

F_NCP_FL_0170

复混肥料—镉含量的测定—原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于测定镉含量小于 $2\mu\text{g/mL}$ 的试样溶液。本方法为仲裁检验方法。

2 原理

试样溶液中的镉，在空气-乙炔火焰中原子化，产生的原子蒸气吸收从镉空心阴极灯射出的特征波长 228.8nm 的光，吸光度的大小与火焰中镉基态原子浓度成正比。

3 试剂

3.1 盐酸， ρ 约 1.19g/mL

3.2 硝酸， ρ 约 1.42g/mL

3.3 盐酸溶液，1+5

3.4 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$

量取 42mL 盐酸，稀释至 1L ，混匀。

3.5 镉标准溶液， $\rho(\text{Cd})=0.1\text{mg/mL}$

称取 0.203g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot 5/2\text{H}_2\text{O}$)，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

3.6 镉标准溶液， $\rho(\text{Cd})=0.01\text{mg/mL}$

吸取 10.0mL 镉标准溶液(0.1mg/mL)于 100mL 容量瓶中，用盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$]稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含镉 $10\mu\text{g}$ ，使用时制备。

3.4 溶解乙炔或相同规格的乙炔

4 仪器设备

一般实验室仪器、设备和：

4.1 原子吸收分光光度计，配有空气-乙炔燃烧器和镉空心阴极灯；

4.1.1 钨空心阴极灯。

5 试样制备

将缩分好的样品用研磨器或研钵研磨至所有样品都通过 0.50mm 孔径筛，研磨操作要迅速，以免在研磨过程中失水或吸潮，并要防止样品过热。对易吸湿样品应在干燥手套箱中进行。将研磨后的样品充分混匀，作为试样备用。

对于潮湿肥料，可研磨至全部通过 1.00mm 孔径筛。

6 分析步骤

6.1 试样溶液的制备

称取 5g 试样，精确至 0.001g ，置于 250mL 烧杯中，加入 30mL 盐酸和 10mL 硝酸，盖上表面皿，在电热板上煮沸约 30min 后，移开表面皿继续加热，使酸全部蒸发至干，以赶尽硝酸。冷却后，加 50mL 盐酸溶液(1+5)，加热溶解，用水完全洗入 200mL 容量瓶中，冷却后加水定容至刻度，混匀。干过滤，弃去最初数毫升滤液，保留滤液供测定。

6.2 工作曲线的绘制

按表 1 所示，吸取镉标准溶液(0.01mg/mL)置于 8 个 100mL 容量瓶中，用盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$]稀释至刻度，混匀。

表 1

镉标准溶液 0.01mg/mL 体积, mL	相应镉含量, $\mu\text{g/mL}$
0	0
1.0	0.1
2.0	0.2
4.0	0.4

5.0	0.5
10.0	1.0
15.0	1.5
20.0	2.0

注：标准系列溶液的配制，可根据样品中镉含量的多少和仪器灵敏度的高低适当调整。

进行测量前，根据待测元素性质，参照仪器使用说明书，对测量所用光谱带宽、灯电流、燃烧器高度、空气-乙炔流量比进行最佳工作条件选择。

然后，于波长 228.8nm 处，采用自动背景校正装置，使用空气-乙炔氧化火焰，以镉含量为 0 的标准溶液为参比溶液，调节原子吸收分光光度计的吸光度为零后，测定各标准溶液的吸光度。每次测定之后，应用水喷雾洗涤燃烧器。

以各标准溶液的镉浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.3 测定

将试液不经稀释或吸取一定量试液置于容量瓶中经用盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$] 稀释（至刻度，混匀）作为测定用的试料溶液（待测溶液镉含量必须小于 2μg/mL）。在与系列标准溶液测定相同条件下，测得试液的吸光度，在工作曲线上查出相应的镉浓度(μg/mL)。

对于没有自动背景校正装置的原子吸收分光光度计，于波长 228.8nm 镉特征谱线处，以镉含量为 0 的标准溶液为参比溶液，测定试液吸光度，并同时测定试液在波长 226.5nm(换钨空心阴极灯)镉的非特征吸收谱线处的吸光度。镉特征谱线处测得的吸光度与镉非特征吸收谱线处的吸光度之差，即为试样中镉的吸光度。在工作曲线上查出相应的镉浓度(μg/mL)。

注：在 228.8nm 和 226.5nm 测定吸光度的全部过程中，所有操作条件应保持一致。

7 结果计算

7.1 试液不经稀释直接测量吸光度时：镉 (Cd) 含量 w_1 ，以质量分数(%)表示，按下式计算：

$$w_1 = \frac{c \times 200}{m \times 10^6} \times 100$$

式中：

c ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的浓度，μg/mL；

m ——试样的质量，g；

200——试液总体积，mL。

7.2 取一定量试液稀释至一定体积后，测量吸光度时：镉 (Cd) 含量 w_2 ，以质量分数(%)表示，按下式计算：

$$w_2 = \frac{c \times V_2}{m \cdot \frac{200}{V_1} \times 10^6} \times 100$$

式中：

c ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的浓度，μg/mL；

m ——试样的质量，g；

200——试液总体积，mL；

V_1 ——吸取一定量试液的体积，mL；

V_2 ——试料溶液总体积，mL。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果；

8 精密度

平行测定结果的相对偏差应符合表 2 要求：

表 2

镉(Cd)含量，%	允许相对偏差，%
0.005~0.0020	25
<0.002~0.0001	50
<0.0001	100

9 参考文献

GB/T 602-1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 8571-2002 复混肥料 实验室样品制备

GB/T 14539.1-1993 复混肥料中砷、镉、铅的测定 试样溶液制备

GB/T 14539.3-1993 复混肥料中镉的测定方法