

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2020.01.014

碱熔-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定电镀废弃物中的镍

韩 晓

(北矿检测技术有限公司,北京 102628)

摘 要 采用过氧化钠分解试样,盐酸浸取,通过仪器参数的优化、共存元素干扰等实验,建立了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定电镀废弃物中镍含量的方法。方法的测定范围 $\omega(\text{Ni})$ 1.00%~10.00%。经加标回收实验,镍元素的加标回收率为 99.0%~107%($n=3$),方法准确可靠,完全能够满足此类物料中镍含量的检验工作。

关键词 电镀废弃物;电感耦合等离子体发射光谱法;镍

中图分类号:O657.31;TH744.11

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2020)01-0066-04

Determination of Nickel in Electroplating Waste by Alkali Fusion-ICP-AES

HAN Xiao

(BGRIMM MTC Technology Technical Co., Ltd., Beijing 102628, China)

Abstract In this paper, an inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) method for determination of nickel content in electroplating waste has been established by using sodium peroxide alkali fusion, through sample melting time and temperature, instrument conditions, interference experiments of coexisting elements, etc. Determination range: $\omega(\text{Ni})$: 1.00%—10.00%. The recovery rate of nickel is 99%—107% ($n=3$) through the standard addition recovery experiment. The method is accurate and simple, and suitable for nickel determination of electroplating waste.

Keywords electroplating waste; inductively coupled plasma emission spectrometry; nickel

前言

电镀是借助于电流将有关金属均匀涂覆到材料表面的过程。如何对电镀废弃物的无害化处理以及对其中有价值材料的分析及回收利用,是急需引起

全社会关注的问题。电镀废弃物中的有色金属大部分是我国短缺的资源,比如镍元素,其潜在价值很高,当金属含量达到精矿含量要求时,可先进行资源化综合利用。伴随着资源贫化和环境污染的加剧,电镀废弃物作为一种重要的重金属资源加以回收利

收稿日期:2019-05-29

修回日期:2019-10-28

作者简介:韩晓,女,高级工程师,主要从事地矿和冶金样品的无机元素的分析检测研究。E-mail:404864354@qq.com

本文引用格式:韩晓. 碱熔-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定电镀废弃物中的镍[J]. 中国无机分析化学,2020,10(1):66-69.

HAN Xiao. Determination of Nickel in Electroplating Waste by Alkali Fusion-ICP-AES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020,10(1):66-69.

用,成为国内外研究的重点。作为一种廉价的二次资源,只要采用适当的处理方法,电镀废弃物便能变废为宝,带来可观的经济效益和环境效益。因此建立一种准确快速测定此类样品中金属的方法尤其重要。本文就委托单位的此类样品为研究对象,建立了一种快速测定电镀废弃物中镍的方法^[1-3],准确率高,客户满意。

1 实验部分

1.1 试剂

镍标准储备溶液(1 g/L):准确称取 1.000 0 g 金属镍(99.99%),用 30 mL 硝酸(1+1)加热溶解,冷却后用水定容至 1 L 容量瓶中,摇匀。

镍标准工作溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确移取 10 mL 的镍标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL HCl,用水稀释至刻度,摇匀。

过氧化钠(Na_2O_2)、盐酸(HCl)、硝酸(HNO_3)均为分析纯;实验用水均为去离子水。

1.2 仪器

电感耦合等离子体光谱仪 Agilent ICP-OES 725 型(美国安捷伦科技公司)。

氩气 $[\omega(\text{Ar}) \geq 99.996\%]$,高盐雾化器。

1.3 实验方法

准确称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)样品于底部已放有约 1 g 过氧化钠的 25 mL 刚玉坩埚中混匀,再覆盖约 1 g 过氧化钠,置于已升温至 700 $^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,保持此温度熔融 15 min,取出坩埚,稍冷,

将坩埚放入盛有 50 mL 盐酸(1+1)的 250 mL 烧杯中浸取,待剧烈作用停止熔融物脱落后,用热的盐酸(2%)洗出坩埚,冷却后将其移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。按上述方法制备样品空白溶液。分取上述试液 5 mL 置于 100 mL 的容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。采用电感耦合等离子体光谱仪在最佳仪器条件下按选定的波长,测定镍元素的含量。

1.4 工作曲线的绘制

分别移取 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 的镍标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)于 100 mL 容量瓶中,配制浓度为 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列标准工作溶液,加入 5 mL 的样品空白溶液,加入 HCl(5%),稀释至刻度,摇匀。

2 实验结果与讨论

2.1 仪器参数和谐线的选择

仪器参数优化时以获得较优的镍灵敏度及稳定性为判断依据,最终仪器条件选定如表 1 所示。在该仪器工作条件下,选择合适的分析谱线。既要最大限度地避开光谱干扰,又要需要满足灵敏度高、稳定性好这些条件。实验选择镍元素的测定波长为 231.604 nm。

2.2 方法检出限

以 11 次空白溶液浓度标准偏差的 3 倍所对应的浓度作为检出限。方法检出限如表 2 所示。

表 1 推荐仪器参数

Table 1 Recommended instrument parameters

RF 功率/kW	等离子气流量/ ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	辅助气流量/ ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	雾化气流量/ ($\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$)	观察高度/mm	读数时间/s
1.15	15.0	1.50	0.75	6	5.00

表 2 方法检出限

Table 2 Method detection limit

元素	空白样品浓度值/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)											检出限/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
Ni	0.017	0.023	0.018	0.019	0.020	0.024	0.028	0.016	0.026	0.028	0.024	0.013

2.3 干扰及消除

碱基体的引入会影响被测元素的电离平衡,进而改变 ICP 中原子和离子浓度,使分析线强度发生变化,因此混合熔剂的量应严格一致,从而消除此类干扰。电镀废弃物中成分非常复杂,主要元素是 Fe、Cu、Al、Ca、Mg,最大含量能到 25%。配制

2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Ni 标准溶液,通过在标准溶液中加入一定量的基体元素进行实验,浓度测定结果分别见表 3。

2.3.1 铁元素的干扰

分别在 2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Ni 标准溶液中加入不同浓度的铁元素,测定待测元素 Ni,测定结果见表 3。

表 3 铁对 Ni 的影响

Table 3 Effect of iron on Ni

Fe 加入量/ (mg · L ⁻¹)	Ni 测得量/(μg · mL ⁻¹)	
	本底值 2.00	本底值 10.00
0.00	2.00	10.00
10.00	2.00	10.03
50.00	1.99	10.00
100.00	2.01	10.06

实验表明,铁对待测元素 Ni 的测定影响可以忽略。

2.3.2 铜元素的干扰

分别在 2.00 μg/mL 和 10.00 μg/mL 的 Ni 标准溶液中加入不同浓度的铜元素,测定待测元素 Ni,测定结果见表 4。

表 4 铜对 Ni 的影响

Table 4 Effect of copper on Ni

Cu 加入量/ (mg · L ⁻¹)	Ni 测得量/(μg · mL ⁻¹)	
	本底值 2.00	本底值 10.00
0.00	2.00	10.00
10.00	2.00	10.03
50.00	1.99	10.02
100.00	2.00	10.00

实验表明,铜对待测元素 Ni 的测定影响可以忽略。

2.3.3 铝元素的干扰

分别在 2.00 μg/mL 和 10.00 μg/mL 的 Ni 标准溶液中加入不同浓度的铝元素,测定待测元素 Ni,测定结果见表 5。

表 5 铝对 Ni 的影响

Table 5 Effect of aluminum on Ni

Al 加入量/ (mg · L ⁻¹)	Ni 测得量/(μg · mL ⁻¹)	
	本底值 2.00	本底值 10.00
0.00	2.00	10.00
10.00	2.02	10.00
50.00	2.03	10.02
100.00	2.00	10.03

实验表明,铝对待测元素 Ni 的测定影响可以忽略。

2.3.4 钙元素的干扰

分别在 2.00 μg/mL 和 10.00 μg/mL 的 Ni 标准溶液中加入不同浓度的钙元素,测定待测元素 Ni,其结果见表 6。

表 6 钙对 Ni 的影响

Table 6 Effect of calcium on Ni

Ca 加入量/ (mg · L ⁻¹)	Ni 测得量/(μg · mL ⁻¹)	
	本底值 2.00	本底值 10.00
0.00	2.00	10.00
10.00	2.00	10.03
50.00	1.99	9.99
100.00	2.00	10.04

实验表明,钙对待测元素 Ni 的测定影响可以忽略。

2.3.5 镁元素的干扰

分别在 2.00 μg/mL 和 10.00 μg/mL 的 Ni 标准溶液中加入不同浓度的镁元素,测定待测元素 Ni,其结果见表 7。

表 7 镁对 Ni 的影响

Table 7 Effect of magnesium on Ni

Mg 加入量/ (mg · L ⁻¹)	Ni 测得量/(μg · mL ⁻¹)	
	本底值 2.00	本底值 10.00
0.00	2.00	10.00
10.00	2.00	9.99
50.00	2.03	10.04
100.00	2.01	10.03

实验表明,镁对待测元素 Ni 的测定影响可以忽略。

2.3.6 混合元素的干扰

分别在 2.00 μg/mL 和 10.00 μg/mL 的 Ni 标准溶液中加入 10 mg 的共存离子,测定待测元素 Ni,其结果见表 8。

实验结果表明:在±5%的误差允许范围内,上述离子加入量的条件下,共存离子对测定元素干扰小。

2.4 精密度实验

分别对 5 个不同含量的电镀废弃物样品进行了 11 次独立测定,样品编号及测定结果见表 9。

表 8 混合离子干扰实验测定结果

Table 8 interference results of mixed ion

Ni 本底值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	共存离子/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
2.00	Ca(10)、Mg(10)、Al(10)、Cu(10)、Fe(10)	1.98
10.00	Ca(10)、Mg(10)、Al(10)、Cu(10)、Fe(10)	10.02

表 9 精密度实验结果

Table 9 Experimental results of precision

样品	平均值	标准偏差	RSD	G1	G2	舍弃界限值 $n=11, \alpha=0.05$	结论
1#	0.918	0.021	2.3	1.535	1.215	2.355	无异常值
2#	1.592	0.020	1.2	1.578	1.699	2.355	无异常值
3#	3.655	0.019	0.53	1.219	1.411	2.355	无异常值
4#	6.929	0.021	0.30	1.535	1.215	2.355	无异常值
5#	9.571	0.020	0.20	1.580	1.701	2.355	无异常值

采用格拉布斯检验方法,由以上分析可知,不同梯度的样品检测 11 次分析数据无异常值,表明此法重复性较好,精密度较高。

2.5 加标回收实验

选取 1# 和 3# 样品,按表 10 分别加入相应的镍标准溶液,按照上述方法处理样品,进行加标回收实验,测定结果见表 10。

表 10 加标回收实验分析结果

Table 10 Results of recovery test

样品	样品量%	加入量/mg	测得量/%	回收率/%
1#	0.918	0.50	1.451	107
	0.918	1.00	1.908	99.0
	0.918	2.00	2.958	102
3#	3.655	2.00	5.721	103
	3.655	4.00	7.622	99.2
	3.655	8.00	11.80	102

由表 10 可见,加标回收率介于 99.0% ~ 107%,表明该方法的回收效果较好。

3 结论

采用过氧化钠碱熔,通过一系列实验,建立了 ICP-AES 法测定电镀废弃物中镍量的方法,完全能够满足电镀废弃物中镍含量的批量检验工作。由实

验可以看出,碱熔-ICP-AES 法测定电镀废弃物中的镍量是可行的,方法准确度较高,精密度好,能满足测定需求。

参考文献

- [1]《有色金属工业分析丛书》编辑委员会. 重金属冶金分析 [M]. 北京:冶金工业出版社,1994:174-188.
Editorial Board of "Series of Nonferrous Metals Industry Analysis". Metallurgical analysis of heavy metals [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994:174-188.
- [2]北京矿冶研究总院测试研究所. 有色冶金分析手册 [M]. 北京:冶金工业出版社,2008:210-215.
The Testing Institute of Beijing Mining and Metallurgy Research Institute. Manual for analysis of ores and nonferrous metals [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008:210-215.
- [3]北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册 [M]. 北京:冶金工业出版社,1990:123-128,234-236,246-247.
Analysis Room of Beijing Mining and Metallurgy Research Institute. Handbook for analysis of ores and nonferrous metals [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1990:123-128,234-236,246-247.