

**F-HZ-DZ-TR-0128**

土壤—镉的测定—石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中镉量的测定。

测定范围：质量分数为 0.1mg/kg~0.4mg/kg 镉。

2 原理

土壤经氢氟酸-硝酸消煮，消煮液中的镉用石墨炉原子吸收光谱法测定。镉的分析线波长为 228.8nm。

3 试剂

3.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL)，(1+1)，优级纯。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL)，优级纯。

3.4 镉标准溶液

3.4.1 镉标准贮备溶液：100.0 $\mu$ g/mL，称取 0.1000g 高纯金属镉(99.999%)置于 100mL 烧杯中，加 10mL 硝酸(1+1)，加热溶解，用水移入 1000mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 镉。

3.4.2 镉标准溶液：2 $\mu$ g/mL，吸取 20mL 镉标准贮备溶液(100 $\mu$ g/mL)至 1000mL 容量瓶中，用硝酸(0.16mol/L)稀释至刻度，摇匀。

4 仪器

原子吸收光谱仪(附石墨炉装置)。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行空白试验。

6.2 试样的测定

称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 8mL 氢氟酸和 10mL 浓硝酸，先低温(约 100℃)消煮约 1h，然后升高温度(用调压变压器控制)，至坩埚内消煮液保持微小气泡逸出，待坩埚内容物成糊状时，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，继续加热并蒸发赶走氢氟酸，取下坩埚稍冷，往坩埚内加 2mL 硝酸(1+1)，低温加热溶解残留物。用水将坩埚内容物移入 25mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

注：镉是易挥发元素，消煮样品时严格控制温度，不能高于 250℃。

在配有石墨炉的原子吸收光谱仪上，调节仪器至最佳工作状态，倒 2mL~3mL 待测液入聚丙烯的测样管内，测量吸光度。波长为 228.8nm。

注：使用热解涂层石墨管测定样品中的镉必须应用背景校正。

6.3 工作曲线的绘制：吸取镉标准溶液(2 $\mu$ g/mL)，逐级稀释，加入与待测液相当的硝酸(1+1)使标准系列的酸度与待测液一致，分别配制 0、2.00、4.00、6.00、8.00ng/mL 标准系列溶液。以下按试样操作步骤于石墨炉原子吸收光谱仪上测定。并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算镉的含量，以质量分数表示：

$$w_{Cd} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k} \times 10^{-3}$$

式中：

$w_{Cd}$ ——镉的质量分数，mg/kg；

$\rho$ ——测定液中镉的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\rho_0$ ——试样空白溶液中镉的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——测定液体积，mL；

$m$ ——试样质量，g；

$k$ ——水分系数。

## 8 允许偏差

表 1 平行双样允许最大相对偏差<sup>a</sup>

含量范围 mg/kg	允许最大相对偏差 %
<0.1	30
0.1~1	25
1~10	20
10~100	10
>100	5

<sup>a</sup> 引自《中国土壤元素背景值》。

## 9 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，73.