

**F-HZ-DZ-TR-0132**

土壤—铬的测定—原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中铬量的测定。

测定范围：质量分数为 50mg/kg~500mg/kg 铬。

2 原理

土壤经氢氟酸-高氯酸-硝酸消煮，溶于少量稀硝酸，用原子吸收光谱法(火焰法或石墨炉法)测量铬 357.9nm 的原子吸收。

3 试剂

3.1 氢氟酸 ( $\rho$ 1.15g/mL)，优级纯。

3.2 高氯酸 ( $\rho$ 1.66g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL)，优级纯。

3.4 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL)，优级纯。

3.5 铬标准溶液

3.5.1 铬标准贮备溶液：1mg/mL，称取 2.8289g 基准重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ )(预先在 150℃烘 2h 置于干燥器中冷却至室温)，置于 200mL 烧杯中，加水溶解，将溶液移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 铬。

3.5.2 铬标准溶液：25.0 $\mu$ g/mL，吸取 25.0mL 铬标准贮备溶液(1mg/mL)置于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 25.0 $\mu$ g 铬。

4 仪器

原子吸收光谱仪(附石墨炉)。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行空白试验。

6.2 试样的测定

试样的分解：称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于聚四氟乙烯坩埚内，加 2 滴~3 滴水湿润试样，加 10mL 氢氟酸、8mL 浓硝酸和 1mL 高氯酸，先低温(100℃)加热近 1h，然后升温至坩埚内消煮液大量冒高氯酸烟(调压变压器控制温度低于 250℃)，待坩埚内容物蒸至糊状时，取下冷却，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，继续加热再蒸发至冒尽高氯酸白烟，加 2mL 硝酸(1+1)，稍加热溶解坩埚内残留物。将坩埚内容物用水洗入 25mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

测定：调节仪器至最佳工作状态，铬的分析谱线波长为 357.9nm。待测清液用原子吸收光谱仪(火焰法或石墨炉法)进行测定。

注 1：本法对燃气、助燃气比例变化极其敏感，应注意保持燃气、助燃气比的恒定。燃烧器高度对铬的测定影响很大，应注意燃烧器高度的调整。

注 2：可用硝酸铵、硝酸镁和 EDTA 的铵盐为基体改进剂。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、1.00、3.00、5.00、10.00mL 铬标准溶液(25.0 $\mu$ g/mL)置于 25mL 容量瓶中，加 2mL 硝酸(1+1)，用水稀释至刻度，摇匀。配制成 0、1.00、3.00、5.00、10.0 $\mu$ g/mL 铬标准系列溶液。按试样分析操作步骤用原子吸收光谱仪(火焰法或石墨炉法)进行测定。并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算铬的含量，以质量分数表示：

$$w_{Cr} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k}$$

式中：

$w_{Cr}$ ——铬的质量分数，mg/kg；

$\rho$ ——测定液中铬的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\rho_0$ ——试样空白溶液中铬的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——测定液体积，mL；

$m$ ——试样质量，g；

$k$ ——水分系数。

## 8 允许偏差

表 1 平行双样允许最大相对偏差<sup>a</sup>

含量范围 mg/kg	允许最大相对偏差 %
<0.1	30
0.1~1	25
1~10	20
10~100	10
>100	5

<sup>a</sup> 引自《中国土壤元素背景值》。

## 9 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，79.