

文章编号: 1001-3849(2003)01-0032-03

镍钴镀液中镍、钴的快速测定

丘山¹, 丘星初¹, 邓千敏², 沙志勇²

(1. 福龙五金电业有限公司, 广东 番禺 511483; 2. 天龙五金电业有限公司, 广东 番禺 511483)

摘要: 研究了以 EDTA 作显色剂, 用双峰双波长光度法测定镍钴镀液中镍、钴含量的条件及其光度性质。实验结果表明: 方法准确度和精密度较高、快速、简便, 满足了实际生产中快速测定的要求。

关键词: 镍钴测定; 双波长光度法; EDTA; 镍钴镀液

中图分类号: TG115.335 文献标识码: B

Quick Determination of Nickel and Cobalt in Nickel-Cobalt Alloy Plating Bath

QIU Shan, QIU Xing-chu, DENG Qian-min, SHA Zhi-rong

镍钴离子及其 EDTA 配合物均显色, 由于吸收光谱曲线相互重叠, 致使光度测定时相互干扰。本文研究了用双峰双波长法测定, 实验结果表明, 方法快速简便, 分析的准确度和精密度能满足实际生产的要求。

1 测定方法

1.1 试剂配制和仪器

镍标准溶液: 溶解优级纯 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4.4786 g 于水中, 移入 100 mL 容量瓶, 加水定容, 混匀, 此标准溶液含镍 10 mg/mL

钴标准溶液: 溶解优级纯 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2.3850 g 于水中, 移入 100 mL 容量瓶, 加水定容, 混匀, 此标准溶液含钴 5 mg/mL

显色液: 8 g EDTA 二钠盐和 7 g 氯化铵溶于 57 mL 浓氨水中, 加水至 100 mL

底液: 按各成分的开缸浓度配制, 但不含钴盐和镍盐

分光光度计: 721 型, 上海第三分析仪器厂出品, 2 cm 比色皿

1.2 测定步骤

准确吸取镀液样品溶液和底液各 1.00 mL 于 25 mL 容量瓶中, 各加入显色液 5 mL, 加水定容, 混匀。在光度计上 510 nm 和 590 nm 波长处, 用 2 cm 比色皿, 以底液为参比测定吸光度, 得 A_{510} 和 A_{590}

1.3 分析结果计算

钴的质量浓度 (g/L) $d_1 = 32.8 A_{510} - 6.73 A_{590}$ (1)

镍的质量浓度 (g/L) $d_2 = 72.1 A_{590} - 11.3 A_{510}$ (2)

2 结果和讨论

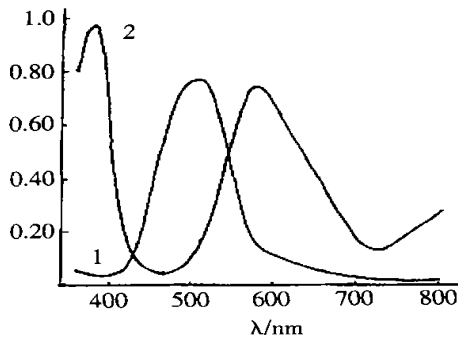
2.1 吸收光谱曲线

实验结果示于图 1, 由图 1 看出, Co-EDTA 配合物和 Ni-EDTA 配合物的光吸收在各个波长下都有相互重叠, 因此本文选用 Co-EDTA 配合物的最大吸收波长 510 nm 和 Ni-EDTA 配合物的最大吸收波长 590 nm 作为测量波长, 用双波长方法测定

收稿日期: 2002-04-08

作者简介: 丘山 (1973-) 男, 江西于都人, 福龙五金电业有限公司工程师。

钴和镍的含量。



1— Co-EDTA 配合物; 2— Ni-EDTA 配合物。

图 1 吸收光谱曲线

2.2 显色酸度的选择

考虑到 Co-EDTA 配合物和 Ni-EDTA 配合物在 pH= 10 时具有最大的稳定常数^[1], 因此选用加入 pH= 10 氨-铵缓冲液以控制显色液的 pH 又为

简化分析手续, 将 EDTA 显色液与缓冲液合并加入

2.3 显色剂用量的选择

考虑到为使钴、镍的配合完全必须有过量的配合剂存在, 同时又考虑到镀液可能存在其它离子, 如钙、镁等也消耗配合剂, 因此选用质量分数为 8% EDTA 溶液加入量为 5 mL, 此时钴、镍质量分数与 EDTA 的摩尔比约为 1: 2, 亦即显色剂过量一倍

2.4 发色速度和显色体系的稳定性

试验结果表明, 在室温下 Co-EDTA 配合物和 Ni-EDTA 配合物都能瞬时显色完全, 显色体系十分稳定, 即使放置数日, 吸光度仍保持恒定。

2.5 遵守比尔定律的浓度范围和方法灵敏度

在 25 mL 显色液中, 用 2 cm 光程比色皿测定时, 在 λ₅₁₀ 和 λ₅₉₀ 下测得的遵守比尔定律的线性范围和相应的回归参数及表观摩尔吸光系数列于表 1

表 1 镍钴的回归参数和光度性质

被测元素	钴		镍	
	510	590	510	590
测定波长 nm	510	590	510	590
线性范围 mg/25 mL	0~ 25	0~ 150	0~ 250	0~ 50
相关系数 r	0.999 74	0.999 91	0.999 96	0.999 98
回归系数 b _i	b ₁ = 0.031 47	b ₂ = 0.004 919	b ₃ = 0.002 939	b ₄ = 0.014 33
截距 a _i	a ₁ = -0.001 1	a ₂ = + 0.003 9	a ₃ = + 0.002 1	a ₄ = + 0.002 5
表观摩尔吸光系数 ε' (L/mol·cm)	23.1	3.66	2.17	10.6

由表 1 看出在两个波长下测定钴和镍的相关系数 ≥ 0.999 74, 表明质量浓度与吸光度之间都存在着很好的线性关系。四条回归线的截距 a_i, 经 t 检验^[2], 在置信度 α= 0.05 水平上与零无显著差异, 表明四条回归线均通过原点, 故下述的计算中将截距视为零。

2.6 吸光度的加和性试验

固定钴的质量浓度, 改变镍的质量浓度; 或者相反, 固定镍的质量浓度改变钴的质量浓度; 分别在 λ= 510 nm 和 λ= 590 nm 两个波长下测定, 所有的实验结果都证明, Co-EDTA 配合物和 Ni-EDTA 配合物的吸光度具有严格的加和性, 亦即: A₅₁₀= A^{Co}₅₁₀+ A^{Ni}₅₁₀ 和 A₅₉₀= A^{Co}₅₉₀+ A^{Ni}₅₉₀

在 510 nm 和 590 nm 波长下的吸光度, A^{Ni}₅₁₀ 和 A^{Ni}₅₉₀ 分别表示 Ni-EDTA 配合物在 510 nm 和 590 nm 波长下的吸光度。

$$\text{因为 } A_{510}^{\text{Co}} = b_1 c_1, A_{510}^{\text{Ni}} = b_3 c_2$$

$$A_{590}^{\text{Co}} = b_2 c_1 \text{ 和 } A_{590}^{\text{Ni}} = b_4 c_2$$

$$\text{所以 } A_{510} = b_1 c_1 + b_3 c_2 \dots\dots\dots (3)$$

$$A_{590} = b_2 c_1 + b_4 c_2 \dots\dots\dots (4)$$

将 (3)、(4) 两式联立解之, 得

$$c_1 = \frac{b_3 A_{590} - b_4 A_{510}}{b_2 b_3 - b_1 b_4} \dots\dots\dots (5)$$

$$\text{和 } c_2 = \frac{b_3 A_{590} - b_2 A_{510}}{b_1 b_4 - b_2 b_3} \dots\dots\dots (6)$$

将表 1 所列 b 值代入 (5) 和 (6) 式并简化之, 即得 (1) 和 (2) 式。

式中 A^{Co}₅₁₀ 和 A^{Co}₅₉₀ 分别表示 Co-EDTA 配合物

2.7 干扰及其消除

凡与 EDTA 形成无色配合物的金属离子无干扰,镀液中的添加剂的影响,可用底液作参比来消除。能与 EDTA 生成稳定有色配合物的铜(II)和铁(III),其在镀液中的质量浓度小于 0.1 g/L 时无影响,高于此量时,铜在波长 590 nm 和铁在 510 nm

处测定时有正干扰,此时可在底液中加入铜盐和铁盐,使铜和铁的质量浓度与镀液中的含量相同,以消除其干扰。

2.8 方法的准确度和精密度

实验结果见表 2

表 2 样品分析结果

样品来源	质控样 ¹⁾				镀液样			
	镍		钴		镍		钴	
测定结果的个别值 (g/L)	24.7	25.4	4.83	5.03	21.6	21.0	5.54	5.43
	25.0	24.7	4.98	4.83	21.1	21.3	5.46	5.54
	24.8	25.0	5.08	4.93	21.4	21.3	5.56	5.54
	25.1	24.6	5.05	4.93	21.2	21.2	2.55	5.58
测定重复次数 n	8		8		8		8	
平均值 \bar{X}	24.91		4.96		21.26		5.525	
标准差 S	0.264		0.095 1		0.185		0.051 8	
相对标准偏差 (%)	1.06		1.92		0.87		0.94	
相对误差 (%)	-0.36		-0.8					
1) 质控样的质量浓度 (g/L): 镍 25.0, 钴 5.00								

参考文献:

[1] 杭州大学化学系分析化学教研室. 分析化学手册

[M]. 第 2 版. 北京: 北京化学工业出版社, 1997. 539.

[2] 中国环境监测总站. 环境水质监测质量保证手册

[M]. 第 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994. 295.

安美特致电镀界的一封信

各位电镀界的客户、朋友:

你们好! 我们怀着喜悦的心情向各位电镀行业的客户们、朋友们宣布: 安美特(广州)化学有限公司上海青浦分公司暨技术中心正式成立了!

上海青浦分公司将秉承和发扬安美特公司一贯的顾客至上的传统, 竭诚为您提供一系列细致完善的服务: 实验室拥有先进的分析仪器, 如原子吸收光谱仪、总有机碳测试仪、X 射线荧光测厚仪、高效液相色谱仪等, 为您提供各种技术分析服务; 技术中心拥有设施先进的中试电镀线, 为您提供样品制作、新工艺评估和模拟现场疑难等服务; 上海青浦分公司有经过专业培训的技术服务工程师, 不遗余力地帮助您解决各种技术疑难; 有热情周到的销售人员, 为您推荐最适合的产品; 有认真勤恳的仓储人员, 风雨无阻地满足您的订单需求……

安美特(广州)化学有限公司上海青浦分公司, 欢迎您的光临和垂询!

地址: 上海青浦工业园区外青松公路 5399 号 A6 邮政编码: 201707

电话: 021-39202066, 39202068 传真: 021-69210202