

中华人民共和国国家标准

固体废物 镍的测定
直接吸入火焰原子吸收分光光度法

GB/T 15555.9—1995

Solid waste—Determination of nickel—
Flame atomic absorption spectrometry

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定固体废物浸出液中镍的直接吸入火焰原子吸收分光光度法。

1.2 本标准方法适用于固体废物浸出液中镍的测定。

1.2.1 测定范围

本方法测定的范围是:0.08~5.0 mg/L。

1.2.2 干扰

镍 232.0 nm 线处于紫外区,盐类颗粒物、分子化合物等产生的光散射和分子吸收影响比较严重。NaCl 分子吸收谱覆盖着 232.0 nm 线;3 500 mg/LCa 对 232.0 nm 线产生的光散射约相当于 1 mg/L 镍的吸收值;1 000 mg/LCa 使 2 mg/L 镍的测定结果偏高 9%;200~2 000 mg/L 的 Fe 对 40 mg/L 镍的测定产生 9%~13%的误差;2 000 mg/L 的 K 使 20 mg/L 镍的测定偏高 15%;此外,200~5 000 mg/L 高浓度的 Ti、Ta、Cr、Mn、Co、Mo 等对于 2~20 mg/L 镍的测定都有干扰。

当上述干扰元素的存在量能够干扰镍的测定时,可以采用丁二酮肟-乙酸正戊酯萃取等分离手段消除干扰。

2 原理

将固体废物浸出液直接喷入火焰,在空气-乙炔火焰的高温下,镍化合物解离为基态原子。该气态的基态原子对镍空心阴极灯发射的特征谱线 232.0 nm 产生选择吸收。在规定条件下,吸光度与试液中镍的浓度成正比。

3 试剂

除非另有说明,均使用符合国家标准或专业标准的试剂,去离子水或同等纯度的水。

3.1 硝酸(HNO₃), $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。

3.2 硝酸(1+1),用(3.1)配制。

3.3 硝酸 0.2%,0.4%,用(3.1)配制。

3.4 镍标准贮备液,1.000 g/L:

称取光谱纯金属镍 1.000 0 g,加 10 mL 硝酸(3.2),加热溶解后用硝酸(3.3)定容至 1 000 mL。

3.5 镍标准溶液:

吸取标准贮备液(3.4)和硝酸(3.3)稀释成 50 mg/L 的镍中间标准溶液。

4 仪器

- 4.1 原子吸收分光光度计。
 4.2 镍空心阴极灯。
 4.3 乙炔钢瓶或乙炔发生器。
 4.4 空气压缩机, 应有除水、除油和除尘设备。
 4.5 仪器参数: 不同型号仪器的最佳测试条件不同, 可根据仪器说明书要求自己选择测试条件。一般仪器的测量条件如下:

表 1 一般仪器使用的条件

元 素	镍(单元素空心阴极灯)
测定波长, nm	232.0
通带宽度, nm	0.2
灯电流, mA	12.5
火焰性质	中性空气-乙炔火焰

5 步骤

- 5.1 样品的保存: 浸出液如不能很快进行分析, 应加浓硝酸(3.1)达到 1% 保存时间不要超过 1 周。
 5.2 空白试验: 用水代替试样, 采用和试样相同的步骤和试剂, 在测定试料的同时测定空白值。
 5.3 校准曲线绘制

参照下表在 50 mL 容量瓶中, 用硝酸(3.3)将中间标准溶液(3.5)配制成至少 5 个工作标准溶液, 其浓度范围应包括固体废物浸出液中镍的浓度, 必要时可将试样进行富集或稀释。

表 2 标准系列配制和浓度

中间标准溶液加入体积, mL	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00
工作标准溶液的浓度, mg/L	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00

将工作标准系列以从低到高的浓度顺序吸入火焰, 用测得的吸光度和相对应的浓度绘制校准曲线。

5.4 样品测定

试料的测定可在测量标准溶液和空白试样的同时进行。根据扣除空白后试料的吸光度, 从校准曲线查出试料中镍的浓度。

在测定料样的过程中, 要定时复测空白和工作标准溶液, 以检查基线的稳定性和仪器灵敏度是否发生了变化。

5.5 标准加入法

当样品组成复杂或者成分不明时应制作标准加入法曲线, 用以考查样品是否宜用校准曲线法定量。

在 5 支编号的 50 mL 容量瓶中分别加入 5~10 mL (视镍的含量而定) 浸出液, 并加入中间标准溶液(3.5) 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00 mL, 用硝酸(3.3) 稀释至 50 mL。摇匀后依次吸入火焰, 测定镍的吸光度。用测得的吸光度和相应的加入标准溶液的浓度, 与(5.3)在同一坐标上绘制标准加入法的工作曲线。

如果两条工作曲线平行, 则说明可用标准曲线法直接测定样品; 如果两条线相交, 说明试样存在基体干扰。应采用标准加入法, 萃取-火焰原子吸收法等方法进行测定。

6 结果的表示

浸出液中镍浓度 c (mg/L)按下式计算:

$$c(\text{mg/L}) = c_1 \times \frac{V_0}{V}$$

式中: c_1 —— 被测试料镍的浓度,mg/L;

V —— 试料的体积,mL;

V_0 —— 试样的定容体积,mL。

7 精密度和准确度

7.1 可以参考国家标准 GB 11912《水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法》的数据。

7.2 室内对含镍 13.11 mg/L(加标 7.0 mg/L)和 7.56 mg/L(加标 4.0 mg/L)的废渣浸出液的加标回收率分别为 95.0%和 98.3%;6次平行测定相对标准偏差分别为 1.7%和 3.5%。

附录 A
(参考件)

丁二酮肟-乙酸正戊酯萃取镍

在 pH9.0~10.0,含酒石酸铵 3%的条件下, Ni^{2+} 与丁二酮肟形成难溶于水的酒红色的络合物,可被乙酸正戊酯萃取。加入丁二酮肟后,在 10 min 内用乙酸正戊酯萃取,防止丁二酮肟镍沉淀,导致回收率偏低。将有机相吸入空气-乙炔火焰进行镍的测定。

该法既克服基体成分的干扰,也浓缩了镍,可用于最低浓度为 0.1 mg/L 镍的测定。

注:浸出液的制备方法,参见 GB/T 15555.1—1995《固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》中的附录 B。

附加说明:

本标准由国家环保局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人齐文启。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。