

中华人民共和国国家标准

土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 17137—1997

Soil quality—Determination of total
chromium—Flame atomic absorption spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定土壤中总铬的火焰原子吸收分光光度法。

1.2 本标准的检出限(按称取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算)为 5 mg/kg。

1.3 干扰

1.3.1 铬是易形成耐高温氧化物的元素,其原子化效率受火焰状态和燃烧器高度的影响较大,需使用富燃性(还原性)火焰,观测高度以 10 mm 处最佳。

1.3.2 加入氯化铵可以抑制铁、钴、镍、钒、铝、镁、铅等共存离子的干扰。

2 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全分解的方法,破坏土壤的矿物晶格,使试样中的待测元素全部进入试液,并且,在消解过程中,所有铬都被氧化成 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 。然后,将消解液喷入富燃性空气-乙炔火焰中。在火焰的高温下,形成铬基态原子,并对铬空心阴极灯发射的特征谱线 357.9 nm 产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下,测定铬的吸光度。

3 试剂

本标准所使用的试剂除另有说明外,均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

3.1 盐酸(HCl): $\rho=1.19$ g/mL,优级纯。

3.2 盐酸溶液,1+1:用(3.1)配制。

3.3 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。

3.4 氢氟酸(HF): $\rho=1.49$ g/mL。

3.5 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84$ g/mL,优级纯。

3.6 硫酸溶液,1+1:用(3.5)配制。

3.7 氯化铵水溶液,质量分数为 10%。

3.8 铬标准储备液,1.000 mg/mL:准确称取 0.282 9 g 基准重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$),用少量水溶解后全量转移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。

3.9 铬标准使用液,50 mg/L:移取铬标准储备液(3.8)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水定容至标线,摇匀。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器和以下仪器。
- 4.2 原子吸收分光光度计。
- 4.3 铬空心阴极灯。
- 4.4 乙炔钢瓶。
- 4.5 空气压缩机,应备有除水、除油和除尘装置。
- 4.6 仪器参数

不同型号仪器的最佳测定条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。通常本标准采用表1中的测量条件。

表1 仪器测量条件

元 素	Cr
测定波长(nm)	357.9
通带宽度(nm)	0.7
火焰性质	还原性
次灵敏线(nm)	359.0;360.5;425.4
燃烧器高度	10 mm(使空心阴极灯光斑通过火焰亮蓝色部分)

5 样品

将采集的土壤样品(一般不少于500 g)混匀后用四分法缩分至约100 g。缩分后的土样经风干(自然风干或冷冻干燥)后,除去土样中石子和动植物残体等异物,用木棒(或玛瑙棒)研压,通过2 mm尼龙筛(除去2 mm以上的砂砾),混匀。用玛瑙研钵将通过2 mm尼龙筛的土样研磨至全部通过100目(孔径0.149 mm)尼龙筛,混匀后备用。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

准确称取0.2~0.5 g(精确至0.000 2 g)试样于50 mL聚四氟乙烯坩锅中,用少量水润湿,加入硫酸溶液(3.6)5 mL,硝酸(3.3)10 mL,静置。待剧烈反应停止后,加盖,移至电热板上加热分解1 h左右。开盖,待土壤分解物呈粘稠状时,加入5 mL氢氟酸(3.4)并中温加热除硅,为了达到良好的飞硅效果,应经常摇动坩锅。当加热至冒SO₃白烟时,加盖,使黑色有机碳化物充分分解,然后,取下坩锅,稍冷,用少量水冲洗坩锅盖和坩锅内壁,再加热将SO₃白烟赶尽并蒸至内容物呈不流动状态。取下坩锅稍冷,加水盐酸溶液(3.2)3 mL,温热溶解可溶性残渣,全量转移至50 mL容量瓶中,加入5 mL NH₄Cl溶液(3.7),冷却后定容至标线,摇匀。

由于土壤种类较多,所含有机质差异较大,在消解时,应注意观察,各种酸的用量可视消解情况酌情增减。

注意:电热板温度不宜太高,否则会使聚四氟乙烯坩锅变形。

6.2 测定

按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态,测定试液的吸光度。

6.3 空白试验

用去离子水代替试样,采用和(6.1)相同的步骤和试剂,制备全程序空白溶液,并按步骤(6.2)进行测定。每批样品至少制备2个以上的空白溶液。

6.4 校准曲线

准确移取铬标准使用液(3.9)0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL于50 mL容量瓶中,然后,分

别加入 5 mL NH_4Cl 溶液(3.7), 3 mL 盐酸溶液(3.2), 用水定容至标线, 摇匀, 其铬的含量为 0.05、1.0、2.0、3.0、4.0 mg/L。此浓度范围应包括试液中铬的浓度。按(6.2)中的条件由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的元素含量(mg/L)绘制校准曲线。

7 结果的表示

土壤样品中铬的含量 W (mg/kg)按式(1)计算:

$$W = \frac{c \cdot V}{m(1-f)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——试液的吸光度减去空白溶液的吸光度, 然后在校准曲线上查得铬的含量, mg/L;

V ——试液定容的体积, mL;

m ——称取试样的重量, g;

f ——试样中水分的含量, %。

8 精密度和准确度

多个实验室用本方法分析 ESS 系列土壤标样中铬的精密度和准确度见表 2。

表 2 方法的精密度和准确度

土壤标样	实验室数	保证值 mg/kg	总均值 mg/kg	室内相对标准偏差 %	室间相对标准偏差 %	相对误差 %
ESS-1	16	57.2±4.2	56.1	2.0	9.8	-1.9
ESS-3	18	98.0±7.1	93.2	2.3	8.3	-4.9

附 录 A
(标准的附录)
土样水分含量测定

A1 称取通过 100 目筛的风干土样 5~10 g(准确至 0.01 g),置于铝盒或称量瓶中,在 105℃烘箱中烘 4~5 h,烘干至恒重。

A2 以百分数表示的风干土样水分含量 f 按式(A1)计算:

$$f(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A1)$$

式中: f ——土样水分含量, %;

W_1 ——烘干前土样重量, g;

W_2 ——烘干后土样重量, g。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人齐文启、刘京。

本标准由中国环境监测总站负责解释。