

UDC 628.4.04:543.062
Z 27



中华人民共和国国家标准

GB/T 15555.10—1995

固体废物 镍的测定 丁二酮肟分光光度法

Solid waste—Determination of nickel—
Dimethylglyoxime spectrophotometric method

1995-03-28 发布

1996-01-01 实施

国 家 环 境 保 护 局
国 家 技 术 监 督 局

发 布

中华人民共和国国家标准

固体废物 镍的测定 丁二酮肟分光光度法

GB/T 15555.10—1995

Solid waste—Determination of nickel—
Dimethylglyoxime spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定固体废物浸出液中镍的丁二酮肟(二甲基乙二醛肟)分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于含镍废渣浸出液中镍的测定。

1.2.2 本标准检测浓度为 0.1 mg/L, 测定上限为 4 mg/L。

1.2.3 铁、钴、铜离子干扰测定, 加入 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液, 可消除 300 mg/L 铁、100 mg/L 钴及 50 mg/L 铜, 对 5 mg/L 镍测定的干扰。若铁、钴、铜的含量超过上述浓度, 则可用丁二酮肟-正丁醇萃取分离除去(见附录 A)。

氰化物亦干扰测定。可在测定前于样品中加入 2 mL 次氯酸钠溶液和 0.5 mL 硝酸加热分解镍氰络合物。

2 原理

在柠檬酸铵-氨水介质中, 当有氧化剂碘存在下, 镍与二丁酮肟作用, 形成组成比为 1:4 的酒红色络合物, 可于波长 530 nm 处进行分光光度的测定。

3 试剂

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硝酸(HNO_3), $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ 。

3.2 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), $\rho=0.90 \text{ g/mL}$ 。

3.3 高氯酸(HClO_4), $\rho=1.68 \text{ g/mL}$ 。

3.4 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 95% (V/V)。

3.5 次氯酸钠(NaOCl)溶液, 活性氯含量不小于 52 g/L。

3.6 正丁醇[$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$], $\rho_{20}=0.81 \text{ g/mL}$ 。

3.7 硝酸溶液, 1+1 (V/V)。

3.8 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/L}$ 。

3.9 柠檬酸铵[$(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$]溶液, 500 g/L。

3.10 柠檬酸铵[$(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_7$]溶液, 200 g/L。

3.11 碘溶液, $c(\text{I}_2)=0.05 \text{ mol/L}$; 称取 12.7 g 碘片(I_2), 加到含有 25 g 碘化钾(KI)的少量水中, 研磨