



中华人民共和国国家标准

GB/T 36269—2018

平板玻璃中微量镍的测定方法

Determination of trace nickel for plate glass



2018-06-07 发布

2019-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国建筑用玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 255)归口。

本标准起草单位：中国建材检验认证集团秦皇岛有限公司(国家玻璃质量监督检验中心)、台玻长江玻璃有限公司、重庆市计量质量检测研究院、蚌埠产品质量监督检验研究院(国家特种玻璃质量监督检验中心)、山东金晶科技股份有限公司、佛山市顺德区质量技术监督标准与编码所、福莱特玻璃集团股份有限公司、武汉产品质量监督检验所、华测检测认证集团股份有限公司、福耀玻璃工业集团股份有限公司、湖北省建筑科学研究设计院、河北润安建材有限公司、东莞市华喜机电工程有限公司。

本标准主要起草人：孟照林、李立、刘逸群、李静彤、康俊、王川、王守云、李虎、杨伟、高永慧、张坤、宗学滨、赵晓纯、阮洪良、高峰、林建国、王在彬、詹淑贞、曾劲松、桑路明、温汉平。

平板玻璃中微量镍的测定方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了平板玻璃中微量镍的测定方法的仪器与设备、通则、试样制备、测定方法、结果表述、精密度要求、试验报告。

本标准适用于玻璃基片中微量镍的化学成分分析，也可用于玻璃中硫化镍化学成分鉴定分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则（紫外和可见光部分）

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则

3 仪器与设备

3.1 天平

分度值 0.1 mg。

3.2 铂金皿

3.3 自动控温干燥箱

温控范围室温至 250 ℃。

3.4 吸量管

符合 GB/T 12808 的规定。

3.5 容量瓶

符合 GB/T 12806 的规定。

3.6 可见分光光度计

符合 GB/T 9721 的规定。

3.7 火焰原子吸收分光光度计

符合 GB/T 15337 的规定。

备有空气-乙炔燃烧器,镍空心阴极灯。空气和乙炔气体要足够纯净,以提供稳定清澈的贫燃火焰。其“精密度的最低要求”“特征浓度”“检出限”和“标准曲线的线性”应符合 GB/T 15337 的规定。

4 通则

4.1 水

除非另有说明,分析中使用试剂应不低于分析纯,所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的二级水的要求。

4.2 试剂

本标准所列市售溶液试剂的密度指在 20℃ 环境条件下的密度(ρ)。所用酸,凡未注浓度的均指市售酸浓度。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+1)表示 1 份体积浓盐酸与 1 份体积的水相混合。

4.3 平行试验

在重复性条件下平行进行两组试验。

4.4 空白试验

空白试验应与样品试验平行进行,并采用相同的试验步骤,取相同量的所有试剂,但不加样品。

5 试样制备

5.1 玻璃试样(质量小于 1 g),用水清洗干净,干燥后,用玛瑙乳钵研磨至粒度小于 75 μm ,放入称量瓶中备用。

5.2 在进行砷化镍化学成分鉴定分析时,选取包含有疑似砷化镍晶体的玻璃试样(质量小于 1 g),用水清洗干净,干燥后,用玛瑙乳钵研磨至粒度小于 75 μm ,放入称量瓶中备用。

5.3 将称量瓶连同试样放入 105℃~110℃ 恒温干燥箱中,烘干 1 h,取出,放入干燥器中冷却至室温。

6 测定方法

6.1 丁二酮肟分光光度法

6.1.1 原理

酸性溶液中,在氧化剂碘存在下,镍与丁二酮肟反应生成组成比 1:4 的酒红色可溶性络合物。络合物在 440 nm 和 530 nm 处有两个吸收峰,为了避免柠檬酸铁等的干扰,选择灵敏度稍低的 530 nm 波长进行比色测定。

6.1.2 试剂

6.1.2.1 氢氟酸

警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴橡胶手套,防止皮肤接触!

密度约 1.14 g/mL, 质量分数 40% 以上, 优级纯。

6.1.2.2 高氯酸

密度约 1.68 g/mL, 质量分数 70%~72%, 优级纯。

6.1.2.3 盐酸

密度约 1.19 g/mL, 质量分数 36%~38%, 优级纯。

6.1.2.4 氨水

密度约 0.90 g/mL, 质量分数 25%~28%, 优级纯。

6.1.2.5 硝酸

密度约 1.42 g/mL, 质量分数 65%~68%, 优级纯。

6.1.2.6 盐酸溶液(1+4)

6.1.2.7 氨水溶液(1+1)

6.1.2.8 硝酸溶液(1+1)

6.1.2.9 柠檬酸铵水溶液(500 g/L)

称取 50 g 柠檬酸铵溶解于 100 mL 水中。

6.1.2.10 碘溶液(0.05 mol/L)

称取 12.7 g 碘(I_2), 加到含有 25 g 碘化钾(KI)的少量水中, 溶解后, 用水稀释至 1 000 mL。

6.1.2.11 丁二酮肟溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 丁二酮肟溶解于 50 mL 氨水(6.1.2.4)中, 用水稀释至 100 mL, 必要时过滤。

6.1.2.12 乙二胺四乙酸二钠盐(Na_2 -EDTA)溶液(50 g/L)

称取 5 g Na_2 -EDTA 溶解于 100 mL 水中。

6.1.2.13 镍标准储备溶液(100 μ g/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属镍(质量分数 99.9% 以上, 称量前先用稀硝酸洗去表面氧化物, 再用水、乙醇充分洗涤, 晾干)于烧杯中, 加入 20 mL 硝酸溶液(6.1.2.8), 加热溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀。或采用国家认可的镍标准溶液。

6.1.2.14 镍标准使用溶液(5 μ g/mL)

吸取 25 mL 镍标准储备溶液(6.1.2.13)于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.1.3 标准曲线的绘制

准确吸取 0.00 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL 镍标准使用溶液(6.1.2.14)于一组 100 mL 容量瓶中, 分别加水至 30 mL~40 mL, 依次加 5 mL 柠檬酸铵水溶液(6.1.2.9), 2.5 mL 碘溶液(6.1.2.10), 10 mL 丁二酮肟溶液(6.1.2.11), 5 mL 乙二胺四乙酸二钠盐溶液(6.1.2.12)。每加入一种

溶液后均需摇匀，最后用水稀释至刻度，摇匀，配成含镉 0.00 μg 、5.00 μg 、10.00 μg 、15.00 μg 、20.00 μg 、25.00 μg 的标准溶液系列。5 min 后，于分光光度计上，在波长 530 nm 处，以空白试剂作参比，用 3 cm 比色皿测量溶液的吸光度，绘制出镉标准溶液的镉含量与吸光度对应的标准曲线，测试应在 30 min 内完成。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 试样溶液的制备

准确称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.1 mg) 试样(5.2)于铂金皿中，用少量水润湿，加入 10 mL 氢氟酸(6.1.2.1)、0.5 mL 高氯酸(6.1.2.2)，于低温电炉上蒸发至冒高氯酸白烟。取下冷却，再加 5 mL 氢氟酸(6.1.2.1)，于低温电炉上继续蒸发至干。取下冷却，加 5 mL 盐酸溶液(6.1.2.6)及适量水，于低温电炉上浸取至溶液澄清后，转入 100 mL 容量瓶中，控制溶液体积约为 40 mL。

加 5 mL 柠檬酸铵水溶液(6.1.2.9)，用氨水溶液(6.1.2.7)和盐酸溶液(6.1.2.6)调节溶液 pH 值为中性，依次加 2.5 mL 溴溶液(6.1.2.10)、10 mL 丁二酮肟溶液(6.1.2.11)、5 mL 乙二胺四乙酸二钠盐溶液(6.1.2.12)，每加入一种溶液后均需摇匀。最后用水稀释至刻度，摇匀。5 min 后，于分光光度计上，在波长 530 nm 处，以空白试剂作参比，用 3 cm 比色皿测量溶液的吸光度，测试应在 30 min 内完成。

6.1.4.2 空白试验

在测定的同时应进行空白试验。除在铂金皿中不加试样外，其余所用试剂及用量均与试样溶液的制备步骤相同。

6.1.4.3 分析结果的计算

镉(或硫化镉)的质量分数 w_1 ，以 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 \times 10^3} \times \alpha \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——以质量分数表示的玻璃试样中镉(或硫化镉)的含量，%；

m_1 ——标准曲线上查得试样溶液中镉的质量，单位为微克(μg)；

m_2 ——标准曲线上查得空白溶液中镉的质量，单位为微克(μg)；

m_1 ——称取玻璃试样的质量，单位为克(g)；

α ——镉折算为硫化镉的换算系数。镉为结果表述， α 为 1；以硫化镉为结果表述，则 α 为 1.546 3。

6.2 火焰原子吸收分光光度法

6.2.1 方法原理

试样经氢氟酸分解，镉全部转入试液中。将试液喷入空气-乙炔火焰中，镉离解为基态原子，对镉空心阴极灯发射的特征谱线 232.0 nm 产生选择性吸收。于原子吸收光谱仪上测定镉对波长 232.0 nm 谱线的吸光度。在一定浓度范围内，试液中镉的含量与吸光度成正比。计算试样中的镉含量。

6.2.2 试剂

6.2.2.1 氢氟酸

警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触！

密度约 1.14 g/mL，质量分数 40% 以上，优级纯。

6.2.2.2 高氯酸

密度约 1.68 g/mL, 质量分数 70%~72%, 优级纯。

6.2.2.3 硝酸

密度约 1.42 g/mL, 质量分数 65%~68%, 优级纯。

6.2.2.4 无水乙醇

密度约 0.789 g/mL, 质量分数 99%。

6.2.2.5 硝酸溶液(1+1)

6.2.2.6 硝酸溶液(1+4)

6.2.2.7 硝酸溶液(1+99)

6.2.2.8 镍标准储备溶液(含 Ni 100 μg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属镍(质量分数 99.9% 以上, 称量前先用稀硝酸洗去表面氧化物, 再用水、无水乙醇依次充分洗涤, 晾干)于烧杯中, 加入 20 mL 硝酸溶液(6.2.2.5), 加热溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀。或采用国家认可的镍标准溶液。

6.2.2.9 镍标准使用溶液(5 μg/mL)

吸取 25.00 mL 镍标准储备溶液(6.2.2.8)于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.2.3 标准曲线的绘制

准确吸取 0.00 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL 镍标准使用溶液(6.2.2.9)于一组 100 mL 容量瓶中, 依次加硝酸溶液(6.2.2.7)稀释至刻度, 摇匀。配成含镍 0.00 μg, 5.00 μg, 10.00 μg, 15.00 μg, 20.00 μg, 25.00 μg 标准溶液系列。

将原子吸收分光光度计按照表 1 所示, 设定仪器工作参数, 调整至最佳状态。采用空气-乙炔焰, 在镍空心阴极灯波长 232.0 nm 处, 测量每份标准溶液的吸光度。绘制出镍标准溶液的镍含量与吸光度对应的标准曲线。

表 1 火焰原子吸收分光光度法测定镍的测量条件

条件	参数	条件	参数
波长	232.0 nm	火焰类型	空气-乙炔
灯电流	12 mA	燃气流量	1.6 L/min
狭缝宽度	0.2 nm	助燃气流量	15.0 L/min
点灯方式	BGC-D2	燃烧头高度	7.0 mm

注: 不同型号的仪器最佳测试条件不同, 可根据仪器说明书自行设定。表 1 列出本标准采用的测试条件, 供参考。

6.2.4 分析步骤

准确称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.1 mg)试样(5.2)于铂金皿中, 用少量水润湿, 加入 10 mL 高氯酸(6.2.2.1), 0.5 mL 高氯酸(6.2.2.2), 于低温电炉上蒸发至冒高氯酸白烟。取下冷却, 再加 5 mL 高氯酸

(6.2.2.1),继续于低温电炉上蒸发至干,取下冷却,加 5 mL 硝酸溶液(6.2.2.6)于低温电炉上浸取至溶液澄清后,转入 100 mL 容量瓶中,冷却,用水稀释至刻度,摇匀,此为待测液。

于原子吸收分光光度计上,以与标准曲线相同的条件,测量试液的吸光度。在标准曲线上查得测试液中镍的含量(μg)。

6.2.5 空白试验

在测定的同时应进行空白试验。除在铂皿中不加试样外,其余测试程序、所用试剂及用量均与测定步骤相同。

6.2.6 分析结果的计算

镍(或硫化镍)质量分数 w_2 ,以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_4 \times 10^3} \times \alpha \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——以质量分数表示的玻璃试样中镍(或硫化镍)的含量,%;

m_3 ——标准曲线上查得试样溶液中镍的质量,单位为微克(μg);

m_4 ——标准曲线上查得空白溶液中镍的质量,单位为微克(μg);

m_4 ——称取玻璃试样的质量,单位为克(g);

α ——镍折算为硫化镍的换算系数。镍为结果表述, α 为 1;以硫化镍为结果表述,则 α 为 1.546 3。

7 结果表述

所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留 3 位有效数字;如果委托方供货合同或有关标准另有要求时,可按要求的位数修约。

8 精密度要求

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的偏差不得大于 10%。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 委托单位;
- 试样名称;
- 分析结果;
- 使用标准(GB/T 36269—2018);
- 与规定的分析步骤的差异(如有需要);
- 在试验中观察到的异常现象(如有需要);
- 实验室和分析日期。