

中华人民共和国国家标准

车间空气中镍及其化合物的 火焰原子吸收光谱测定方法

GB/T 16021—1995

Workplace air—Determination of nickel and its compounds
—Flame atomic absorption spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定车间空气中镍及其化合物。

本标准适用于镍的采矿、冶炼、电镀以及化工、石油提炼、染料、硬币制造等使用镍及其化合物的场所。

2 原理

空气中镍及其化合物采集于滤料上,经高氯酸-硝酸消解后,在 232.0 nm 波长下,用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定镍含量。

3 仪器

- 3.1 采样夹。
- 3.2 滤料:微孔滤膜,孔径 0.8 μm ,直径 40 mm。
- 3.3 抽气机。
- 3.4 流量计,0~10 L/min。
- 3.5 锥形瓶或高形烧杯,50 mL。
- 3.6 瓷坩埚盖,直径 35 mm。
- 3.7 具塞试管,10 mL。
- 3.8 电热板或电砂浴。
- 3.9 原子吸收分光光度计,配备乙炔-空气火焰燃烧器。
- 3.10 镍空心阴极灯。

4 试剂

- 4.1 去离子水:通过离子交换树脂所得比电阻大于 500 $\text{k}\Omega \cdot \text{cm}$ 或用全玻蒸馏器重蒸所得水。
- 4.2 高氯酸, $\rho_{20}=1.67 \text{ g/mL}$,优级纯。
- 4.3 硝酸, $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$,高纯。
- 4.4 高氯酸(4.2)-硝酸(4.3),1+9 混合消解液。
- 4.5 硝酸,1+99。
- 4.6 镍标准溶液:称取 0.100 0 g 镍粉(光谱纯),溶于少量硝酸(4.3),加热蒸至近干,用硝酸(4.5)将残渣移至 100 mL 量瓶中,并稀释至刻度。此液为 1 mL=1.0 mg Ni;临用时用硝酸(4.5)稀释至 1 mL=10 μg Ni 标准液。

5 采样

将微孔滤膜(3.2)安装在采样夹(3.1)内,以 5 L/min 速度抽取 50 L 空气样品。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将未采样的微孔滤膜(3.2)按样品处理方法作 2 个空白对照。

6.2 样品处理:将微孔滤膜放入锥形瓶内加入 5 mL 高氯酸-硝酸(4.4),盖上瓷坩埚盖,置于电热板上加热消解,保持温度在 200℃左右。溶液呈无色透明时,取下坩埚盖,待消解液基本挥干时,取下锥形瓶,冷却后加入 10 mL 硝酸(4.5)溶解残渣,溶液供测定。

6.3 标准曲线的绘制:取 6 支 10 mL 比色管按下表配制标准管。

镍标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液(4.6),mL	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
硝酸(4.5),mL	10.0	9.0	8.0	7.0	6.0	5.0
镍含量,μg/mL	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0

将火焰原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件,在 232.0 nm 波长下,用乙炔-空气火焰(贫焰)分别测定标准管,并绘制标准曲线。

6.4 测定:用 6.3 相同的仪器操作条件,将处理后的样品进行测定。每测定 10 个样品,用中等浓度的标准溶液校正一次测定结果,记录吸光度值,将样品吸光度值减去空白对照的吸光度值后,由标准曲线查得样品中镍的含量。

7 计算

7.1 按式(1)计算所采空气样品在标准状况下的体积:

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积,L;

V ——所采空气样品的体积,L;

t ——温度,℃;

p ——大气压力,kPa。

7.2 按式(2)换算空气中镍的浓度:

$$X = \frac{10C}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——空气中镍的浓度,mg/m³;

C ——测得样品中镍的浓度,μg/mL;

V_0 ——标准状况下的采样体积,L。

8 说明

8.1 本法的检测限为 0.01 μg/mL,灵敏度为 0.12 μg/mL,测定范围为 0~5 μg/mL,变异系数为 2.6%

(3 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

8.2 本法平均采样效率为 99%。采样过程中要防止污染,不能在镍的生产场所安装滤膜,保持采样夹和镊子等采样用具的清洁。采样过程中和采样后运输、贮藏时,防止滤膜上的粉尘脱落。

8.3 采样后,将采过样的微孔滤膜样品,面朝里对折起来,要小心无损失包装好,可长期保存。

8.4 影响测定的因素:消除温度必须控制在 200℃ 以下,温度过高回收率偏低,温度太低消解速度变慢,延长样品测定时间。

8.5 共存物的干扰与去除:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{4+} 、 Mo^{6+} 、 Pb^{2+} 、 Sn^{2+} 、 Zn^{2+} 不干扰本法测定,但测定时尽量采用窄的仪器狭缝。

8.6 若用测尘滤膜代替微孔滤膜进行采样,则在消解时要加 10 mL 高氯酸-硝酸(4.4),必要时再补加适量的消解液,直至消解完全。也可用 1+4 高氯酸-硝酸混合消解液代替高氯酸-硝酸(4.4)加速消解,但要保持良好的通风。

8.7 样品处理后,溶液中若有白色沉淀物,可以离心或放置过夜。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由四川省劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人林葆华、陈绯、梁冰华等。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。