

团 体 标 准

T/CCAA XX—202X

冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 镍的测定 PAN 分光光度法

Quality control and evaluation of heavy metals in tailings reservoirs and slag disposal sites of metallurgical industry—Determination of nickel in smelting slag field of metallurgical industry by PAN Spectrophotometry

（征求意见稿）

202X—XX—XX 发布

202X—XX—XX 实施

中国认证认可协会 发布

目 次

目 次	I
前 言	II
引 言	III
1 范围	5
2 规范性引用文件	5
3 术语和定义	5
4 总体要求	6
5 方法提要	6
6 试剂和材料	7
7 仪器与设备	7
8 样品制备与保存	7
9 测定步骤	7
9.1 样品前处理	7
9.2 高灵敏显色剂配置	7
9.3 波长的选择	7
9.3 pH 的选择	8
9.4 显色剂用量的选择	8
9.5 掩蔽剂	8
9.6 定量检测模型的建立	8
10 工作程序	8
附 录 A （资料性附录）	10

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本文件由中国认证认可协会提出并归口。

本文件起草单位：南京师范大学、中国标准化研究院、南京化学试剂股份有限公司、南京市产品质量监督检验院、中钢集团马鞍山矿山研究总院股份有限公司、中国计量科学研究院、生态环境部南京环境科学研究所、南京鲲腾环境科技有限公司、安徽铜冠有色金属（池州）有限责任公司、江苏省苏州环境监测中心

本文件主要起草人：王风贺、赵波、李继宁、兰韬、王志刚、周斌华、孙亚威、李书钦、巢静波、李海峰、何跃、江少杰、陆家骝

引 言

为解决水质镍的分光光度快速检测方法所依据的现行国家标准（标准号：GB/T 11910-1989）检测灵敏度已经不能满足部分地区和行业的国家最大限量排放标准要求的问题，建立一种新的高灵敏的废水中镍的分光光度快速检测方法，使得水质重金属镍的快速检测有法可依，根据《中华人民共和国环境保护法》、《国务院关于印发土壤污染防治行动计划的通知》（国发〔2016〕31号）、《污染地块环境管理办法（试行）》、《工业企业场地环境调查评估与修复工作指南（试行）》、《场地环境调查技术导则》、《污染场地风险评估技术导则》、《钢铁工业水污染物排放标准 GB 13456-2012》、《城镇污水处理厂污染物排放标准 GB18918-2002》、《陶瓷工业污染物排放标准 GB25464-2010》、《电镀污染物排放标准 GB21900-2008》等有关法律、标准和通知的规定，结合重金属镍检测的实际情况，制定本技术规范。

指南规定了环境水质重金属镍的PAN分光光度法检测的方法、内容及技术要求。

冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 镍的测定 PAN 分光光度法

1 范围

本技术规范适用于矿山选冶渣场污染水质镍的分光光度法高灵敏快速检测的方法、内容及要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 50137	城市用地分类与规划建设用地标准
GB 16889	生活垃圾填埋场污染控制标准
HJ 682	污染场地术语
HJ/T 164	地下水环境监测技术规范
HJ 25.1	场地环境调查技术导则
HJ 25.2	场地环境监测技术导则
HJ 25.3	污染场地风险评估技术导则
GB 13456-2012	钢铁工业水污染物排放标准
GB18918-2002	城镇污水处理厂污染物排放标准
GB25464-2010	陶瓷工业污染物排放标准
GB21900-2008	电镀污染物排放标准
	工业企业场地环境调查评估与修复工作指南(试行)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

显色剂 chromogenic agent

是一种在溶液中能与镍（Ⅱ）发生化学反应，形成有颜色的化合物，以达到被检测目的的试剂。

3.2

PAN: 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol

重金属镍（Ⅱ）的显色剂，在一定条件下，镍（Ⅱ）可与1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）形成砖红色配合物；通过化学修饰，还可以形成不同的PAN类的镍（Ⅱ）显色剂，可以通过分光光度法对镍（Ⅱ）进行含量检测。该方法灵敏度高、方法简便快速、准确度和重复性好。

3.3

掩蔽剂 masking agent

测定镍（Ⅱ）时，铁（Ⅱ）、铜（Ⅱ）、钒（Ⅴ）、铅（Ⅱ）等离子对测定有明显的干扰，这些共存离子可用掩蔽剂消除对测定离子的干扰。

3.4

分光光度法 spectrophotometric method

快速测定镍（Ⅱ）常用的方法，根据吸光度与被测物浓度之间的关系，确定被测物浓度的方法。

3.5

标准溶液 standard solution

指的是具有准确已知浓度的试剂溶液，在该标准中常用标准溶液绘制工作曲线或作计算标准。

3.6

样品前处理 sample pretreatment

对被测水样进行过滤、杂质去除、色度消除、干扰成分的屏蔽等处理，以使水样适用于该标准方法进行测定的过程。

3.7

回收率 recovery

指相对回收率，在空白样品中加入一定浓度的重金属镍标准品，用该标准方法测得的结果与加入值之间的比例。

3.8

相对标准偏差 relative standard deviation

由标准偏差除以相应的平均值乘100%所得值，在该检测工作中反应结果的精密度。

3.9

检出限 detection limit

能区分于噪声的最低检出浓度，检出限对应的响应值为噪声的3倍。

4 总体要求

4.1 镍的高灵敏显色剂

本项工作结合量子化学计算研究镍络合物的电子跃迁机制，进行光谱学分析，含镍水样、镍显色剂以及镍络合物的溶解性和非均相反应机理，设计、合成出适合本项目的高灵敏镍显色剂，这是本项目实现简便快捷、高灵敏检测的基础。

4.2 测定条件

选择合适的检测波长、pH值、显色剂用量以及抗干扰条件，消除常见金属离子对本实验中镍离子检测的干扰因素及强度，以及消除干扰的掩蔽剂的选择，保证本检测方法不受其它金属离子的干扰。

4.3 高灵敏定量检测模型

按照上述的优化条件，定量用标准采用基质系列标准溶液，与待测样品同步操作，得到标准曲线，建立适合于本标准的环境水质重金属镍的高灵敏检测。

4.4 检测标准

建立水污染物镍的PAN分光光度法检测标准。

5 方法提要

采用1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）及其化学修饰物检测废水中的镍离子浓度，镍与高灵敏金属离子显色剂PAN，形成稳定的桔黄色络合物，采用分光光度法检测。该方法具有仪器简单、操作方便、检测周期短等优点，是一种适用于现场检测的快速简便的分析方法。

6 试剂和材料

除非另有规定，均使用分析纯试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

6.1 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）

6.2 镍标准溶液

6.3 三乙醇胺

6.4 盐酸

6.5 氟化铵

6.6 酒石酸钾

6.7 柠檬酸铵

7 仪器与设备

7.1 分光光度计

7.2 型酸度计

7.3 分析天平：感量0.0001g和0.01g。

7.4 超声波清洗器

7.5 磁力搅拌器

8 样品制备与保存

8.1 重金属镍的样品：用 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 配成含镍 0.1 mg/ml 贮备液，进行准确标定，标明标记，保存备用。

8.2 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）：0.01 %水溶液，用水溶解后加入数滴 NaOH 至溶液变清。

9 测定步骤

9.1 样品前处理

准确量取水样，选择溶剂进行提取，备用。

9.2 高灵敏显色剂配置

PAN法虽然具有灵敏度高的特点，但是也存在有机相萃取、非均相反应，从而造成操作增加、使用便捷性降低、检测准确性受影响等缺点，因此，实现均相反应的高灵敏镍显色剂具有重要价值。配制出适合本项目的高灵敏镍显色剂，备用。

9.3 波长的选择

对镍络合物进行全波长扫描，选择紫外可见吸收曲线最佳波长络合物在560 nm作为检测波长。

9.3 pH 的选择

选择pH5-6范围以及合适的缓冲溶液。

9.4 显色剂用量的选择

0.01 %水溶液为宜。

9.5 掩蔽剂

用三乙醇胺和硫脲作为联合掩蔽剂消除铁（II）、铜（II）、钒（V）、铅（II）等离子的干扰。

9.6 定量检测模型的建立

按照上述的优化条件，定量用标准采用基质系列标准溶液，与待测样品同步操作，得到标准曲线，用仪器软件中的外标定量程序定量。

9.7 灵敏度

本方法检测水中镍离子的含量，其最低检测浓度可达 0.01mg/L。

10 工作程序

冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 镍的测定 PAN 分光光度法工作程序包括：水样前处理、干扰离子的屏蔽、被测离子显色、选择波长、定量检测。详见图1。

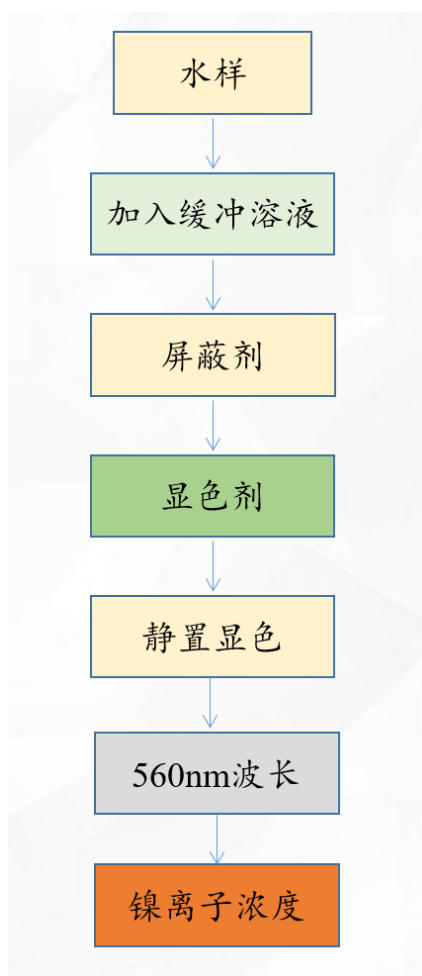


图1 工作程序示意图

附 录 A
(资料性附录)

冶金行业选冶渣场重金属质量控制和评估 镍的测定 PAN 分光光度法评估报告编写示例

- 1 概述
 - 1.1 项目背景
 - 1.2 工作内容
 - 1.3 技术路线
- 2 溶液配制方法
 - 2.1 镍溶液的配制
 - 2.2 PAN溶液的配制
3. 标准曲线
4. 结论与建议