

## 解决方案|碱溶液提取-火焰原子吸收法测定土壤中六价铬

铬是一种重要的环境污染物，在碱性环境中， $\text{Cr}^{6+}$ 主要以  $\text{CrO}_4^{2-}$  形态存在，极易在土壤中迁移扩散，是我国北方多发  $\text{Cr}^{6+}$  污染地下水的主要原因。2021 年，新的土壤环境质量标准《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准》(GB36600-2018) 已经正式实施，在开展环评时，其中的六价铬是必测项目。本文根据《土壤和沉淀物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法》(HJ 1082-2019)，测定土壤样品中六价铬的方法，供相关人员参考。

### 1 实验设备及试剂

AA-7050 原子吸收分光光度计 (配有 Cr 空心阴极灯)

硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ): 优级纯

碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ )

氯化镁 ( $\text{MgCl}_2$ )

磷酸氢二钾 ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )

磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

$\text{K}_2\text{HPO}_4$ -  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  缓冲溶液: 称取 87.1g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  和 68.0g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  溶于水中，稀释定容至 1L;

碱性提取溶液: 称取 30.0g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和 20.0g  $\text{NaOH}$  溶于水中，稀释定容至 1L;

重铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ): 基准试剂

称取 5.0g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  于瓷坩埚中，在  $105^\circ\text{C}$  干燥箱中烘 2h，冷却至室温，于干燥器内保存;

六价铬 ( $\text{Cr}^{6+}$ ) 标准储备液: 称取 2.829g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶于水中，稀释定容至 1L，即为 1000mg/L 储备液。

### 2 实验条件

参数设置	波长 (nm)	狭缝宽度 (nm)	燃烧头高度 (mm)	燃气流量 (L/min)	灯电流 (mA)	火焰类型
Cr	357.90	0.2	9.0	2.0	2	空气-乙炔

### 3 样品溶液制备

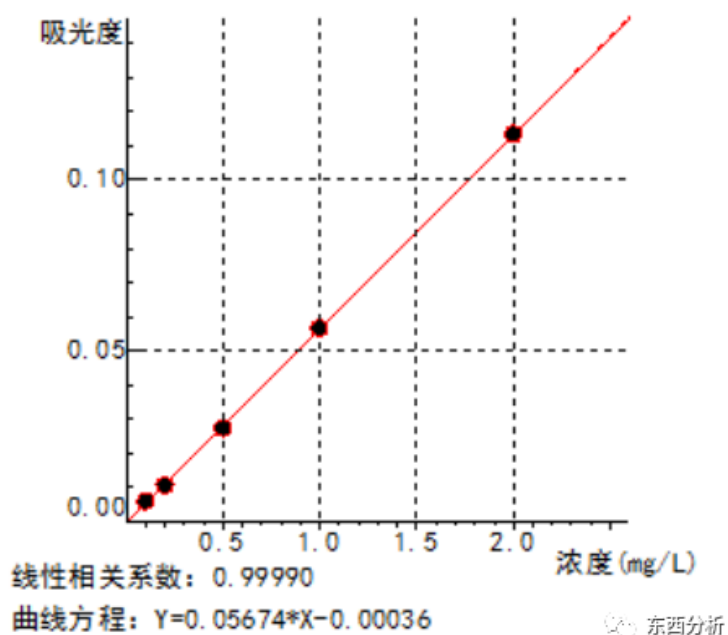
称取 5.0g (精确至 0.01g) 样品于 250mL 锥形烧杯中，加入 50.0mL 碱性提取液，再加入 400mg  $\text{MgCl}_2$  和 0.5mL  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ -  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  缓冲溶液，放入搅拌子，用聚乙烯薄膜封口，至于搅拌加热装置上，常温下搅拌 3min 后，加热至  $90\text{--}95^\circ\text{C}$ ，保持 1h，取下冷却至室温，过滤至烧杯中，用  $\text{HNO}_3$  调节溶液 pH 值至  $7.5\pm 0.5$ ，转移至 100mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度。

### 4 标准溶液配制

元素	浓度 (mg/L)				
Cr	0	0.1	0.2	0.5	1.0

东西分析

## 5 标准曲线



东西分析

## 6 结果

指标 仪器	方法检出限 (mg/kg)	线性相 关系数	原样含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	样品加标 (mg/kg)	加标回收 率%
AA-7050	0.21	0.9999	未检出	19.99	18.69	

东西分析

## 总结

实验结果表明, 标准工作曲线相关系数 0.999 以上, 并且样品回收率大于 90%, 分析结果表明, 该方法都能够满足标准的要求。

注意事项: 分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂, 实验用水为新制备的去离子水; 注意溶液中 pH, 在碱性环境, 经  $MgCl_2$  和  $K_2HPO_4-KH_2PO_4$  缓冲溶液抑制, 样品中三价铬的存在对六价铬的测定无干扰; 样品处理时一定要过滤, 防止堵塞进样管。