

HZ-HJ-SZ-0058

水质—镍的测定—火焰原子吸收分光光度法

1 范围

本方法规定了用火焰原子吸收分光光度法直接测定工业废水中镍。

本方法适用于工业废水及受到污染的环境水样，最低检出浓度为 0.05mg/L，校准曲线的浓度范围 0.2~5.0mg/L。

2 原理

将试液喷入空气—乙炔贫燃火焰中。在高温下，镍化合物离解为基态原子，其原子蒸气对锐线光源(镍空心阴极灯)发射的特征谱线 232.0nm 产生选择性吸收。在一定条件下，吸光度与试液中镍的浓度成正比。

3 试剂

本方法所用试剂除另有说明外，均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

3.1 硝酸(HNO₃)， $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯。

3.2 硝酸(HNO₃)， $\rho=1.42\text{g/mL}$ 。

3.3 硝酸溶液，1+99 (0.16mol/L)：用硝酸(3.1)配制。

3.4 硝酸溶液，1+1：用硝酸(3.2)配制。

3.5 高氯酸(HClO₄)， $\rho=1.54\text{g/mL}$ ，优级纯。

3.6 镍标准贮备液：称取光谱纯金属镍 1.0000g，准确到 0.0001g，加硝酸(3.1)10mL，待完全溶解后，用去离子水稀释至 1000mL，每毫升溶液含 1.00mg 镍。

3.7 标准工作溶液：移取镍贮备液(3.6)10.0mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液(3.4)稀释至标线，摇匀。此溶液中镍的浓度为 100mg/L。

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，应备有除水、除油、除尘装置。

4.5 仪器参数：不同型号仪器的最佳测试条件不同，可根据仪器说明书自行选择。

5 试样制备

5.1 采样前，所用聚乙烯瓶用洗涤剂洗净，再用硝酸(3.4)浸泡 24h 以上，然后用水冲洗干净。

5.3 若需测定镍总量，样品采集后立即加入硝酸(3.1)，使样品 pH 为 1~2。

5.3 测定可滤态镍时，采样后尽快通过 0.45 μm 滤膜过滤，并立即按(5.2)酸化。

6 操作步骤

6.1 试料

测定镍总量时，一般要进行消解处理。取适量水样(使含镍在 10~250 μg)加 5mL 硝酸(3.1)，置于电热板上在近沸状态下将样品蒸发近干。冷却后再加入硝酸(3.1)5mL，重复上述操作一次，必要时再加入硝酸(3.1)或高氯酸，直到消解完全，等蒸至近干，加硝酸(3.3)溶解残渣，若有不溶沉淀应通过定量滤纸过滤至 50mL 容量瓶中，加硝酸(3.3)至标线，摇匀。

6.2 空白试验

用水代替试料，采用相同的步骤，且与采样和测定中所用的试剂用量相同做空白试验。

6.3 干扰

6.3.1 本方法测镍基体干扰不显著，但当无机盐浓度较高时则产生背景干扰，采用背景校正器校正；在测量浓度许可时，也可采用稀释法。

6.3.2 使用 232.0nm 作吸收线，存在波长相距很近的镍三线，选用较窄的光谱通带可以克服邻近谱线的光谱干扰。

6.4 校准曲线的绘制

用硝酸溶液(3.3)稀释标准工作溶液(3.7)配制至少 5 个标准溶液，且试料的浓度应落在 0.2~5.0mg/L 范围内。按所选择的仪器工作参数调好仪器，用硝酸溶液(3.3)调零后，测量每份溶液的吸光度，绘制校准曲线。

6.5 测量

在测量标准溶液的同时，测量空白和试料。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含量。

注：①测定可滤态镍时，用(5.3)制备的试料直接喷入测定。

②测定镍总量时，一般进行消解前处理，用试料（6.1）进行测定。

7 结果计算

实验室样品中镍的浓度 c (mg/L)，按下式计算：

$$c = \frac{m}{V}$$

式中： c ——实验室样品中镍浓度，mg/L；

m ——试料中镍的含量， μg ；

V ——分取水样的体积，mL。

8 精密度和准确度

13 个实验室分析含镍 1.02mg/L 的统一样品，重复性相对标准偏差为 1.65%，再现性相对标准偏差为 3.29%，回收率在 95%~105%之间。

本方法还用于含镍 0.07~5.45mg/L 的矿山、冶炼、电镀、机械等行业 41 种废水样品分析，其相对标准偏差为 0.2%~10%，加标回收率为 92%~109%。

9 参考文献

GB11912-89。