChina Co., Ltd., Qingyang, Gansu, 745000, China

Abstract

Single wavelength dispersive X-ray fluorescence spectroscopy (WDXRF) is a commonly used uncalibrated analysis technique, which has the characteristics of non-destructive, high precision and wide applicability. In the field of environmental analysis, WDXRF is widely used in the detection and quantitative analysis of heavy metal elements in sewage. However, there are relatively few studies on the determination of chlorine in sewage. Chlorine exists widely in the environment, the accurate determination of its concentration is of great significance for environmental protection and water quality monitoring. However, the traditional chlorine determination method usually involves the pretreatment of samples and the use of chemical reagents, which is cumbersome and susceptible to interference from other components. Therefore, developing a simple, rapid and accurate chlorine determination method has important application value. In this paper, the source of chlorine in sewage and its influence on the environment are analyzed, and the determination methods of chlorine and the application of single wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry in the determination of chlorine in sewage are reviewed.

Keywords

single wavelength dispersive X-ray; fluorescence spectrometry; chlorine in sewage

应用单波长色散 X 射线荧光光谱法测定污水中氯的探索

杨会芳 杜四平 祁舜斌 祁娟 刘克诚

中国石油天然气股份有限公司庆阳石化分公司, 中国 · 甘肃 庆阳 745000

摘 要

单波长色散X射线荧光光谱法(WDXRF)是一种常用的无标定分析技术,具有非破坏性、高精度和广泛适用性的特点。在环境分析领域,WDXRF被广泛应用于污水中重金属元素的检测和定量分析。然而,目前对于污水中氯的测定相对较少研究。氯在环境中广泛存在,其浓度的准确测定对于环境保护和水质监测具有重要意义。然而,传统的氯测定方法通常涉及样品的预处理和化学试剂的使用,操作繁琐且易受其他成分干扰。因此,开发一种简便、快速、准确的氯测定方法具有重要的应用价值。论文分析了污水中氯的来源和对环境的影响,并梳理了氯的测定方法,以及单波长色散X射线荧光光谱法在测定污水氯中的应用。

关键词

单波长色散X射线; 荧光光谱法; 污水中氯

1 引言

水是生命的重要组成部分,然而由于人类活动和工业化进程不断推进,水体污染成为一个严重的环境问题。其中,氯是一种常见的水体污染物之一,它来源于工业废水、农业排放、城市生活污水等多个渠道。氯离子的存在会对水体生态系统产生负面影响,并可能对人体健康造成威胁。

2 污水中氯的来源和对环境的影响

污水中氯的来源主要包括工业排放、农业排放、自来水处理和家庭用品。工业过程中使用的氯化物和含氯化物

会在废水排放中释放出来,而农业领域中的氯化肥料也可能导致氯离子的富集。此外,自来水处理中常常使用氯气或氯胺等消毒剂,这些也可能增加氯离子的含量。高氯离子含量的污水可能对水生生物和人类健康产生严重危害。氯离子可以对水生生物的生态系统造成破坏,因为它们可以干扰水中的化学平衡,对鱼类、藻类和其他水生生物造成毒性影响。此外,高氯离子含量的水可能导致异味变差,影响饮用水质量。对于人类健康,高氯离子含量可能与癌症风险增加、生殖系统问题和皮肤炎症等健康问题相关联。

3 氯的测定方法综述

3.1 滴定法

滴定法是一种常用的化学分析方法,用于测定溶液中特定物质的浓度。对于氯含量的测定,常用的滴定试剂包括

【作者简介】杨会芳(1977-),女,中国甘肃庆阳人,本科,工程师,从事分析检测、环境保护、安全生产等研究。

银硝酸和小苏打滴定法、亚氯酸钠滴定法等。

在银硝酸和小苏打滴定法中,首先将待测溶液与过量的银离子反应生成沉淀。然后,再用盐酸将自由银离子转化为氯化物,继续滴加银硝酸溶液^[1]。当溶液中的氯化物完全与银离子反应生成沉淀时,溶液的颜色从无色变为浑浊,即滴定终点。根据滴定所消耗的银硝酸溶液的体积,可以计算出溶液中氯离子的浓度。亚氯酸钠滴定法则是利用亚氯酸钠溶液与待测溶液中的氯离子发生氧化还原反应。亚氯酸钠溶液中的亚氯酸根离子(ClO^-)会与溶液中的氯离子发生反应,生成氯气和亚氯离子(ClO^{2-})。在反应过程中,亚氯酸根离子的消耗量与溶液中氯离子的浓度成正比。通过滴定过程中所需的亚氯酸钠溶液的体积,可以计算出溶液中氯离子的浓度。滴定法在实验室中广泛应用于氯含量的测定,具有操作简便、结果可靠等优点。但在进行滴定分析时,需要注意选择适当的指示剂、滴定试剂的浓度、滴定过程中的条件等影响因素,以确保测定结果的准确性和可重复性。

3.2 光度法

光度法是一种常用的化学分析方法,其原理是利用物质对光的吸收或散射程度来测定样品中的化学成分,在测定污水中的氯离子含量时,光度法具有较高的灵敏度和准确性,特别适用于基质复杂的污水样品。在光度法中,常用的试剂包括二氧阿奇里试剂和樟脑酚试剂等,二氧阿奇里试剂是一种与氯离子反应生成红色复合物的显色剂,通过比色法或分光光度法可以测定氯离子的含量,樟脑酚试剂则是一种具有高灵敏度和选择性的指示剂,与氯离子反应发生显色反应,可以通过滴定法或比色法进行测定^[2]。光度法的优点在于操作简便、快速、灵敏度高,同时不需要昂贵的仪器设备,可以在小规模实验室或野外条件下进行操作。此外,光度法还可以与萃取、离子交换等样品处理技术结合使用,提高测定的准确度和灵敏度。然而,需要注意的是,光度法的准确度可能会受到多种因素的影响,如显色剂的质量、反应条件、样品基质等。因此,在进行测定时需要严格控制实验条件,并选择合适的显色剂和样品处理方法以提高测定的准确度。

3.3 电化学法

电化学法是一种利用物质在电场作用下的化学反应来测定化学成分的分析方法。在测定污水中的氯离子含量时,电化学法具有较高的灵敏度和准确性,特别是对于高浓度氯离子的测定更为优越。电化学法主要利用电极与氯离子间的氧化还原反应关系,通过测量电流或电势的变化来确定氯离子的浓度。其中,离子选择电极法是一种常用的电化学方法,其原理是利用特定离子选择性电极对特定离子产生的电位响应来测定氯离子的含量。而极谱法则是通过在电解过程中测量电流-电位曲线来确定氯离子的浓度^[3]。电化学法的优点在于操作简便、快速、灵敏度高,同时不需要昂贵的仪器设备,可以在小规模实验室或野外条件下进行操作。此外,电化学法还可以与萃取、离子交换等样品处理技术结合使

用,提高测定的准确度和灵敏度。然而,需要注意的是,电化学法的准确度可能会受到多种因素的影响,如电极的选择和老化、反应条件、样品基质等。因此,在进行测定时需要严格控制实验条件,并选择合适的电极和样品处理方法以提高测定的准确度。

4 单波长色散 X 射线荧光光谱法在测定污水氯中的应用

4.1 样品采集与处理

在进行单波长色散 X 射线荧光光谱法测定前,确保样品的采集和处理是关键步骤。为了确保所采集的样品能代表整个污水处理系统的氯含量,需要采集足够数量的样品,可以确保结果的准确性和可靠性,避免个别样本的异常值对整体结果产生不利影响。在采集过程中,使用干净、无污染的容器非常重要,可以确保样品在采集过程中不会受到外界因素的干扰,从而保持其原始特性。采集后的样品需要进行适当的处理,以适应单波长色散 X 射线荧光光谱法的检测要求。常见的处理方法包括干燥、浓缩、过滤等^[4]。例如,对于含有大量水分的样品,需要进行干燥处理,以防止水分对 X 射线荧光光谱产生干扰。此外,对于浓度过低的样品,可能需要通过浓缩方法提高其浓度,以便进行准确的测量。过滤处理也是常用的步骤,它可以去除样品中的杂质和颗粒物,保证样品的纯净性和均匀性。为了消除基体效应和荧光猝灭效应的影响,有时需要对样品进行基体匹配和荧光增强处理,基体效应是指样品中的基质成分对 X 射线荧光光谱产生的干扰,而荧光猝灭效应则是指某些元素的存在会降低其他元素的荧光强度。通过基体匹配和荧光增强处理,可以减小这些效应的影响,提高测定的准确性和可靠性。

4.2 仪器检测

在进行单波长色散 X 射线荧光光谱法测定时,专业的 X 射线荧光光谱仪是必不可少的工具。

选择适合的仪器型号非常重要,不同型号的仪器具有不同的性能和适用范围,因此需要根据实际需求进行选择,一般来说,选择具有高灵敏度、高分辨率和宽动态范围的仪器,能够更好地满足污水氯含量测定的要求。在检测过程中,参数设置也是关键环节,通过对仪器参数进行合理设置,可以优化检测结果,提高准确性和可靠性。例如,对于污水样品的测定,需要选择合适的激发条件和测量条件,以获得更准确的荧光光谱数据。此外,针对不同的样品类型和基质,还需要对仪器进行基体匹配和荧光增强处理,以消除基体效应和荧光猝灭效应的影响,为了确保仪器检测结果的准确性和可靠性,需要对仪器进行定期校准和维护,校准是通过已知标准样品的测量结果与标准值进行比较,对仪器进行校准,以保证其准确性^[5]。此外,定期对仪器进行维护和保养也是必要的,可以确保仪器的正常运行和使用寿命。

在操作过程中,专业的技术人员也是保证检测结果准

确性的重要因素。技术人员需要具备相关的专业知识和技能,能够正确操作仪器,处理数据和分析结果。同时,还需要了解仪器的工作原理和性能特点,能够对仪器进行简单的故障排除和维护。

4.3 数据分析

通过对单波长色散 X 射线荧光光谱仪检测得到的氯元素荧光光谱进行解析,可以确定氯元素的含量。

在解析荧光光谱时,常用的分析方法包括内标法、标准曲线法和相对比较法等。内标法是通过在样品中加入已知浓度的内标元素,利用内标元素与氯元素的荧光强度之间的比例关系,计算出氯元素的浓度,标准曲线法则是通过测量一系列已知浓度的标准样品,建立氯元素荧光强度与浓度之间的线性关系,然后利用待测样品的荧光强度,推算出其浓度。相对比较法则是通过比较待测样品与已知氯浓度样品的荧光强度,计算出待测样品的氯浓度。

通过对不同方法的比较和验证,可以进一步提高测定结果的准确性和可靠性。例如,内标法可以消除基体效应和荧光猝灭效应的影响,提高测定的准确性。标准曲线法可以建立可靠的线性关系,适用于大量样品的测定。相对比较法可以快速、简便地测定氯浓度,适用于现场监测和应急分析。在选择分析方法时,需要考虑实际应用场景和需求。例如,对于需要高精度测定的复杂样品,可能需要选择内标法或标准曲线法;对于简单基质或需要快速测定的样品,相对比较法则可能更为实用。同时,还需要对方法进行验证和优化,确保其适用于特定样品的测定,并不断提高测定结果的准确性和可靠性。

4.4 应用优势与限制

单波长色散 X 射线荧光光谱法在测定污水氯中的应用具有显著的优势。单波长色散 X 射线荧光光谱法具有较高的精密度和准确度,能够满足实际监测的需求。这种方法利用 X 射线的散射特性,能够精确地测量样品中氯原子的电子密度,从而得到氯元素的含量。由于其高精密度和准确度,这种方法在污水处理行业得到了广泛应用,为监测污水处理过程中的氯含量提供了有力的支持。单波长色散 X 射

线荧光光谱法具有无损检测的特性,不会对样品造成进一步污染,在进行测定时,这种方法不需要对样品进行破坏或化学处理,可以保持样品的原始状态。这种无损检测的特性使得该方法在环境监测领域具有广泛的应用前景,特别是对于那些对环境破坏较小,或者需要尽量保持样品原状的监测项目。此外,单波长色散 X 射线荧光光谱法具有快速、简便的优点。利用这种方法的自动化检测设备,可以快速、简便地测定出污水中的氯含量。同时,由于其快速测定的特性,这种方法在应急监测和实时监控中也有广泛的应用。

5 结语

总的来说,单波长色散 X 射线荧光光谱法是一种灵敏、准确、快速且无损地测定污水氯含量的方法。通过使用专业的 X 射线荧光光谱仪,结合适当的样品处理步骤和数据分析方法,可以获得可靠的测定结果。这种方法不仅适用于实验室环境,也适用于现场监测和实时控制。未来,随着科学技术的发展和进步,单波长色散 X 射线荧光光谱法在测定污水氯方面的应用将会得到进一步优化和完善。同时,随着环保意识的增强和污水处理技术的改进,对污水氯含量的监测将会越来越受到重视,这种方法的应用前景也将更加广阔。

参考文献

- [1] 呼国茂.单波长色散X射线荧光光谱法测定煤焦油中总氯含量[J].内蒙古石油化工,2023,49(6):17-20.
- [2] 刘晓丽,李颖,张鑫,等.氯气在波长色散X射线荧光光谱分析中的研究与应用[J].天津化工,2023,37(1):83-86.
- [3] 贾留昌,庞莲.单波长色散X射线荧光光谱法测定重整催化剂氯含量[J].广州化工,2022,50(24):105-108.
- [4] 杨金坤,苏明跃,郭芬,等.熔融制样-单波长激发能量色散X射线荧光光谱法测定铁矿石中主、次量成分[J].理化检验-化学分册,2022,58(9):993-997.
- [5] 杏艳,田渭花,刘锦华,等.单波长激发能量色散X射线荧光光谱法测定土壤和沉积物中19种元素[J].环境化学,2022,41(10):3182-3195.