火焰法测定钴和镍

王春波，孔庆玲
（青海省有色矿勘院测试中心，青海 西宁 810007）

摘 要：采用四酸溶样，酸度控制在4%左右，用国家级标准样品监控原子吸收测定钴和镍，快速简单，它可测定硫化物相超基性岩相、铁氧化物相和中酸性岩相。各种矿物浸取率钴为90%～100%，镍为96%～100%，检出限为：$\omega(Co、Ni)/10^{-6}=0.001-5$。

关键词：火焰法；钴；镍
中图分类号：O657.315 **文献标识码**：A **文章编号**：1008－858X(2006)02－0046－03

1 实验部分

1.1 试剂配置

钴标准贮存溶液，称取1.0000 g光谱纯金属钴于烧杯中，加入20 mL HNO_3(1＋1)低温加热溶解，冷却至室温后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液含1 000 μg/mL Co；镍标准贮存溶液，称取1.0 000 g 光谱纯金属镍于烧杯中加入20 mL HNO_3(1＋1)低温加热溶解，冷却至室温后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液含1 000 μg/mL Ni；钴、镍混合标准溶液，分别移取50 mL Co、Ni 标准贮存溶液于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液含100 μg/mL Co、Ni。

1.2 工作条件

钴、镍空心阴极灯，灯电流7.5 mA，波长240.7 nm，(Co)232.0 nm(Ni)，光谱通带0.4 nm，燃烧高度7.5 mm，空气流量9.5 L/min，I 乙炔流量2.3 L/min。仪器型号为WFX－1D，北京第二光学仪器厂。

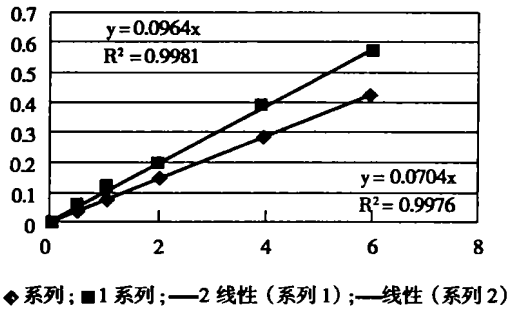
1.3 分析步骤

称取0.1～0.5 g（精确至0.0001 g）试样于聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入15 mL HCl、5 mL HF，低温加热约10 min，加入5 mL HNO_3，继续加热至试样分解并蒸至小体积稍冷，加入2 mL $HClO_4$，再加热至冒尽$HClO_4$白烟，取下冷却。加入2 mL HCl 及少量水，加热溶解盐类。试液冷却后移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。调整AAS仪至拟定的工作条件，将试液吸入空气－乙炔火焰中，分别测定Co、Ni 的吸光度。同批随带空白试验。

分别移取含不同体积的Co、Ni 标准溶液，配制Co、Ni 混合标液，混合标液中含有0.0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0 μg/mL的Co和Ni，分别在240.7 nm(Co)：232.0 nm(Ni)波长处测溶液的吸光度值，以吸光度和浓度作图1。

收稿日期：2006－04－10
作者简介：王春波(1960－)，男，工程师.

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://w



注：系列 1 为镍的工作曲线，系列 2 为钴的工作曲线。

图 1　钴和镍的工作曲线图

Fig. 1　Calibration curves of Co and Ni

1.4　分析结果的计算方法

$$\omega_{B/10^{-2}}=\frac{(\rho_{B2}-\rho_{B1})\times V_s\times 10^{-4}}{m_s}$$

ω_B 为被测元素的质量分数，其中 B 指被测元素；ρ_{B2} 为工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度；ρ_{B1} 为工作曲线一查得空白试液中被测元素的质量深度；V_s 为试样溶液的总体积；M_s 为称取试样的质量。利用上面公式分别计算试样中 Co、Ni 的含量。

1.5　反应条件的选择

酸度的影响：a. 标液、标样及所测溶液的酸度都控制在 4% 的 HCl 介质中，若酸度偏高或酸度偏低都会影响到结果的偏低甚至超差，其结果如表 1 所示。b. 对于易溶样可采用 HCl、HNO_3 分解。

表 1　酸度对测定结果的影响

Table 1　Influence of acidity on the measurement results

标样	酸度偏高测量值		酸度偏低测量值		标准值	
	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni
GBWO7401	12.0	17.3	11.5	16.5	14.2	20.4
GBWO7402	6.10	15.5	5.90	15.0	8.70	19.4
GBWO7403	3.00	9.40	2.70	8.20	5.50	12.2
GBWO7404	19.8	55.1	18.6	55.0	22.3	64.2
GBWO7405	10.5	37.5	10.0	35.5	12.3	40.0

温度的影响：溶样过程中，炉温不高于 1 500 ℃，否则样外溅，引起结果偏低。

背景吸收的影响：若测定低量 Co 时，可采用242.7 nm Au 线，244.7 nm Pd 线或239.2 nm Co 线，非吸收线扣除背景吸收测定低量 Ni 时，可采用231.6 nmNi 非吸收线扣除背景吸收，以标样为例，测定结果见表 2、表 3（若不扣除背景，结果将偏高）。

表 2　钴标准样品测定结果

Table 2　Measurement results of the Co standards

Co	吸收值	非吸收值	扣背景值	测得值 μg	标准值 μg
GBWO7401	0.042	0.011	0.031	13.8	14.2
GBWO7402	0.042	0.022	0.020	8.93	8.7
GBWO7403	0.050	0.038	0.012	5.36	5.5
GBWO7404	0.068	0.018	0.050	22.3	22.3
GBWO7405	0.050	0.021	0.029	12.9	12.3

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://w

表3 镍标准样品测定结果

Table 3 Measurement results of the Ni standards

Co	吸收值	非吸收值	扣背景值	测得值 μg	标准值 μg
GBWO7401	0.060	0.028	0.032	20.1	20.4
GBWO7402	0.065	0.034	0.031	19.4	19.4
GBWO7403	0.055	0.036	0.019	11.9	12.2
GBWO7404	0.140	0.038	0.102	63.8	64.2
GBWO7405	0.160	0.041	0.065	40.6	40.0

2 结果与讨论

本法是利用 $HClO_4$ 强氧化剂及 HF、HCl、HNO 四酸溶解，制备的溶液可用于 Cu、Pb、Zn、Cd 等元素的测定，可大大节省材料的用量及人力。

Determination of Cobalt and Nickel by Flame Atomic Absorption Spectroscopy Analysis

WANG Chun-bo, KONG Qing-ling

(*Analytical Center of Qinghai Nonferrous Metals Geological Prospecting and Exploration, Xining*, 810008, *China*)

Abstract: A method for the determination of cobalt and nickel by FAAS analysis was presented. Four acids were adopted to dissolve samples by controlling the acidity around 4%. The determinations were monitored with state-level standard samples. The method proved to be rapid and simple. It can be applied to measure sulfide phase positive ultra-basic rocks, iron oxides phases and mild acidic rock phases. For the various rock samples, the leaching rate of cobalt is 90%～100%, nickel is 96%～100%。The detection limit is $\omega(Co, Ni)/10_6 = 0.001-0.005$.

Key words: AAS; Cobalt; Nickel

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://w