

原子吸收分光光度法测定地表水中的钴含量

AAS-030

摘要：本文参考“十二五”环境最新标准《水质 钴的测定》，利用原子吸收分光光度法对不同水样中钴元素的含量进行了测定。实验结果表明，火焰法原子吸收方法钴的回收率为 96.0%，线性相关系数达到 1.0000，石墨炉原子吸收方法钴的回收率为 95.8%，线性相关系数达到 0.9999，该方法操作简便，完全能满足地表水中的钴元素的分析要求。

关键词：十二五 环境 原子吸收分光光度法 地表水 钴

钴 (Co) 是人体和植物所必需的微量元素之一，研究表明，钴对铁的代谢，血红蛋白的合成，细胞的发育成熟及成熟细胞的释放等均有重要的生理功能。但是过量的钴却能产生严重的中毒现象。

我国目前还没有测定自然水体中钴元素含量的国标方法，其分析方法通常是借鉴《生活饮用水标准检验方法》中“金属指标” (GB/T5750.6-2006) 钴的无火焰原子吸收分光光度法。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，规范水体中钴的测定方法。由环境保护部科技标准司组织制定，针对环境污水废水和较清洁自然水体，由鞍山市环境监测中心站分别起草了《水质钴的测定》火焰原子吸收分光光度法和石墨炉原子吸收分光光度法。

本文参考“十二五”环境最新标准，对水中钴测定的标准进行了验证。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时，HNO₃ 试剂优级纯试剂，实验用水均为超纯水。

1.3 仪器条件及参数

配制 Co 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 火焰原子化条件参数

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Co	240.7	0.2	12	Air-C ₂ H ₂	1.6	15.0

表2 石墨炉原子化条件参数

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Co	240.7	0.2	12	120	20	1300	10	2600	3	2400	2

1.4 样品前处理

(1) 污水、废水 (火焰法)

采样后立即加入浓硝酸, 调节水样的 pH 为 1 ~ 2。量取已经酸化的水样 50.0 mL 于 250 mL 玻璃烧杯中, 加入 2.50 mL 硝酸, 在可控温电热板上加热消解, 确保样品不沸腾, 蒸至 5 mL 左右, 加入 2.50 mL 硝酸继续消解, 蒸至 1 mL 左右。取下冷却, 加入硝酸溶液 (1+99) 溶解残渣, 若有不溶沉淀应通过定量滤纸过滤至 50.0 mL 容量瓶中, 加入 2.0% 硝酸镧溶液 0.60 mL, 用硝酸溶液 (1+99) 定容至标线, 摇匀, 待测。

(2) 较清洁自然水体 (石墨炉法)

采样后立即加入浓硝酸, 调节水样的 pH 为 1 ~ 2。量取已经酸化的水样 25.0 mL 于 150 mL 玻璃烧杯中, 加入 1.50 mL 浓硝酸和 1.00 mL 过氧化氢, 在可控温电热板上加热消解, 确保样品不沸腾, 蒸至 5 mL 左右。再加入 1.50 mL 浓硝酸继续加热消解, 蒸至 1 mL 左右取下, 冷却后加入硝酸溶液 (1+99) 溶解残渣。若还有不溶沉淀存在, 应通过定量滤纸过滤, 收集所有滤液至 25.00 mL 容量瓶中, 加入 0.25 mL 硝酸镁溶液 (50 g/L), 用硝酸溶液 (1+99) 定容至标线, 摇匀, 待测。

结果讨论

2.1 火焰法测定污水中总钴含量

(1) 线性方程和检出限

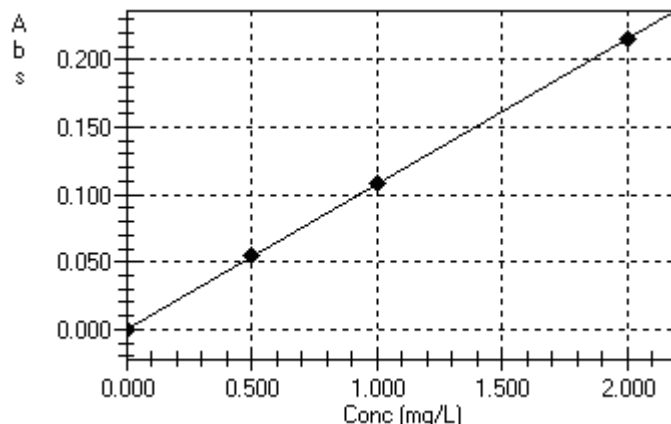


图1 火焰测定钴的标准曲线

钴的相关系数为 $r=1.0000$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 10 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限, 钴的检出限为 0.01 mg/L

(2) 样品测定结果

钴的各两个平行样，其结果见表 3。

表3 污水中钴的分析结果

元素	样品名称	测定值 (mg/L)	平均值 (mg/L)	RSD (%)
Co	1#	ND	-	-
	2#	ND		-

(3) 加标回收实验

表4 钴的回收试验结果

元素	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
Co	0	1.00	0.96	96.0

2.2 石墨炉法测定清洁水体总钴含量

(1) 线性方程和检出限

20 μ L 进样量，溶液中添加硝酸镁为基体改进剂。对钴的工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：

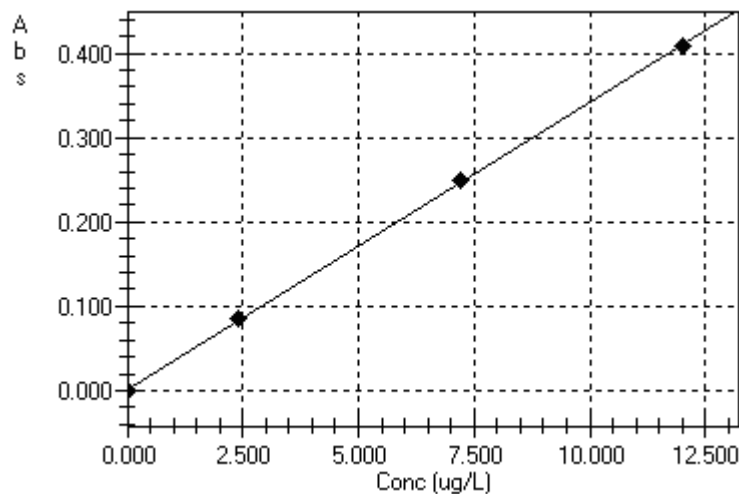


图2 石墨炉测定钴的标准曲线

钴的相关系数为 $r=0.9999$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，钴的检出限为 $0.15 \mu\text{g/L}$

(2) 样品测定结果

表5 污水中钴的分析结果

元素	样品名称	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%)
Co	1#	ND	-	-
	2#	ND		-

(3) 加标回收实验

表6 钴的回收试验结果

元素	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Co	0	2.40	2.30	95.8

结果与讨论

本方法采用电热板湿法消解地表水样品，针对不同地表水水质分别采用火焰和石墨炉原子吸收分光光度法测定了钴的含量，该方法具有分析速度快、测定结果的精确度和精密度高等特点，完全能满足环境地表水水体中的钴元素的含量分析要求。