

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.12—2006

土壤检测 第12部分：土壤总铬的测定

Soil Testing
Part 12: Method for determination of soil total chrome

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 12 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、安徽省土壤肥料总站。

本部分主要起草人:任意、辛景树、田有国、徐爱国、张一凡、曲华。

土 壤 检 测

第 12 部分：土壤总铬的测定

1 应用范围

本部分适用于各类土壤中铬的测定。

2 方法提要

土壤经硫酸、硝酸、磷酸消化，铬的化合物转化为可溶物，用高锰酸钾将铬氧化成六价铬，过量的高锰酸钾用叠氮化钠还原除去，在酸性条件下，六价铬与二苯碳酰二肼(DPC)反应生成紫红色化合物，于波长 540 nm 处进行比色测定。

3 仪器和设备

3.1 分光光度计

3.2 离心机

3.3 电热板

4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所述溶液如未指明溶剂，均系水溶液。

4.1 硝酸(优级纯, $\rho = 1.42$)

4.2 硫酸(优级纯, $\rho = 1.84$)

4.3 磷酸(优级纯, 85%)

4.4 高锰酸钾(优级纯)

4.5 叠氮化钠(优级纯)

4.6 二苯碳酰二肼

4.7 乙醇或丙酮

4.8 铬标准贮备溶液[$\rho(\text{Cr}) = 100 \text{ mg/L}$]

称取 0.2829 g 经 110℃ 烘干 2 h 的重铬酸钾(优级纯)于小烧杯中，加少量水溶解，无损移入 1 L 容量瓶中，用水定容，即为含铬(Cr)100 mg/L 的标准贮备溶液。准确将此溶液稀释成含铬(Cr)1.00 mg/L 的标准溶液备用。

4.9 (1+1)硫酸溶液

4.10 (1+1)磷酸溶液

4.11 高锰酸钾溶液(5 g/L)

4.12 叠氮化钠溶液(5 g/L)

4.13 二苯碳酰二肼溶液(2.5 g/L)

称取二苯碳酰二肼 0.25 g 溶于 100 mL 乙醇溶液中。

5 分析步骤

5.1 试液制备

称取通过 0.149 mm 筛孔的风干试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 高型烧杯(或三角瓶)中,加几滴水湿润样品,加 1.5 mL 浓硫酸(4.2),小心摇匀,加 1.5 mL 浓磷酸(4.3),加 3 mL 硝酸(4.1),小心摇匀。盖上表面皿,置于电热板上(表面温度控制在 220℃ 以下)加热消解至冒大量白烟。这时如果土样未变白,将烧杯取下稍冷,再加 1 mL 硝酸,继续加热至冒浓白烟,直至土样变白,取下烧杯冷却,用水冲洗表面皿和烧杯壁,将烧杯内容物无损转入 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,干过滤或放置澄清或离心。同时做空白试验。

5.2 测定

准确吸取 5.00 mL 清亮试液于 25 mL 比色管中,加 1 滴~2 滴高锰酸钾溶液至紫红色,置沸水浴中煮沸 15 min,若紫红色褪去,再补加 1 滴高锰酸钾溶液至紫色不褪,摇匀。趁热滴加叠氮化钠溶液,迅速充分摇匀至紫红色刚好消失,将比色管放入冷水中迅速冷却,加 1 mL 磷酸溶液,摇匀,加水至刻度。加 2 mL 二苯碳酰二肼溶液,迅速摇匀。5 min 后,用 3 cm 比色皿于波长 540 nm 处,以标准系列溶液的零浓度为参比调节仪器零点比色,读取吸光度。

5.3 绘制校准曲线

分别吸取含铬(Cr)1.00 mg/L 的标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 25 mL 比色管中,加 1 mL(1+1)磷酸溶液、0.25 mL(1+1)硫酸溶液,摇匀,滴加 1 滴~2 滴高锰酸钾溶液(4.11)至紫红色,置沸水浴中煮沸 15 min,若紫红色褪去,再补加高锰酸钾溶液。趁热滴加叠氮化钠溶液(4.12)至紫红色刚好消失,将比色管放入冷水中迅速冷却,加水至刻度,即为含铬(Cr)0.00 μg、1.00 μg、2.00 μg、4.00 μg、6.00 μg、8.00 μg、10.00 μg 的标准系列溶液。加入二苯碳酰二肼溶液(4.13)2 mL,迅速摇匀,5 min 后与试样同条件比色。读取吸光度,绘制校准曲线或求出一元直线回归方程。

6 结果分析

$$\omega(\text{Cr}) = \frac{m_1 \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega(\text{Cr})$ ——土壤铬的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——从校准曲线上查得铬的含量,单位为微克(μg);

D ——分取倍数,定容体积/分取体积,本方法为 50/5;

m ——试样质量,单位为克(g)。

重复试验结果以算术平均值表示,保留两位小数。

7 精密度

重复试验结果允许相对相差 $\leq 8\%$ 。

8 注释

- 1) 加入磷酸掩蔽铁,使之形成无色络合物,同时也络合其他金属离子,避免一些盐类析出产生浑浊。在磷酸存在下还可以排除硝酸银、氯离子的影响。如果在氧化时或显色时出现浑浊可考虑加大磷酸的用量。
- 2) 用叠氮化钠使高锰酸钾褪色时,要逐滴加入并充分摇匀,至红色刚好褪去。
- 3) 用高锰酸钾氧化低价铬时,七价锰可能被还原为二价锰,出现棕色而影响低价铬的氧化完全,

因而应控制好溶液的酸度及高锰酸钾的用量。

- 4) 加入二苯碳酰二肼乙醇溶液后,应立即摇动,防止局部有机溶剂过量而使六价铬部分被还原为三价铬,使测定结果偏低。

中华人民共和国
国家标准
土壤 铬的测定
第一部分 火焰原子吸收分光光度法
GB 17358.1—2003
* * * * *
中华人民共和国
国家标准
土壤 铬的测定
第二部分 电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB 17358.2—2003
* * * * *
中华人民共和国
国家标准
土壤 铬的测定
第三部分 电感耦合等离子体原子荧光光谱法
GB 17358.3—2003
* * * * *
中华人民共和国
国家标准
土壤 铬的测定
第四部分 电感耦合等离子体原子荧光光谱法
GB 17358.4—2003
* * * * *
中华人民共和国
国家标准
土壤 铬的测定
第五部分 电感耦合等离子体原子荧光光谱法
GB 17358.5—2003
* * * * *

