

## 基于分光光度法对污水中金属镍含量检测研究

李红丽

川扬检测技术有限公司, 辽宁 大连 116039

[摘要]社会的进步极大的促动了工业的发展,工业污水产量不可避免的增加,其中金属镍对生物威胁极大,给污水检测工作提出更高要求。基于此,文章立足于分光光度法原理,研究以该方法为基础的污水金属镍含量检测,以供相关人员参考。

[关键词]分光光度法;污水;金属镍含量

DOI: 10.33142/aem.v3i3.3890

中图分类号: X832;O657.31

文献标识码: A

### Determination of Nickel Content in Sewage Based on Spectrophotometry

LI Hongli

Chuangyang Testing Technology Co., Ltd., Dalian, Liaoning, 116039, China

**Abstract:** The progress of society has greatly promoted the development of industry and the output of industrial sewage is inevitably increasing, among which nickel is a great threat to biology and puts forward higher requirements for sewage detection. Based on this, based on the principle of spectrophotometry, this paper studies the detection of metal nickel content in sewage based on this method, for the reference of personnel.

**Keywords:** spectrophotometry; sewage; nickel content

#### 引言

在我国经济高速发展的同时,因工业、农业生产进步迅速,使得污水排放量增加,给环境造成一定影响。尤其是金属镍,容易在机体体内累积,且不易被分解,进而给机体健康造成威胁,因此,研究分光光度法下的污水金属镍含量检测是必要的。

#### 1 分光光度法原理

该方法主要利用了丁二酮肟与镍离子之间的化学反应,对生成的水溶性络合物进行检测,根据其吸光度掌握污水金属镍含量,进而为污水排放的合理性提供保障。

#### 2 研究分光光度法下的污水金属镍含量检测

##### 2.1 实验材料及方法

###### 2.1.1 检测材料和仪器

以分光光度法为基础开展的污水金属镍含量检测工作,主要涉及到的实验材料有:30%水溶液的过硫酸钠,制备流程为称取30g过硫酸钠融入100mL水中;5%水溶液的氢氧化钠,主要是将5g的氢氧化钠融于100mL中,并将其搅拌均匀;30%水溶液的柠檬酸氨,制备流程为将30g柠檬酸铵融入100mL水中,并搅拌均匀;1000mg/L的镍标准储备液,制备流程是选择光谱纯金属镍或是优级金属镍,称取0.1000g后将其融于(1+1)硝酸10mL中,搅拌均匀后加热蒸发,直至近干时加入1%硝酸溶解、定容至100mL,最终得到1.000mg/mL的镍标准储备液。使用的仪器主要是由上海分析仪器厂出品的721型分光光度计和上海雷磁仪器厂出品的pHS-2型酸度计。

###### 2.1.2 检测方法

在使用分光光度法对污水中的金属镍含量进行检测时,首先吸取含金属镍污水,污水体积不可大于20mL,且含镍量不得大于150 $\mu$ g,吸取后将其放入50mL的容量瓶中,之后加入30%的过硫酸铵、30%的柠檬酸铵、5%的氢氧化钠以及0.5%的丁二酮肟,剂量分别控制在5mL、5mL、8mL、8mL。加入后,用水将其稀释至刻度线,并将其摇匀,放置一刻钟后将其装入10mm规格的比色皿中,使用分光光度计在470nm处对吸光度进行测定。

#### 2.2 结论与讨论

##### 2.2.1 工作曲线

为更好观察检测结果,需要制作该实验的工作曲线。具体措施为:从50 $\mu$ g/mL的镍标准使用液中分别称取0.1 $\mu$

g/mL、2.0 μg/mL、2.5 μg/mL、3.0 μg/mL 的使用液放置于六只规格为 50mL 的容量瓶中，之后按照上述实验方式进行检测，最后将试剂空白为参照在 470nm 下对吸光度进行测定。当镍标准使用液体积分别为 0mL、1mL、1.5mL、2.0mL、2.5mL、3.0mL 时，其含镍量分别为 0 μg、50 μg、75 μg、100 μg、125 μg、150 μg，吸光度分别为 0、0.148、0.194、0.272、0.363、0.436。通过该数据，可以制作该检测实验的工作曲线，表达式为  $y=343.93x+2.3383$ ， $R^2=0.9946$ ，由此可将，镍含量在 30 μg/50mL-160 μg/50mL 范围内与吸光度之间存在良好线性关系<sup>[1]</sup>。

### 2.2.2 吸收光谱曲线

称取镍标准溶液于规格为 50mL 的容量瓶中，称取计量为 3mL，之后按照实验方法进行操作，仍以试剂空白为参照在 420nm-520nm 波长范围内对吸光度值进行测定，其中，测量间隔为 10nm，最终得到不同波长下有色络合物的吸光度值。当波长分别为 420 λ/nm、430 λ/nm、440 λ/nm、450 λ/nm、460 λ/nm、470 λ/nm、480 λ/nm、490 λ/nm、500 λ/nm、510 λ/nm、520 λ/nm 时，测得的吸光度值分别为 0.378、0.432、0.464、0.461、0.453、0.433、0.399、0.378、0.364、0.352、0.341。通过该数据可知，污水中的金属镍与丁二酮肟络合物吸光度值时主要集中于 440nm-470nm 范围内。但是，由于污水中并非只存在金属镍，若是污水中存在铁离子，那么会在实验过程中生成柠檬酸铁，当其处于波长 440nm 处存在较强吸收，而且，该吸光度值会随着污水中含铁量的增加而加大，但是该物质在波长 460nm 处基本不吸收光，因此，为减少该物质对检测试验的影响，测定波长选择在 470nm，虽然灵敏度稍低，但受到的影响最小。

### 2.2.3 溶液酸碱值的影响

对于有色络合物而言，其吸光度会受到溶液酸碱值的影响，所以，为保证整个实验的有效性，掌握溶液酸碱值对吸光度的影响，应开展溶液酸碱值有关影响实验。具体操作为：称取 3mL 的镍标准溶液于 50mL 容量瓶中，除了氢氧化钠溶液以外，仍按照试验方法进行操作，之后依次加入氢氧化钠溶液，最后仍以试剂空白为参照在 470nm 处对吸光度值进行检测。标准液体积分别为 1.0mL、3.0mL、5.0mL、7.0mL、9.0mL、11.0mL，酸碱值分别为 8.20、8.86、9.20、9.4、9.62、9.81，那么在不同酸碱值下有色络合物的吸光度值分别为 0.368、0.375、0.386、0.409、0.413、0.416。由此可知，在溶液的酸碱值在 9.3 以上时，加入显色剂后出现颜色为鲜红色的沉淀，导致溶液吸光度不稳定；当溶液酸碱值在 11.5 以上时，加入显色剂后显色速度较慢；当溶液酸碱值在 9.5-10.0 范围内，显色剂的加入不会对其吸光度造成影响，整体较为稳定。因此，在该实验中选择酸碱值在 10.00 的溶液。

### 2.2.4 显色剂用量

显色剂在该实验中是一种消耗剂，其用量可能会对试验结果造成影响，所以，应对其的适宜用量进行测定，具体操作为：分别称为 3mL 50 μg · L<sup>-1</sup> Ni<sup>2+</sup> 标准溶液，并将其放置于规格为 50mL 的容量瓶中，排除丁二酮肟溶液，其余操作按照试验方法进行，之后依次加入丁二酮肟溶液，最后应以试剂空白为参照在 470nm 波长下对溶液吸光度值进行测量。测量结果为：当标准溶液体积在 2mL、4mL、6mL、8mL、10mL、12mL 时，吸光度值分别为 0.332、0.409、0.416、0.425、0.432、0.435。由此可见，在 150 μg 镍这一条件下，接入 6mL 0.5% 丁二酮肟即可。但是，在实际实验过程中，污水中的部分金属离子可能会与丁二酮肟产生化学反应，进而形成络合物，导致显色剂被消耗，所以，实验中的显色剂使用规格选择为 8.0mL<sup>[2]</sup>。

### 2.2.5 络合物吸光度稳定性、灵敏度

在该实验中，氧化剂为过硫酸钠，在溶液中加入丁二酮肟后，颜色达到最大深度且稳定，30min 内络合物吸光度不变。而灵敏度则应该符合比耳定律，即镍的浓度应在 30 μg/50mL-160 μg/mL 发内内，络合物摩尔吸光系数为  $7.83 \times 10^3 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

### 2.2.6 干扰因素及处理

由于污水中存在一些其他金属离子，例如铜离子、钴离子等，在实际实验过程中极有可能与丁二酮肟生成络合物，进而对检测结果造成影响。但在测定 50 μg 的镍时，铬离子、铁离子、锌离子不会对试验结果造成明显干扰。但若是使用 2mL 的 5% 的 EDTA 溶液，可以消除铁离子、钴离子、锰离子以及铜离子对实验的影响，所以，根据实验的具体剂量，应选择合适的方法处理干扰因素。值得注意的是，若是污水中的铜含量在 0.5mg 以上，钴含量在 1mg 以上，应使用丁二酮肟-正丁醇以萃取的方式分离去除。

### 2.2.7 分析结果

在对样品进行结果分析时，具体操作为：称取适量含镍量在 150 μg 以下的标准溶液，该溶液应经过铁粉对铜离子

的置换分离,将溶液放于 50mL 的容量瓶中,之后使用氢氧化钠对中性进行调节,按照上述实验方法开展显色和测量工作,最后根据数据进行工作曲线的制作,以此得到样品中镍的含量。对于该实验,滤液中镍含量的计算公式为:  $c=m/V$ , 其中,  $c$  为镍含量 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ),  $m$  为通过工作曲线得到的铜量 ( $\mu\text{g}$ );  $V$  为污水体积 (mL)。使用该方法对滤液进行 5 次重复测量,最终得到的平均值和标准差分别为 375.8、11.22,相对标准偏差为 3.0%。由此可见,分光光度法在测量污水镍含量方面,整体精密程度较高,能够很好满足测量需求。

#### 2.2.8 加标回收率

为进一步验证分光光度法的准确性,对其加标回收率进行计算。具体操作为:分别在 4 个 50mL 的容量瓶中加入 0.30mL 的滤液,并以此加入镍标准使用液,剂量分别为 0mL、0.5mL、1.0mL、1.5mL,之后按照工作曲线的操作步骤进行绘制,得到溶液吸光度值,最后计算出镍含量。计算数据:当标准液体积分别为 0mL、0.5mL、1.0mL、1.5mL 时,其吸光度值分别为 0.317、0.383、0.483、0.551,测定总量分别为 111.4  $\mu\text{g}$ 、134.1  $\mu\text{g}$ 、168.7  $\mu\text{g}$ 、191.9  $\mu\text{g}$ ,理论总量分别为无数据、136.4  $\mu\text{g}$ 、161.4  $\mu\text{g}$ 、186.4  $\mu\text{g}$ ,在该情况下,回收率分别为无、98.3%、104.5%、103.0%。由此可见,每次实验得到的加标回收率都较为接近 100%,平均回收率为 101.9%,这意味着分光光度法具有较高准确性<sup>[3]</sup>。

因此,相较于其他方法,该方法不涉及沉淀、灼烧和萃取分离,整体操作流程简单、方便,且误差较小,能够在短时间内得到参数,做好分析工作,在众多污水含镍量测量方法中是一种便捷、有效的方法。

### 3 结论

综上所述,分光光度法是测量污水含镍量的有效方法,且整体准确度较高,操作也较为简单,对操作人员要求不高。因此,相关单位和工作人员在开展污水含镍量检测工作时,可以使用分光光度法,其中需要对各个试剂剂量进行合理把控,从而保证实验结果的准确性。

#### [参考文献]

- [1] 柴文畅. 分光光度法测定镍基高温合金中高镍含量[J]. 广船科技, 2019, 39(4): 7-9.
  - [2] 吴逸渠. 原子吸收分光光度法测定固定污染源中镍的含量[J]. 广东化工, 2019, 46(11): 184-185.
  - [3] 刘锦, 张旭, 沈庆峰, 等. 分光光度法和光度滴定法联合测定湿法炼锌流程中钴渣浸出液中钴镍[J]. 冶金分析, 2019, 39(5): 25-31.
- 作者简介: 李红丽 (1979.6-), 单位名称川扬检测技术有限公司, 毕业学校桂林工学院。