

微波消解-火焰原子吸收法测定农用地中的铬

1 前言

随着我国经济和社会的发展，我国土壤污染日益严重，已对土地资源可持续利用与农产品生态安全构成威胁。据报道，目前受重金属污染土地达 2000 万公顷，严重污染土地超过 70 万公顷，13 万公顷土地因镉含量超标而被迫弃耕，全国土壤环境状况总体不容乐观。

《HJ491-2009 土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》增加了微波消解的前处理方法，简化了土壤的前处理步骤，通过微波消解方法可快速检测农用地中的总铬含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪，TK-20 赶酸器，原子吸收光度计，铬空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，氢氟酸(40%)，铬标液，标准土样 GSS-5

3 实验方法

3.1 样品制备

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 尼龙筛的土样磨至全部通过 100 目（孔径 0.149 mm）尼龙筛，混匀后备用。

3.2 取样

称取 3 组样品质量为 0.2g（精确至 0.1mg），标准土样 3 组质量为 0.2g（精确至 0.1mg）

3.3 消解

分别加入 6mL 浓硝酸、2mL 浓盐酸和 2mL 的氢氟酸，同时做试剂空白，室温静置一段时间，待其反应完全后，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

| 阶段 | 温度/°C | 压力/MPa | 升温时间 | 保温时间 |
|----|-------|--------|------|------|
| 1 | 150 | 2 | 7 | 1 |
| 2 | 180 | 3 | 5 | 2 |
| 3 | 210 | 3 | 5 | 20 |

最高压力 3MPa 以内。

3.4 赶酸定容

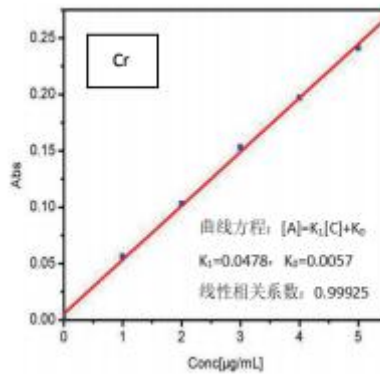
消解完成，冷却后取出消解罐，加入 2mL 高氯酸，180°C 赶至开始冒白烟，再加入 3mL 硝酸赶至近干。冷却、转移，样品定容至 50mL，标土定容至 100mL，溶液无色澄清透明。使用原子吸收检测前，使用滤纸对待测液进行过滤。

3.5 配置标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL 铬标准溶液置于 5 个 100mL 容量瓶中,用质量分数 1%硝酸溶液稀释至刻度,得到每 1mL 溶液含铬分别为 0 μ g、1 μ g、2 μ g、3 μ g、4 μ g、5 μ g 的系列标准溶液。

3.6 标准曲线

波长 357.9nm, 光谱带宽 0.2nm, 滤波系数 0.3, 灯电流 4mA, 计算方式为连续法。



4 实验结果

| 元素 | 项目 | 样品 | 标准土样 | 均称值, 不确定度区间及回收率 |
|----|--------------|-------|-------|---------------------------|
| 铬 | 含量 μ g/g | 137.6 | 113.6 | 118 \pm 7 回收率: 96.8% |
| | | 142.7 | 116.7 | |
| | | 138.1 | 112.4 | |
| | 均值 μ g/g | 139.5 | 114.2 | |
| | RSD/% | 2.02 | 1.94 | |

该土壤样品中铬含量为 139.5ppm, 测量结果的 RSD=2.02%, 重复性较好。标准品回收率为 96.8%, 证明此用此方法处理土壤样品, 元素损失较少。

参考文献

[1] HJ491-2009 土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法