

土壤中总铬测定方法改进

任兰, 杜青

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2007)02-0058-02

采用《土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 17137-1997)测定土壤中总铬时,需用硫酸、硝酸、氢氟酸消解,再用盐酸溶液定容。由于硫酸的共沸最高温度为 317^[1],在熔样时要将硫酸产生的 SO₃ 完全赶走较困难,现用硝酸-氢氟酸-高氯酸消解土壤的标准样品和实际样品,同时消解并绘制工作曲线(简称工作曲线法),再通过标准加入法测定样品,可取得较为满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

SpectrAA 55B 型火焰原子吸收光谱仪,氘灯扣背景;铬空心阴极灯,Varian;空气压缩机;乙炔,纯度 99.5%。

标准溶液 (Cr) = 1 000 mg/L (国家标准物质研究中心);硫酸 (H₂SO₄),高氯酸 (HClO₄),盐酸 (HCl),硝酸 (HNO₃),氢氟酸 (HF),100 g/L 氯化铵。

1.2 仪器工作条件

测试参数:波长 357.9 nm,狭缝 357.9 nm,灯电流 7.0 mA,增益为 48%,空气流量 10.0 L/min,乙炔流量 4.0 L/min。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线法

2.1.1 预处理^[2]

称取 0.100 0 g~0.300 0 g 土壤样品,置于聚四氟乙烯烧杯中,加浓硝酸 10 mL,待剧烈反应停止后,移至电热板上低温加热分解。加热至 2 mL~3 mL 时,取下稍冷,加入氢氟酸 5 mL,加热至沸 10 min,取下稍冷,再加入高氯酸 2 mL~3 mL,加盖中温加热 1 h 左右,开盖除硅,蒸发至近干,残渣为灰白色。冷却,加入 1% HNO₃ 温热可溶性残渣,转至 25 mL 容量瓶中,冷却后定容,待测。

2.1.2 工作曲线绘制

选择 1 级土壤标样 GSS 系列和环境土壤标样 ESS 系列绘制工作曲线。称取土壤标准样品 0.100 0 g~0.300 0 g,与土壤样品同时预处理,定容体积为 25 mL,同时进行全程序空白试验。用工作曲线法绘制的工作曲线^[3]见表 1。

表 1 总铬标准样品的工作曲线

编号	GSS9	ESS3	ESS4	GSS5	GSS5
称样量 <i>m</i> /g	0.100 0	0.200 0	0.200 0	0.200 0	0.300 0
吸光值	0.024 1	0.045 0	0.062 9	0.071 9	0.109 0
(Cr) / (mg · L ⁻¹)	0.300 0	0.563 2	0.784 0	0.944 0	1.416
回归曲线	$Y = 0.0754x + 0.0022$				
相关系数	0.999 6				

2.2 标准加入法及工作曲线绘制

标准加入法是消除和减少某些干扰最简单、快速的校准方法^[4]。标准加入法是取相同体积的样品 3~4 份,分别加入不同浓度的标准溶液,将样品稀释至一定体积后,测定吸光度,同时绘制工作曲线,并由工作曲线换算样品的质量浓度。

SpectrAA 55B 型火焰原子吸收光谱仪设计了用标准加入法分析样品的软件程序,即绘制 1 条标准加入法曲线,可测定不同质量浓度的待测样品。

标准加入法工作曲线绘制:称取 6 份土壤样品,每份 0.200 0 g,分别加入 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.30 mg/L、0.40 mg/L、0.50 mg/L 总铬标液,并按 2.1.1 进行预处理,同时进行全程序空白试验。标准加入法的工作曲线^[5]见表 2,用工作曲线法、标准加入法和原子吸收分光光度法测定土壤样品中总铬结果见表 3。

收稿日期:2006-05-17;修订日期:2006-12-13

作者简介:任兰(1968—),女,江苏江阴人,工程师,大学,从事环境监测工作。

表 2 总铬土壤样品的标准加入法工作曲线

编号	1	2	3	4	5	6
加标量 (Cr)/(mg·L ⁻¹)	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
吸光值	0.0009	0.0449	0.0513	0.0570	0.0630	0.0676
回归曲线	Y = 0.0566x					
相关系数	0.9991					

表 3 土壤样品中总铬的分析结果 (n=3)

样品	方法	均值	保证值	RSD
		w/(mg·kg ⁻¹)	w/(mg·kg ⁻¹)	/%
标样 1	工作曲线法	56.1	57.2 ± 4.2	0.8
	标准加入法	58.0	57.2 ± 4.2	2.0
	原子吸收分光光度法	47.5	57.2 ± 4.2	12.0
标样 2	工作曲线法	74.2	75.9 ± 4.6	2.0
	标准加入法	76.2	75.9 ± 4.6	1.7
	原子吸收分光光度法	61.8	75.9 ± 4.6	13.0
标样 3	工作曲线法	103	98.0 ± 7.1	2.1
	标准加入法	95.8	98.0 ± 7.1	3.0
	原子吸收分光光度法	76.2	98.0 ± 7.1	11.0
样品 1	工作曲线法	72.3		1.4
	标准加入法	70.6		1.2
	原子吸收分光光度法	45.0		9.6
样品 2	工作曲线法	90.4		1.6
	标准加入法	87.1		1.4
	原子吸收分光光度法	57.6		9.2

3 结语

采用工作曲线法和标准加入法测定土壤中总铬,准确度较高,测定结果之间无显著性差异,平行性好。而用原子吸收分光光度法消解样品需用硫酸,增加了预处理时间,并且还需在消解液中加入氯化铵作为助熔剂和增敏剂^[3],操作繁琐,分析结果不满意。

[参考文献]

- [1] 魏复盛,齐文启. 原子吸收光谱及其在环境分析中的应用 [M]. 北京:中国环境科学出版社,1988:167-168.
- [2] 孙国明,吴敏. 火焰原子吸收分光光度法测定底泥中铜铅镍镉铬的 10 种消解方法的比较 [J]. 环境监测管理和技术,2003,15(5):32-33.
- [3] 刘荣臻. 火焰原子吸收分光光度法测定废水中的总铬 [J]. 环境监测管理和技术,2000,12(1):35.
- [4] 周世兴,李辉,张丽莉,等. 标准加入法在原子吸收分光光度法中的应用 [J]. 环境监测管理和技术,2003,15(6):41-43.
- [5] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京:中国环境科学出版社,2002.

本栏目责任编辑 张启萍

(上接第 56 页)

表 1 室内样品中氨的测定结果比较

样品号	1		2		3		4		5		6		7		8		μg
	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2													
A 法	0.736	1.79	0.650	2.27	0.682	1.70	0.618	1.70	0.919	2.50	1.06	1.23	0.618	1.25	1.22	1.69	
B 法	0.815	1.84	0.804	2.10	0.750	1.74	0.707	1.87	0.945	2.67	0.978	1.26	0.815	1.42	1.08	1.79	

3 结论

(1)将靛酚蓝分光光度法中室温下显色 1 h 改为 40℃ 水浴中显色 15 min,对方法的准确度、精密度的影响没有影响,表明改进法可行,不但结果可靠,而且可缩短分析时间。

(2)用改进方法和标准方法测定室内空气中的氨,检验结果表明,分析结果无显著性差异。

[参考文献]

- [1] 宋刚,魏勇作,张伯友,等. 新建民用建筑工程室内环境污染调查 [J]. 环境监测管理和技术,2005,17(4):23-25.
- [2] 封跃鹏,张太生. 室内空气污染概述 [J]. 环境监测管理与技术,2002,14(3):17-20.

- [3] 曾燕君,苏行. 室内空气污染调查 [J]. 环境监测管理和技术,2001,13(6):15-17.
- [4] 邢核,李国刚. 综合评价室内空气质量初探 [J]. 环境监测管理和技术,2006,18(2):35-37.
- [5] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法 [M]. 4 版. 北京:中国环境科学出版社,2003:160-164.
- [6] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南 [M]. 上册. 北京:中国环境科学出版社,1990:141-149.
- [7] 《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 北京:化学工业出版社,1994:246-268.