

ICS 13.080.05

B 11

备案号:

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 1555—2010

土壤中氯离子的测定 离子色谱法

Determination of Chloride Ion Content in Soil

——Ion Chromatography Method

2010-02-09 发布

2010-04-01 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由山东省农业厅提出。

本标准由山东省农业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：济南市农业质量检测中心。

本标准起草人：田相旭、吕亮、曹建涛、姜斌、刘帅、袁青、张海洋、常芳、于成广、李斗争。

土壤中氯离子的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了用离子色谱仪测定土壤中氯离子的方法。

本标准适用于土壤中氯离子的测定。

本方法检出限为0.05mg/kg（以Cl⁻计）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经过风干、研磨后，用水振荡提取，净化柱净化，以氢氧化钾溶液为淋洗液，阴离子交换柱分离，电导检测器检测。保留时间定性，外标法定量。

4 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，实验用水均为 GB/T 6682规定的一级水。

4.1 氯离子标准溶液（ $\rho(\text{Cl}^-) = 1000\text{mg/L}$ ，水为基体）。

4.2 氯离子标准使用液：准确移取氯离子标准溶液（4.1）1mL于100mL容量瓶中，用水定容至刻度，此溶液中氯离子浓度为 $\rho(\text{Cl}^-) = 10.00\text{mg/L}$ 。

4.3 硝酸溶液： $\phi(\text{HNO}_3) = 5\%$ 。

4.4 氢氧化钾淋洗液： $c(\text{KOH}) = 4\text{mol/L}$ 。

5 仪器

本标准所用玻璃器具均应达到《化工部化学工业计量器具分级管理办法》规定的A级计量器具要求。

5.1 离子色谱仪：包括电导检测器，配有阴离子抑制器，大容量阴离子交换柱，25 μL 定量环。

5.2 分析天平：感量0.001g。

5.3 离心机：转速不低于5000r/min，配有10mL和50mL离心管。

5.4 水浴振荡器。

5.5 净化柱：On Guard[®] II μP 柱或P柱¹⁾或者同等性能的其他过滤柱。

5.6 1mL注射器。

5.7 0.22 μm 水性滤膜针头过滤器。

5.8 250mL塑料瓶

所有玻璃器皿使用前均需用 $\phi(\text{HNO}_3) = 5\%$ 的硝酸（4.3）浸泡4h，然后用水浸泡去硝酸，再用水冲洗3~5次，晾干备用。

1) On Guard[®] II μP 柱或P柱是DIONEX公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便这一标准的使用者，并不表示对该产品的认可，如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

6 分析步骤

6.1 提取

称取通过2 mm筛孔风干土壤样品5 g(精确到0.001g),放入250 mL的塑料瓶中,准确加入50mL水,用橡皮塞塞紧后置振荡器上振荡30min。

6.2 净化

取6.1中静置后的上层清液于50mL离心管中,以5000r/min以上转速离心15min。取离心液过0.22μm滤膜,然后再过On Guard II P柱或P柱,滤液直接上机测定。

6.3 仪器参考条件

6.3.1 色谱柱:氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱,如Dionex IonPac AS19 4mm×250mm(带IonPac AS19型保护柱4mm×250mm)²⁾,或性能相当的离子色谱柱。

6.3.2 淋洗液:氢氧化钾溶液,浓度为5mmol/L~32 mmol/L。梯度洗脱:5mmol/L 5min, 32 mmol/L 20min, 5mmol/L 5min。或者直接以15 mmol/L的浓度洗脱40min。

6.3.3 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器,或等效抑制装置。

6.3.4 检测器:电导检测器,检测池温度30℃。

6.3.5 淋洗液流速:1.0mL/min。

6.3.6 进样体积:25μL(可根据样品中被测离子的含量进行调整)。

6.4 测定

6.4.1 标准曲线

准确移取氯离子(Cl⁻)标准使用液(4.2)0 mL、1 mL、2 mL、5 mL、8 mL、10 mL于10 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,得到含氯离子(Cl⁻)浓度系列为:0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、8.00 mg/L、10.00 mg/L的标准溶液。依次进样,得到上述各浓度标准溶液的色谱图。以氯离子(Cl⁻)的浓度(mg/L)为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,并计算线性回归方程。

6.4.2 样品测定

6.4.2.1 空白试验

除不加试样外,试剂用量和操作步骤与6.1~6.2相同。

6.4.2.2 试液测定

用1mL注射器分别吸取空白和试样溶液,在相同工作条件下,依次注入离子色谱仪中,记录空白和试样色谱图。保留时间定性,峰面积定量。

7 结果计算

试样中氯离子(Cl⁻)的含量按公式(1)计算:

$$= \frac{(A - A_0) \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- 试样中氯离子的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- 测定用试样溶液中的氯离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- 试剂空白溶液中的氯离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- 试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 试样取样量,单位为克(g);

2) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可,如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

—试样溶液稀释倍数。

平行测定结果用算术平均值表示，保留小数点后两位数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，氯离子含量小于100mg/kg时，不得超过算术平均值的5%，氯离子含量大于等于100mg/kg时，不得超过算术平均值的3%。

附录 A
(资料性附录)
氯离子标准溶液色谱图

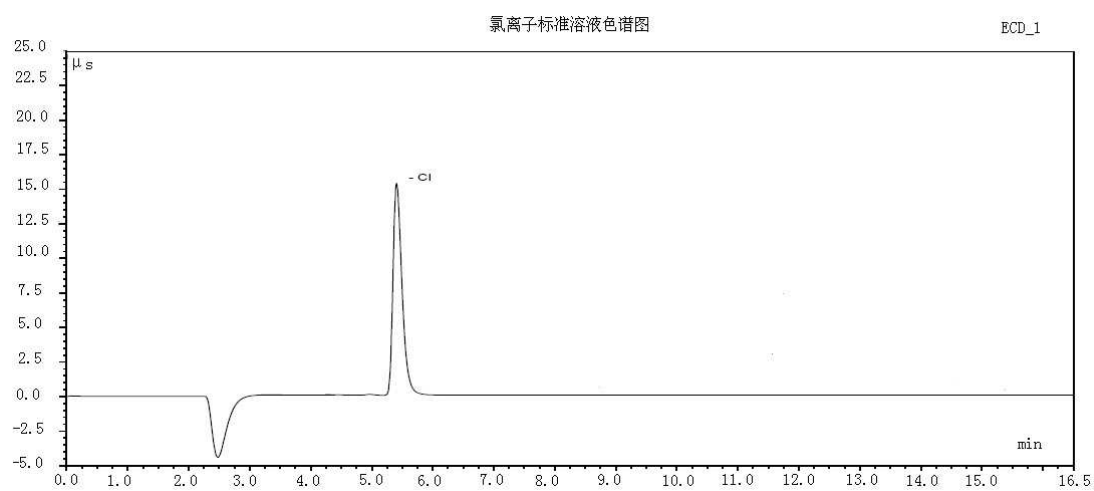


图1 氯离子标准溶液色谱图