

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 63.3—2001

大气固定污染源 镍的测定 丁二酮肟-正丁醇萃取分光光度法

Stationary source emission—Determination of nickel—
Dimethylglyoxime with *n*-Butanol by spectrophotometry

行业标准信息服务平台

2001-07-27 发布

2001-11-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

本标准是 GB 16297—1996《大气污染物综合排放标准》配套标准分析方法之一。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局解释。

行业标准信息平台

大气固定污染源 镍的测定

丁二酮肟-正丁醇萃取分光光度法

1 范围

1.1 适用范围

本标准适用于大气固定污染源有组织和无组织排放中镍及其化合物的测定。

1.2 测定范围

当采样体积为 50 L 时,将滤膜或滤筒制备成 25 ml 样品溶液进行测定,检出限为 0.002 mg/L,测定范围 0.4~1.6 mg/L。

1.3 干扰

在 25 ml 定容的测定体系中,当 Fe^{3+} 大于 110mg、 Cu^{2+} 大于 1.6 mg、 Co^{2+} 大于 1.6 mg、 Mn^{2+} 大于 15 mg、 Al^{3+} 大于 15 mg 时,对 20 μg Ni^{2+} 的测定有干扰。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的正式条文。本标准出版时,所出版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

2.1 GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物的测定和大气污染物采样方法

2.2 GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

2.3 GB/T 15432—1995 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

3 定义

本标准中大气固定污染源中的镍及其化合物:系指经滤筒或滤膜采集的颗粒物中能被硝酸-高氯酸浸出的镍及其化合物。

4 原理

用过氯乙烯滤膜采集无组织排放中颗粒物样品,用玻璃纤维滤筒采集有组织排放中的颗粒物样品,用硝酸-高氯酸消解后制成样品溶液。

将样品溶液用丁二酮肟-正丁醇萃取分离后,在氨溶液中,碘存在下,镍与丁二酮肟作用,形成酒红色可溶性络合物,在 440 nm 波长处进行分光光度测定。

5 试剂

除另有说明外,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,水为去离子水或同等纯度的水。

5.1 硝酸 (HNO_3), ρ 为 1.40 g/ml

5.2 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), ρ 为 0.90 g/ml

5.3 高氯酸 (HClO_4), ρ 为 1.68 g/ml

5.4 乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 95%

5.5 正丁醇 [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$], ρ 为 0.81 g/ml

5.6 硝酸溶液, 1+1

5.7 硝酸溶液, 1%

5.8 氢氧化钠溶液, 40 g/L