

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:41930—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

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

Determination of nickel in waste chemicals—
Part 4: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric 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 4 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：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。

本部分标准主要起草人：丁灵、弓创周、王妍。

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

1 范围

本部分规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定废弃化学品中镍的原理、试剂和材料、仪器、样品处理、分析步骤、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。所测试液中镍含量为 0.02 mg/L~5.00 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 4842 氩

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

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，严重者应立即治疗；本试验方法中使用高压氩气钢瓶，应按高压钢瓶安全操作规定操作；点燃等离子后，不应打开炬室门，防止高频辐射伤害身体；注意安全用电。

4 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。试验中所用杂质标准溶液，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2 的规定制备。

5 原理

废弃化学品样品经过消解处理后制成试样溶液，经雾化系统雾化后形成气溶胶，由载气带入等离子体内，在高温和惰性气体(氩气)中被充分蒸发、原子化、电离和激发，镍元素的原子或离子被激发时，电子在原子内不同能级跃迁，当高能态向低能态跃迁时产生特征辐射，通过确定这种特征辐射的波长及相对强度，采用标准曲线法测定样品中的镍含量。

6 试剂和材料

6.1 氩气：符合 GB/T 4842。

6.2 硝酸溶液：1+5。

6.3 镍标准溶液：1 mL 溶液含镍(Ni)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

HG/T 4551.4—2013

8 样品处理

参照附录 A 中提供的样品处理方法进行试样溶液的制备。

9 分析步骤

9.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 镍标准溶液于 5 个 100 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将电感耦合等离子体原子发射光谱仪调至最佳工作条件(可参见附录 B),以水调零,测定其标准溶液的光谱强度。

从系列镍标准溶液的光谱强度中减去标准空白溶液的光谱强度,以系列标准溶液中镍的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的光谱强度为纵坐标,绘制标准曲线。

注:以上标准曲线溶液的浓度仅供用户参考,可根据仪器和样品的实际情况进行适当的调整。

9.2 测定

用移液管移取适量参照附录 A 处理后的试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按照标准曲线绘制时的仪器工作条件,以水调零,分别测定空白试验溶液和试验溶液的光谱强度,然后在标准曲线上分别查出试验溶液和空白试验溶液中镍的质量浓度(ρ)。若测定试验溶液的光谱强度超出标准曲线范围,应对试验溶液进行适当稀释,并补加适量硝酸溶液,使酸度与稀释前保持一致再进行测定,稀释倍数为 k 。

10 结果计算

镍含量以镍(Ni)的质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times 10^{-3}}{m \times V / V_0 \times 10^{-3}} \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——样品经消解处理后试验溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——待测试验溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——从标准曲线查出的试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从标准曲线查出的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

k ——试验溶液的稀释倍数。

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

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times 10^{-3}}{V \times 10^{-3}} \times k \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——从标准曲线查出的试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从标准曲线查出的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——待测试验溶液定容体积的数值,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.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 固体试样

A.3.1.1 常压酸消解法一

称取有代表性试样约 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,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。冷却,用水冲洗坩埚内壁,并加入 1 mL 硝酸溶液,溶解残渣后过滤,用水分次冲洗坩埚内壁及坩埚盖(洗涤次数不少于 3 次),收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液。

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

称取有代表性试样约 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,盖上表面皿置于可控温的电热板上,加热样品至 95℃±5℃,不沸腾蒸馏 10 min。冷却后加入 5 mL 硝酸溶液,盖上表面皿蒸馏 30 min,重复此步骤至样品不再有棕色烟产生,将溶液不沸腾蒸发至约 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,盖上表面皿于 95℃±5℃下蒸馏 15 min,冷却,过滤,用水分次冲洗烧杯壁及表面皿(洗涤次数不少于 3 次),收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液。

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,放入微波消解仪中消解,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,用水分次冲洗微波消解罐(洗涤次数不少于 3 次),收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液。

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。

HG/T 4551.4—2013

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,参考加热程序设置见表 A. 1。

表 A. 1 微波消解参考加热程序设置

步骤	温度/℃	时间/min
1	40	1
2	80	2
3	120	2
4	140	2
5	160	2
6	180	10

A. 3. 2 液体试样

取有代表性液体试样 100 mL,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,加热至冒白烟浓烟。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),收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液。

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)

电感耦合等离子体发射光谱仪推荐的仪器工作条件

B.1 电感耦合等离子体发射光谱仪仪器工作条件

功率:0.8 kW~1.6 kW,冷却气流量:12 L/min~18 L/min,载气流量:0.6 L/min~1 L/min,辅助气流量:0 L/min~1 L/min,进样速率:0.6 mL/min~2 mL/min,观测高度:14 mm~18 mm。

B.2 分析波长及检出下限

用电感耦合等离子体发射光谱仪测定镍元素时的分析波长及检出下限参见表 B.1(不同型号的仪器工作条件可根据具体实际使用情况而定)。

表 B.1 元素参考分析波长及检出下限

元素	可选用分析波长/nm	检出下限/(μg/L)
Ni II	216.556	5.0
Ni II	217.467	6.8
Ni II	221.647	3.0
Ni II	225.386	7.5
Ni II	227.021	7.5
Ni II	230.300	6.8
Ni II	231.604	4.5
Ni I	232.003	4.5

中华人民共和国
化工行业标准
废弃化学品中镍的测定
(2013)

HG/T 4551.1~4551.4—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张2 $\frac{3}{4}$ 字数56千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1641

BZ002103196



购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:38.00元

版权所有 违者必究