

ICS 13.030.01

Z 04

备案号:41927~41930—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4551.1~4551.4—2013

废弃化学品中镍的测定 (2013)

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 4551.1—2013	废弃化学品中镍的测定	第 1 部分:丁二酮肟分光光度法	(1)
HG/T 4551.2—2013	废弃化学品中镍的测定	第 2 部分:原子吸收分光光度法	(11)
HG/T 4551.3—2013	废弃化学品中镍的测定	第 3 部分:石墨炉原子吸收分光光度法	(21)
HG/T 4551.4—2013	废弃化学品中镍的测定	第 4 部分:电感耦合等离子体发射光谱法	(31)

ICS 13.030.01
Z 04
备案号:41927—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4551.1—2013

废弃化学品中镍的测定 第1部分:丁二酮肟分光光度法

Determination of nickel in waste chemicals—
Part 1: Dimethylglyoxime spectrophotometric method

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

HG/T 4551《废弃化学品中镍的测定》分为四个部分：

- 第 1 部分：丁二酮肟分光光度法；
- 第 2 部分：原子吸收分光光度法；
- 第 3 部分：石墨炉原子吸收分光光度法；
- 第 4 部分：电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 HG/T 4551 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本部分起草单位：精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：王宙晖、李霞、郑雪梅、刘幽若、王惠玲。

废弃化学品中镍的测定

第 1 部分：丁二酮肟分光光度法

1 范围

本部分规定了丁二酮肟分光光度法测定废弃化学品中镍含量的方法提要，试剂和材料，仪器、设备，样品处理，分析步骤及结果计算。

本部分适用于化学废渣、废水(液)、废表面处理剂、油漆渣等废弃化学品中镍含量的测定；也可用于土壤或污泥中镍含量的测定。本部分适用于所测试验溶液中镍含量为 0.1 mg/L~4.0 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

4 一般规定

本部分所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5 方法提要

试样经溶解后，以酒石酸钾钠作掩蔽剂，在 pH 12~13 时，以过硫酸铵为氧化剂，将镍氧化成四价，四价镍与丁二酮肟生成红色络合物。在最大吸收波长(470 nm)处测量其吸光度，其浓度与吸光度符合朗伯-比尔定律，根据此定律进行定量分析。

6 试剂和材料

6.1 氢氧化钠溶液：100 g/L。

6.2 酒石酸钾钠溶液：200 g/L。

6.3 过硫酸铵溶液：40 g/L。此溶液现用现配。

6.4 丁二酮肟溶液：10 g/L 乙醇溶液。

6.5 镍标准溶液：1 mL 溶液含镍(Ni)0.02 mg。

移取 2.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

HG/T 4551.1—2013

7 仪器、设备

可见分光光度计。

8 样品处理

参见附录 A 对样品进行处理,制备试验溶液和空白试验溶液。

9 分析步骤

9.1 干扰及消除

干扰及消除参见附录 B、附录 C。

9.2 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液于 7 支 50 mL 容量瓶中,分别加入 20 mL 酒石酸钾钠溶液、10 mL 氢氧化钠溶液、2 mL 丁二酮肟溶液和 4 mL 过硫酸铵溶液,每加入一种试剂后均要摇匀,用水稀释至刻度,摇匀。放置 15 min 后,在 470 nm 波长下,用 1 cm 比色皿,以水调零,测量其吸光度。

以每个标准溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以镍质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9.3 测定

移取参照附录 A 制备的一定体积(V_1)的试验溶液(含镍量为 0.005 mg~0.100 mg)和空白试验溶液,分别置于 2 支 50 mL 容量瓶中,以下按 9.2 中所述从“加入 20 mL 酒石酸钾钠”开始,至“……测量其吸光度。”为止。从工作曲线上分别查出试验溶液和空白试验溶液中镍的质量。

10 结果计算

固体试样中镍含量以镍(Ni)的质量分数 w 计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(m_1 - m_0) / 1\,000}{m \times (V_1 / V)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试料参照附录 A 进行处理,定容的体积的数值,单位为毫升(mL)。

液体试样中的镍含量以镍(Ni)的质量浓度 ρ 计,数值以 mg/L 表示,按公式(2)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_0}{V_1 / 1\,000} \times k \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

V_1 ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k ——液体试样稀释的倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10 %。

附录 A
(资料性附录)
样品处理

A.1 试剂和材料

- A.1.1 硝酸。
- A.1.2 盐酸。
- A.1.3 氢氟酸。
- A.1.4 高氯酸。
- A.1.5 过氧化氢。
- A.1.6 硝酸溶液:1+1。

A.2 仪器、设备

- A.2.1 铂坩埚。
- A.2.2 微波消解仪。
- A.2.3 电热板。

A.3 样品处理**A.3.1 固体样品处理****A.3.1.1 常压酸消解法一**

称取具有代表性的试样约 0.5 g,精确至 0.001 g,置于铂坩埚中,用少许水润湿,加 10 mL 盐酸,置于可控温的电热板上低温加热溶解,蒸发至约 5 mL,取下,冷却,加入 15 mL 硝酸继续加热至近黏稠状,加入 5 mL 氢氟酸加热分解二氧化硅及胶态硅酸盐,最后加入 5 mL 高氯酸加热至白烟冒尽。取下稍冷,用水冲洗坩埚内壁,并加入 1 mL 硝酸溶液温热溶解残渣,冷却后过滤,用水分次洗坩埚(冲洗次数不少于 3 次),滤液及洗涤液收集于 50 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。同时、同样制备空白试验溶液。

A.3.1.2 常压酸消解法二

称取具有代表性试样约 1.0 g,精确至 0.001 g,置于烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,摇匀。盖上表面皿,加热至近沸,保持近沸状态 10 min~15 min。取下,稍冷后加入 5 mL 硝酸,继续保持近沸状态 30 min,如有棕色烟,重复这一步骤(每次加入 5 mL 硝酸),直到样品不再有棕色烟产生。将溶液在近沸状态下蒸发至约 5 mL,取下。冷却后,加入 2 mL 水和 3 mL 过氧化氢,加热至不再有大量气泡产生,取下冷却。继续加过氧化氢,每次 1 mL,加热,直到样品中只有细微气泡产生。继续加热至溶液体积约为 5 mL。再加入 10 mL 盐酸,保持近沸状态 15 min,取下。冷却后过滤、洗涤(洗涤次数不少于 3 次),将滤液及洗涤液收集至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。同时、同样制备空白试验溶液。

注:此消解法不适用于硅酸盐基体和复杂基体的样品消解。

A.3.1.3 微波消解法

称取具有代表性试样约 0.5 g,精确至 0.001 g,置于微波消解罐中,加入 9 mL 硝酸和 3 mL 氢氟酸,摇匀(如果样品中含大量碳酸盐及易被氧化的有机物等需在罐内预先消解)。按照选定的工作条件进行消解(5.5 min 内升温至 180 °C±5 °C,保持此温度 9.5 min)。消解结束后,待微波消解罐内温度与室温平衡后,取出罐体。在通风橱中打开罐子,将溶液和残渣全部转移至 50 mL 塑料容量瓶中(必要时过滤),用少量水吹洗微波消解罐壁,用水稀释至刻度,摇匀。同时、同样制备空白试验溶液。

注:微波消解的程序设置可根据具体样品情况和仪器条件选择。

HG/T 4551. 1—2013

A. 3. 2 液体样品处理

用移液管移取具有代表性的液体试样 100 mL,置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至约 5 mL,再加 5 mL 硝酸继续加热至近干,取下,稍冷后加 5.5 mL 高氯酸,加热至冒白色浓烟。冷却,加水溶解后过滤,用水分次冲洗烧杯壁及表面皿(洗涤次数不少于 3 次),收集滤液及洗涤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。同时、同样制备空白试验溶液。

附 录 B
(资料性附录)
干扰及消除

氰化物、硫氰酸盐及大量有机物对测定有干扰，在测定前加入硝酸和硫酸对样品进行预处理可以消除干扰。

测定 2 mg/L 镍时，浓度不大于 1 000 mg/L 的 Cr^{6+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ag^{+} ；浓度不大于 500 mg/L 的 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Al^{3+} 、 Mg^{2+} ；浓度不大于 200 mg/L 的 Cr^{3+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Mn^{2+} 不干扰测定。

当金属离子含量超过上述浓度时可以采用萃取分离-丁二酮肟分光光度法消除干扰。

HG/T 4551.1—2013

附 录 C
(资料性附录)

萃取分离-丁二酮肟分光光度法

C.1 方法提要

试料溶解后,以柠檬酸铵掩蔽铁离子,加入的丁二酮肟与镍生成丁二酮肟镍,用三氯甲烷萃取,再用稀硝酸反萃取,在 pH 12~13 时,以过硫酸铵为氧化剂,镍与丁二酮肟生成红色络合物。于 470 nm 处测量其吸光度。

C.2 试剂和材料

- C.2.1 三氯甲烷。
- C.2.2 氨水。
- C.2.3 氨水溶液:1+30。
- C.2.4 硝酸溶液:1+20。
- C.2.5 柠檬酸铵溶液:200 g/L。
- C.2.6 溴百里酚蓝溶液:1 g/L。
- C.2.7 其他试剂同第 5 章的规定。

C.3 分析步骤

C.3.1 样品处理

同第 8 章的规定。

C.3.2 测定

移取参照附录 A 制备的一体积(V_1)试验溶液(含镍量为 0.005 mg~0.100 mg)和空白试验溶液,分别置于 2 个烧杯中,加入 10 mL 柠檬酸铵溶液,加 2~5 滴溴百里酚蓝溶液,然后滴加氨水(C.2.2)至溶液呈黄绿色,并过量 10 滴,加 5 mL 丁二酮肟溶液。

将试验溶液移入 100 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 三氯甲烷,振荡 1 min,静置分层。将有机相放入另一个分液漏斗中。在水相中再加入 5 mL 三氯甲烷,振荡 30 s,分层后合并有机相,弃去水相。

在合并后的有机相中,加 10 mL 氨水溶液(C.2.3),振荡 1 min,静置分层。将有机相放入另一个分液漏斗中,在水相中加 5 mL 三氯甲烷,轻轻振荡 30 s,待完全分层后,将有机相合并,弃去水相。

在有机相中加 5 mL 硝酸溶液,振荡 1 min,静置分层,将有机相放入另一个分液漏斗中,再加 5 mL 硝酸,重复振荡有机相一次,分层后,弃去有机相,合并水相。

将水相蒸发至体积约为 5 mL,冷却后移入 50 mL 容量瓶中。加入 20 mL 酒石酸钾钠溶液,10 mL 氢氧化钠溶液、2 mL 丁二酮肟溶液和 4 mL 过硫酸铵溶液,每加入一种试剂后均要摇匀,用水稀释至刻度,摇匀。放置 15 min 后,在 470 nm 波长下,用 1 cm 比色皿,以水调零,测量其吸光度。从工作曲线上查出试验溶液中镍的质量。

C.3.3 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液于 7 个烧杯中,以下操作按 C.3.2 中所述从“加入 10 mL 柠檬酸铵溶液……”开始,至“……用 1 cm 比色皿,以水调零,测量其吸光度。”为止。

C.4 结果计算

同第 10 章的规定。

