

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 550—2015

代替 HJ 550—2009

水质 钴的测定

5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法

Water quality—Determination of cobalt—5-Cl-PADAB Spectrophotometry



2015-04-03 发布

2015-07-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公 告

2015 年 第 20 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《水质 钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法》为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号为：

《水质 钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法》(HJ 550—2015)。

以上标准自 2015 年 7 月 1 日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可登录环境保护部网站 (bz.mep.gov.cn) 查询。

自上述标准实施之日起，下列标准废止：

《水质 总钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法(暂行)》(HJ 550—2009)。

特此公告。

环境保护部
2015 年 4 月 3 日

目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	1
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	2
9 分析步骤.....	3
10 结果计算与表示.....	3
11 精密度和准确度.....	4
12 质量保证和质量控制.....	4
13 废物处理.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中钴的监测方法，制定本标准。

本标准是对《水质 总钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法》(暂行)(HJ 550—2009)的修订。

本标准首次发布于2009年，本次为第一次修订，本次修订主要对该方法的适用范围、方法原理、干扰和消除、试剂和材料、仪器设备、样品、分析步骤、结果计算与表示、精密度和准确度等内容重新进行了规定。增加了规范性引用文件、术语和定义、质量保证和质量控制等内容。

自本标准实施之日起，《水质 总钴的测定 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法(暂行)》(HJ 550—2009)废止。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准验证单位：北京市朝阳区环境保护监测站、延庆县环境保护监测站、清华大学环境质量检测中心、北京市康居环境检测站、北京华测北方检测技术有限公司、北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部2015年4月3日批准。

本标准自2015年7月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 钴的测定

5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水中溶解态钴和总钴的 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法。

本标准适用于地表水、工业废水和生活污水中钴的测定。

当取样体积为 20.0 ml 时，方法检出限为 0.009 mg/L，测定下限为 0.036 mg/L，测定上限为 0.500 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 溶解态钴

指未经酸化的样品通过 0.45 μ m 孔径滤膜后测定的钴。

3.2 总钴

指未经过滤的样品测得的钴，即样品中溶解态和悬浮态两部分钴的总和。

4 方法原理

钴与 5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯（简称 5-Cl-PADAB）反应生成紫红色络合物，在 570nm 波长处测定其吸光度，吸光值与钴浓度符合朗伯比尔定律。

5 干扰和消除

5.1 在 25 ml 显色体系中，当单一离子干扰存在时，Fe²⁺含量大于 0.1 mg 时有负干扰、Cr³⁺含量大于 0.5 μ g 时有正干扰、Cr⁶⁺含量大于 2 μ g 时有负干扰、Cu²⁺含量大于 0.5 μ g 时有负干扰。样品消解后，加入 0.5 ml 焦磷酸钠（6.12），可去除 0.3 mg Fe²⁺的干扰、1.5 μ g Cr³⁺的干扰、4 μ g Cr⁶⁺的干扰、1.5 μ g Cu²⁺的干扰。

5.2 在 25 ml 显色体系中，Fe³⁺含量大于 4 μ g 以上有正干扰。在 pH=5~6 条件下，加入适量焦磷酸钠溶液至铁棕色消失后，再加入 2.5 ml 焦磷酸钠（6.12），可去除 6 μ g Fe³⁺的干扰。

HJ 550—2015

5.3 Al^{3+} 、 Cd^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ni^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 PO_4^{3-} 、 NO_3^- 、 Br^- 、 ClO_4^- 等不干扰测定。

6 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

6.1 硝酸: $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$, 优级纯。

6.2 高氯酸: $\rho(\text{HClO}_4) = 1.67 \text{ g/ml}$, 优级纯。

6.3 盐酸: $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$, 优级纯。

6.4 硫酸: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/ml}$, 优级纯。

6.5 36%乙酸。

6.6 95%乙醇。

6.7 盐酸溶液: 1+1。

6.8 三氧化二钴: 光谱纯。

6.9 氢氧化钠: $w(\text{NaOH}) = 40\%$ 。

称取 40.0 g 氢氧化钠, 溶解于 100 ml 水中。

6.10 乙酸-乙酸钠 (HAC-NaAC) 缓冲溶液: $\text{pH} = 5 \sim 6$ 。

称取 21.0 g 无水乙酸钠, 溶解于少量水中, 加入乙酸调节 pH 至 5~6, 用水稀释至 1000 ml, 现用现配。

6.11 5-Cl-PADAB 乙醇溶液: $w(5\text{-Cl-PADAB}) = 0.05\%$ 。

称取 0.05 g 5-Cl-PADAB, 溶解于 100 ml 95% 的乙醇溶液, 贮存于棕色瓶中, 现用现配。

6.12 焦磷酸钠溶液: $w(\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 5\%$ 。

称取 5.0 g 焦磷酸钠, 溶解于水, 稀释至 100 ml, 现用现配。

6.13 钴标准贮备液: $\rho(\text{Co}) = 0.100 \text{ mg/L}$ 。

称取 0.0703 g 三氧化二钴 (6.8), 加入 5.0 ml 盐酸 (6.3) 溶解, 移入 500 ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 4℃ 下可保存至少一个月。也可采用市售有证标准物质。

6.14 钴标准使用液: $\rho(\text{Co}) = 2.00 \mu\text{g/ml}$ 。

吸取 10.00 ml 钴标准贮备液 (6.13), 移入 500 ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 现用现配。

6.15 对硝基酚溶液: $w(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = 0.2\%$ 。

称取 0.20 g 对硝基酚, 溶解于水, 稀释至 100 ml, 现用现配。

6.16 滤膜: 0.45 μm 的醋酸纤维滤膜。

7 仪器和设备

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃量器。

7.1 可见分光光度计: 配有光程为 20 mm 的比色皿。

7.2 万分之一天平。

7.3 实验室常用设备及玻璃器皿。

8 样品

8.1 样品的采集和保存

按 HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范采集水样。样品采集后, 加硫酸 (6.4) 或硝酸 (6.1) 至

pH<2, 在 0~4℃ 藏冷保存, 可保存 14 d。

注 1: 采集溶解态钴时应在加酸前先通过 0.45μm 孔径滤膜过滤。

8.2 试样的制备

采用硝酸-高氯酸消解制备试样。

吸取水样 2.00~20.0 ml (视水样中钴含量而定) 于 100 ml 烧杯中, 加入 1~2 ml 硝酸 (6.1), 盖上表面皿, 于电热板上加热煮沸 1~5 min, 取下稍冷, 加入 1~2 ml 高氯酸 (6.2) (视有机物含量多少而定), 继续加热至冒浓白烟, 并持续至溶液无黑色残渣透明为止。取下冷却后, 加入 1~2 滴对硝基酚指示剂 (6.15), 滴加 40% 氢氧化钠溶液 (6.9) 至溶液呈现黄色, 总体积不能超过 5 ml, 待测。

8.3 空白试样的制备

吸取 2.00~20.0 ml 蒸馏水于 100 ml 烧杯中, 以下步骤同 (8.2)。

9 分析步骤

9.1 工作曲线的绘制

9.1.1 消解

分别吸取钴标准使用液 (6.14) 0.00 ml、0.25 ml、0.50 ml、1.00 ml、1.50 ml、2.00 ml 于 100 ml 烧杯中, 加入蒸馏水至 5 ml 左右, 同步骤 (8.2) 进行消解处理。

9.1.2 绘制工作曲线

将消解后的标准溶液系列 (9.1.1) 分别转移至 25 ml 具塞比色管中, 转移时将小烧杯用蒸馏水洗涤 2~3 次, 洗涤液并入比色管, 总体积不能超过 8 ml。分别加入 5.0 ml 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (6.10)、0.50 ml 焦磷酸钠溶液 (6.12)、1.00 ml 5-Cl-PADAB 溶液 (6.11), 摇匀。置于沸水浴上加热 5 min, 取下, 趁热加入 10 ml (1+1) 盐酸溶液 (6.7), 用水稀释至标线, 摇匀。冷却后用 20 mm 比色皿, 于波长 570 nm 处, 以水为参比测定吸光度。以扣除试剂空白的吸光度对应钴含量绘制校准曲线。

9.2 样品分析

9.2.1 用经消解处理的水样 (8.2), 同绘制工作曲线步骤 (9.1.2) 进行测定。

注 2: 若水样中三价铁含量高, 应当适当多加焦磷酸钠溶液, 绘制工作曲线时焦磷酸钠溶液的用量应与测定水样相同。

9.2.2 空白试样分析

用经消解处理的空白试样 (8.3), 同绘制工作曲线的步骤 (9.1.2) 进行测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中钴的质量浓度 ρ 按照式 (1) 计算

$$\rho(\text{Co}) = \rho_1 - \rho_0 = \frac{y-a}{bV} - \frac{y_0-a}{bV} \quad (1)$$

式中: $\rho(\text{Co})$ —— 样品中钴的质量浓度, mg/L;

ρ_1 —— 由工作曲线查得的试样中钴的质量浓度, mg/L;

ρ_0 —— 由工作曲线查得的空白试样中钴的质量浓度, mg/L;

y ——测定试样的吸光度值；

y_0 ——测定空白试样的吸光度值；

b ——工作曲线的斜率；

a ——工作曲线的截距， μg ；

V ——水样体积，ml。

10.2 结果表示

当测量结果小于 1 mg/L 时，结果保留到小数点后三位；当测量结果大于等于 1 mg/L 时，结果保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6 家实验室分别对含钴浓度为 0.400 mg/L、2.00 mg/L、3.60 mg/L 的统一标准样品进行了平行测试：实验室内相对标准偏差分别为：0.7%~4.0%、0.9%~1.4%、0.3%~1.2%；实验室间相对标准偏差为：5.3%、0.4%、0.3%；重复性限 r 为：0.034 mg/L、0.070 mg/L、0.070 mg/L；再现性限 R 分别为：0.068 mg/L、0.073 mg/L、0.074 mg/L。

11.2 准确度

6 家实验室分别对含钴浓度为 0.141 ± 0.013 mg/L、 1.15 ± 0.08 mg/L 的标准样品进行测定：实验室内相对误差分别为 -2.1%~3.6%、-0.9%~1.7%；相对误差最终值分别为： $0.5\% \pm 0.04\%$ 、 $0.3\% \pm 0.03\%$ 。

6 家实验室分别对地表水、生活污水、工业废水样品进行了加标回收率测定：实验室内加标回收率分别为 99.7%~101%、94.3%~98.6%、94.7%~106%；实验室间加标回收率最终值分别为 $99.5\% \pm 2.0\%$ 、 $97.3\% \pm 4.6\%$ 、 $98.7\% \pm 8.2\%$ 。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品应至少做一个全程空白试验和实验室空白试验，其测定结果应低于方法检出限。

12.2 工作曲线的相关系数应 ≥ 0.999 。

12.3 每批样品应分析校准曲线中间点浓度标准溶液，其测定结果与校准曲线中间点浓度的相对偏差应 $\leq 10\%$ ，否则，需重新绘制校准曲线。

12.4 每批样品应做加标回收率测定，加标回收率应在 90%~110% 范围内。

12.5 每分析 10 个样品应进行一次平行样测定，样品数量少于 10 个时，至少进行一次平行样测定，两次平行样品分析结果相对偏差应小于 10%。

13 废物处理

实验过程中产生的废液，应放置于适当的容器中集中保存，并交由有资质的单位处理。

中华人民共和国国家环境保护标准
水质 钴的测定
5-氯-2-(吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯分光光度法
HJ 550—2015

*

中国环境出版社出版发行
(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

010-67125803

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2015年5月第1版 开本 880×1230 1/16

2015年5月第1次印刷 印张 0.75

字数 30千字

统一书号: 135111·398

定价: 13.00元

*



135111398