

ICS 13.080
Z 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 17137—1997

土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法

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

1997-07-30 发布

1998-05-01 实施

国家环境总局发布

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的分析纯试剂和去离子水或等同纯度的水。

3.1 盐酸 (HCl), $\rho = 1.19 \text{ g/ml}$, 优级纯。
3.2 盐酸溶液, 1+1: 用 (3.1) 配制。
3.3 硝酸 (HNO₃), $\rho = 1.42 \text{ g/ml}$, 优级纯。
3.4 氢氟酸 (HF), $\rho = 1.49 \text{ g/ml}$ 。
3.5 硫酸 (H₂SO₄), $\rho = 1.84 \text{ g/ml}$, 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 0.2829 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。

国家环境保护局 1997-07-30 批准

1998-05-01 实施

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; 360.6; 425.4
燃烧器高度	10 mm (使空心阴极灯光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0.0002 g）试样于50 ml聚四氟乙烯坩埚中，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，应经常摇动坩埚。当加热至冒SO₂白烟时，加盖，使黑色有机碳化物充分分解，然后，取下坩埚，稍冷，用少量水冲洗坩埚盖和坩埚内壁，再加热将SO₂白烟赶尽并蒸至内容物呈不流动状态。取下坩埚稍冷，加入盐酸溶液(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埚变形。

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 NH₄Cl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) 按下式计算:

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

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	16	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 按下式计算:

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

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。