

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:41929—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

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

Determination of nickel in waste chemicals—

Part 3: Graphite furnace atomic absorption 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》分为以下四个部分：

- 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 3 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 和附录 B 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。

本部分标准主要起草人：何莹莹、王海燕、王彦、王莹。

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

1 范围

本部分规定了采用石墨炉原子吸收分光光度法测定废弃化学品中镍含量的原理，试剂，仪器、设备，样品处理，分析步骤和结果计算。

本部分适用于电镀废液、废水(液)、化学废渣、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。所测试液中镍含量为 0.5 μg/L~50 μg/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腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

4 一般规定

本部分所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。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 原理

废弃化学品试样经处理，其溶液经设定的干燥、灰化、原子化等升温程序使共存基体成分蒸发除去，同时在原子化阶段的高温下镍化合物离解为基态原子蒸气，并对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下，通过背景扣除，测定镍的吸光度。在一定的测定条件下可测得不同浓度镍含量对应的吸光度，并通过工作曲线法定量。

6 试剂

6.1 硝酸溶液：1+99。

6.2 镍标准溶液：1 mL 溶液含镍(Ni)0.001 mg。

移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

7 仪器、设备

石墨炉原子吸收分光光度计，配备辅助设备。

HG/T 4551.3—2013

8 样品处理

参见附录 A 中提供的样品处理方法进行试验溶液和空白试验溶液的制备。

9 分析步骤

9.1 工作曲线的绘制

在 5 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液,用硝酸溶液稀释至刻度,混匀。

参见附录 B 中仪器参考工作条件,设定石墨炉原子吸收分光光度计工作条件,测定溶液的吸光度。以吸光度对应镍质量浓度($\mu\text{g/L}$),绘制工作曲线,并算出工作曲线的回归直线方程。

注:以上工作曲线溶液的浓度仅供参考,可根据仪器和样品的实际情况进行适当的调整。

9.2 试样溶液的测定

移取适量参照附录 A 处理得到的试验溶液(V_1)和空白试验溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。按照工作曲线绘制时的仪器工作条件,以硝酸溶液调零,分别测定空白试验溶液和试验溶液的吸光度,从工作曲线上得到镍元素的质量浓度(ρ)。若测定试验溶液的吸光度超出工作曲线的范围,则应对试验溶液进行适当稀释,并保持酸度与稀释前一致。若试验溶液需要稀释,则应根据稀释的倍数重新配制空白溶液。

10 结果计算

镍含量以镍(Ni)的质量分数 w 计,数值以 mg/kg 表示,按下列公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1}{m(V_1/100)} \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V_1 ——移取的试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液的稀释倍数。

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:

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1}{V_1} \times k \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V_1 ——移取的试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k ——试验溶液的稀释倍数。

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 盐酸。
- A.1.2 硝酸。
- 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.1.7 硝酸溶液:1+99。

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

称取有代表性的试样约 0.5 g,精确至 0.000 2 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,蒸发至约剩 5 mL,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(A.1.6)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 100 mL 塑料容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

A.3.1.2 常压酸消解法二

称取有代表性的试样约 1.0 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(A.1.6),盖上表面皿置于可控温的电热板上,加热至近沸,保持近沸状态 10 min~15 min。取下,冷却后加入 5 mL 硝酸,盖上表面皿保持近沸状态 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,冷却后加入 2 mL 水和 3 mL 过氧化氢,盖上表面皿加热直至无大量气泡产生,继续加热使溶液蒸发至约 5 mL。向该溶液中加入 10 mL 盐酸,盖上表面皿保持近沸状态 15 min(如有棕色烟,重复此步骤至不再有棕色烟产生),冷却,过滤,洗涤(洗涤次数不少于 3 次),滤液及洗涤液收集于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

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

称取有代表性的试样 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于微波消解罐中,加 9 mL 硝酸和 3 mL 氢氟酸,在罐口放一片安全膜后,盖上罐盖,放入微波消解仪中按照选定的工作条件进行消解(5.5 min 内升温至 180 ℃,保持此温度 10 min)。消解完毕后让罐冷却 5 min 后取出罐体,冷却至室温,开盖,过滤,用硝酸

HG/T 4551.3—2013

溶液(A.1.7)洗涤消解罐,合并滤液于100 mL塑料容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

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。

A.3.2 液体样品处理

取100 mL有代表性的液体试样,置于250 mL烧杯中,加10 mL硝酸,盖上表面皿,加热至5 mL左右,再加5 mL硝酸继续加热至近干,加5.5 mL高氯酸,加热至白烟冒尽。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),滤液及洗涤液收集于100 mL容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

附 录 B
(资料性附录)
仪器参考工作条件

B. 1 仪器参数

仪器的参考工作参数见表 B. 1。

表 B. 1 仪器的参考工作参数

波长	232. 0 nm	狭缝	0. 5 nm
灯电流	4 mA	进样量	10 μL
氩气压力	140 kPa~200 kPa	背景校正	塞曼

B. 2 石墨炉升温程序

石墨炉升温程序参数见表 B. 2。

表 B. 2 石墨炉升温程序参数

步骤	温度/℃	保持时间/s	氩气流量/(mL/min)	阶段
1	110	30	250	干燥
2	130	30	250	干燥
3	450	10	250	干燥
4	1 500	20	250	灰化
5	2 300	5	0	原子化
6	2 500	5	250	净化

BZ002104190

