

氢氧化镍中主含量及杂质含量的 ICP-OES 测定方法

宋吉利^① 朱济义 李 莉

(烟台市产品质量监督检验所 山东省烟台市芝罘区上夼西路 101 号 264001)

摘 要 对电镀废液回收加工制成品氢氧化镍主量及所含杂质钙、镁、铁的检测没有查到相关的报道,也没有相应国家标准和行业标准,本文详细研究了使用电感耦合等离子发射光谱测定氢氧化镍中主含量镍及杂质钙、镁、铁含量的测定的各种仪器条件。样品直接溶解后可一次完成 Ni、Ca、Mg、Fe 的测定,方法简单快速,检出限低,线性范围宽,精密度好,可多元素同时测定。其最终检测结果与化学法测定结果一致。该方法的检出限 Ni、Ca、Mg、Fe 分别为 0.06、0.0004、0.0006、0.01mg/L,回收率为 98.5%—100.4%。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱法,氢氧化镍,钙,镁,铁。

中图分类号:O657.31 文献标识码:B 文章编号:1004-8138(2007)02-0178-04

1 前言

氢氧化镍是利用电解液中的废液经过处理提纯而得到的氢氧化镍,除了氢氧化镍外,还含有杂质钙、镁、铁。在提纯工艺中要控制杂质钙、镁、铁以及主量氢氧化镍的含量,以达到提纯出符合要求的氢氧化镍。对废液回收氢氧化镍及杂质的含量钙、镁、铁的检测没有查到相关的报道,电感耦合等离子发射光谱仪是近几年来应用广泛的高灵敏度的快速分析仪器之一,非常适用于多元素的同时检测,具有其他分析仪器不可比拟的优势。本文对使用电感耦合等离子发射光谱法同时测定主含量镍和杂质钙、铁、镁 4 种元素的含量进行了探索,并确定了分析条件。本文采用 ICP-OES 同时测定氢氧化镍主含量及杂质钙、镁、铁,完全可以满足生产的需求,本法具有检出限低,线性范围宽,精密度好,可多元素同时测定,分析速度快等特点。

2 原理

试样以盐酸溶解,稀释至确定的体积,将试样溶液喷入等离子体,并以此做光源,在等离子体发射光谱仪相应元素波长处,测量其光谱强度,并采用校准曲线法计算元素含量。

3 试验部分

3.1 仪器及试剂

VISTA-PRO 电感耦合等离子发射光谱仪(美国 Varin 公司)。

电感耦合等离子光谱仪器条件:发射功率:1.20kW,等离子气流量:15.0L/min,辅助气流量:1.5L/min,雾化器压力:200kPa,观测高度:10mm。

^① 联系人,电话:(0535) 6081548; E-mail: songjili2004@163.com

作者简介:宋吉利(1961—),男,山东省乳山市人,高级工程师,主要从事理化及仪器分析。

收稿日期:2006-12-14;接受日期:2007-01-15

©1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

镍, 钙, 镁, 铁标准溶液(1000mg/L, 国家标物中心提供) 。

实验室用水为二级水, 盐酸为优级纯。

3. 2 混合标准溶液的配制

钙、镁、铁配制成 2. 0、5. 0、10. 0mg/L 溶液, 镍配制成 50、100、150mg/L 溶液, 用(5+ 95) 盐酸作介质混合标准溶液。

3. 3 样品制备

称取 0. 1g(精确至 0. 0001g) 样品, 用(1+ 1) 盐酸 50mL 加热溶解, 转移到 500mL 容量瓶中, 摇匀定容, 过滤待测。

3. 4 测定

将混合标准溶液及空白溶液分别引入 ICP-OES, 在仪器工作条件下(3. 1) 进行测定, 做出校准曲线, 然后将样品及样品空白分别引入 ICP-OES, 在仪器工作条件下进行测定, 仪器处理软件会自动计算结果。

4 结果与讨论

4. 1 分析元素谱线的选择^[1]

调阅本仪器操作软件中的分析谱线数据库, 当镍选用 231. 604nm、铁选用 259. 94nm, 钙选用 396. 847nm, 镁选用 279. 553nm 时各元素检出限低, 相互干扰少, 实际分析中图谱也显示在分析线附近, 无明显干扰。

4. 2 盐酸用量的影响

结果表明, 随盐酸浓度增加, 发射强度基本不变。选用(5+ 95) 盐酸作介质较为理想。为了与样品溶液基本匹配, 配制混合标准溶液时选用(5+ 95) 盐酸作工作介质。以消除基体干扰。

4. 3 共存离子干扰实验

实验证明氢氧化镍中其他可能对所测离子有干扰的离子的含量很低, 几乎没有, 不会对测定有干扰, 而所测元素之间能引起的互相干扰, 又可以通过选择适当的波长将相互干扰降为最低, 基本可以排除离子干扰。

4. 4 本方法的校准曲线及检出限

按本文的试验方法, 按 3. 1 条件对空白溶液测定 11 次, 计算 11 次测量的标准偏差, 由 3 倍的标准偏差除以校准曲线的斜率得出各元素的检出限, 镍为 0. 06mg/L, 钙为 0. 0004mg/L, 镁为 0. 0006mg/L, 铁为 0. 01mg/L。同样在 3. 1 的工作条件下, 测定混合标准溶液, 得出各元素的回归方程和相关系数见表 1。

表 1 各元素的回归方程及相关系数		
元素	线性回归方程	相关系数(<i>r</i>)
镍	$y = 150. 2x + 24. 8$	0. 9990
钙	$y = 254274. 1x + 57540. 0$	0. 9998
镁	$y = 36595. 6x + 14430. 1$	0. 9994
铁	$y = 425. 0x + 26. 9$	0. 9995

4. 5 方法精密度及回收率实验

分别称取不同的氢氧化镍样品 2 份, 按 3. 3 进行处理, 同一待测样品平行测定 6 次, 由仪器分析软件计算出相对标准偏差(RSD), 在样品中加入适量标准溶液进行测量并计算出元素的 6 次加标测定平均回收率, 其相对标准偏差(RSD) 小于 2. 1%, 回收率 98. 5%—100. 4% 之间, 结果见表

2。

表 2 样品测定结果的精密度及回收率试验 (n= 6)						
样品	元素	测定均值	元素添加量	测定总量	RSD	回收率(%)
		(mg • L ^{- 1})	(mg • L ^{- 1})	(mg • L ^{- 1})	(%)	
样品 1	Ni	56. 75	50. 0	106. 56	1. 7	99. 8
	Ca	2. 06	2. 0	4. 03	0. 5	99. 3
	Mg	4. 45	2. 0	6. 39	0. 7	99. 1
	Fe	8. 38	2. 0	10. 22	2. 1	98. 5
	Ni	60. 36	50. 0	110. 17	1. 5	99. 8
样品 2	Ca	1. 77	5. 0	6. 80	0. 4	100. 4
	Mg	3. 68	5. 0	8. 60	0. 5	99. 1
	Fe	5. 31	5. 0	10. 23	2. 0	99. 2

4. 6 ICP-OES 方法与化学法比较

结果见表 3。

表 3 ICP-OES 方法与化学法测定结果的比较 (n= 6)			
样品	元素	ICP-OES 测定均值	化学方法测定均值 ^[2]
		(%)	(%)
样品 1	Ni	44. 8	44. 3
	Ca	1. 03	1. 06
	Mg	2. 23	2. 29
	Fe	4. 19	4. 23
	Ni	47. 7	47. 0
样品 2	Ca	0. 89	0. 91
	Mg	1. 84	1. 90
	Fe	2. 81	2. 76

注: Ca、Mg 络合滴定法, Fe 比色法, Ni 重量法。

5 结论

本文利用 ICP-OES 对主含量氢氧化镍及杂质同时进行测定。方法简便、快速、精密度和准确度高,能满足回收氢氧化镍中主含量及杂质的检测要求。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量测定方法 电感耦合等离子体发射光谱法[S]. GB/T 18932. 11-2002. 北京: 中国标准出版社, 2002.

[2] 中华人民共和国国家标准. 工业 硫酸镍[S]. GB6392-1986, 北京: 中国标准出版社, 1986.

ICP-OES Determination of Main Content and Impurity
in Nickel Hydroxide

SONG Ji-Li ZHU Ji-Yi LI Li

(Yantai Institute of Products Quality Supervision and Verification, Yantai, Shandong 264001, P. R. China)

wastes. In this paper, ICP-OES determination of Ni, Ca, Mg and Fe in nickel hydroxide was studied in detail. After the sample was dissolved, the determination of Ni, Ca, Mg and Fe in nickel hydroxide was finished synchronously. This method is simple and fast with high accuracy and broad linear range. The test results are accordant with those of chemical method. The detection limits of Ni, Ca, Mg and Fe are 0.06, 0.0004, 0.0006, 0.01mg/L, respectively. The recovery rate of the method is 98.5%—100.4%.

Key words ICP-OES, Nickel Hydroxide, Ca, Mg, Fe.

关于赠送作者样刊和发放稿酬的通知

各有关作者:

从 2007 年第 1 期起, 本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本样刊, 用普通印刷品邮寄给作者联系人, 遗失不补(因系赠品)。若遗失或作者另有需要, 请在发表之日起 2 个月之内汇款购买(第 1 期 70 元/本; 其余 40 元/本, 免收挂号邮寄费), 逾期不再办理。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 请预交特快专递费(30 元/件)。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领, 被邮局退回, 本刊不再补发。

特此通知

光谱实验室编辑部

汇款购买地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095

致本期及以往各期每篇论文的联系 人 拟赠 2004 年 1—6 期《光谱实验室》1 套的通知

各有关同志:

感谢你对本刊的支持。

《光谱实验室》2004 年 1—6 期已出版完毕, 共发表论文 349 篇, 涉及谱学分析各个分支学科的最新研究成果。如果你认为对你有参考价值的话, 可以赠送你一套, 净重 2.2kg, 邮资自付(普通印刷品 11 元, 挂号另加 3 元, 请用邮票支付), 有意者来信告知收件人和详细地址, 同时将邮票放在信中挂号寄来。

光谱实验室编辑部

2007 年 3 月 25 日

电话: (010) 62452937, 电邮: gsys@263.net; gsys81@citiz.net; gsysh@public.sti.ac.cn。

联系地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 光谱实验室编辑部联络处 刘建林, 邮编: 100095。

2007 年《光谱实验室》征订启事

《光谱实验室》实际售价连续 3 年下降(2004—2006 年)之后, 2007 年订价作适当调整如下:

每册(240 页) 售价为第 1 期 70 元/本, 其余 40 元/本; 双月刊, 每份年订价为 240 元(1—6 期)。

欲订阅的读者请到全国各地邮电局(所) 办理订阅手续, 邮发代号为 82-863。错过时间者, 可直接通过邮局汇款向本编辑部联络处订阅。

地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095, 电话: (010) 62452937。

光谱实验室编辑部

2007 年 3 月 25 日