

UDC 631.89 : 543.08  
G 20



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14539.3—93

---

## 复混肥料中镉的测定方法

**Determination of cadmium  
element content for compound fertilizers**

1993-12-30 发布

1994-10-01 实施

---

国家技术监督局 发布

**Determination of cadmium  
element content for compound  
fertilizers**

本标准规定原子吸收光谱法和双硫脲分光光度法测定复混肥料中镉含量。

**第一篇 原子吸收光谱法**

本方法为测定镉含量的仲裁法。

**1 主题内容与适用范围**

本标准规定了用原子吸收光谱法测定复混肥料中镉的含量。  
本标准适用于测定镉含量小于  $2\mu\text{g/mL}$  的试样溶液。

**2 引用标准**

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备  
GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

**3 方法提要**

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  $228.8\text{nm}$  的光,吸光度的大小与火焰中镉基态原子浓度成正比。

**4 试剂和材料**

分析中除另有说明,均使用分析纯试剂,所使用的水应符合 GB 6682 中三级水规格。

- 4.1 盐酸(GB 622)溶液: $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$ 。量取  $42\text{mL}$  盐酸,稀释至  $1\text{L}$ ,混匀;
- 4.2 镉标准溶液: $0.1\text{mg/mL}$ 。按 GB 602 中(4.71)条配制,此溶液  $1\text{mL}$  含镉  $100\mu\text{g}$ ;
- 4.3 镉标准溶液: $0.01\text{mg/mL}$ 。吸取  $10.0\text{mL}$  镉标准溶液(4.2)于  $100\text{mL}$  容量瓶中,用盐酸溶液(4.1)稀释至刻度,混匀。此溶液  $1\text{mL}$  含镉  $10\mu\text{g}$ 。使用时制备;
- 4.4 溶解乙炔(GB 6819),或相同规格的乙炔。

**5 仪器、设备**

一般实验室仪器、设备和:

- 5.1 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;
- 5.2 钨空心阴极灯。

## 6 分析步骤

### 6.1 工作曲线的绘制

按表 1 所示,吸取镉标准溶液(4.3)置于 8 个 100mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.1)稀释至刻度,混匀。

表 1

镉标准溶液(4.3)体积,mL	相应镉含量,μg/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。

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

### 6.2 测定

将试液不经稀释(GB/T 14539.1 中 5.2 条)或吸取一定量试液置于容量瓶中经用盐酸溶液(4.1)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 分析结果的表述

7.1 试液不经稀释直接测量吸光度时:镉(Cd)含量  $x_3$ ,以质量百分数表示,按式(1)计算:

$$x_3 = \frac{c \times 200}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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  $x_3$ ,以质量百分数表示,按式(2)计算:

$$x_3 = \frac{c \cdot V_2}{m \cdot \frac{200}{V_1}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $c$ ——由工作曲线查出的试料溶液中镉的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$m$ ——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。

## 8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;

平行测定结果的相对偏差应符合表 2 要求:

表 2

镉含量, %	允许相对偏差, %
0.005~0.002 0	25
<0.002 0~0.000 1	50
<0.000 1	100

## 第二篇 双硫脲分光光度法

### 9 主题内容与适用范围

本标准规定了用双硫脲分光光度法测定复混肥料中镉的含量。

本标准适用于测定镉含量在 0.03~25 $\mu\text{g}$  范围内的试样溶液。

### 10 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 11 方法提要

用柠檬酸铵配合试液中的钙、镁、铁、铝离子,将试液 pH 调节至接近 9,用双硫脲-三氯甲烷溶液将能与双硫脲反应的金属元素从试液中萃取出来。然后用稀盐酸反萃取出镉、铅、锌、锡等离子,使其与三氯甲烷中铜、汞、钴、镍等金属杂质分离。再将水相用氢氧化钠调节至 pH>12,用双硫脲-三氯甲烷溶液萃取,在该碱度时,锌、铅、锡等两性元素生成相应的含氧酸阴离子,不被双硫脲萃取,而镉与萃取液生成红色双硫脲镉配合物,可在波长 510nm 处,进行分光光度测定。

### 12 试剂和材料

分析中除另有说明,均使用分析纯试剂,所使用的水应符合 GB 6682 中三级水规格。

- 12.1 三氯甲烷(GB 682);
- 12.2 盐酸(GB 622)溶液: $c(\text{HCl})=0.2\text{mol/L}$ 。17mL 盐酸( $\rho 1.19$ )用水稀释至 1L,混匀;
- 12.3 柠檬酸铵溶液:500g/L;
- 12.4 氨水(GB 631),4+1 溶液;
- 12.5 双硫脲-三氯甲烷溶液:1g/L  $\text{CHCl}_3$ 。取 1g 双硫脲溶于三氯甲烷中,用三氯甲烷稀释至 1L,贮于棕色瓶中;
- 12.6 双硫脲-三氯甲烷溶液:0.02mg/mL  $\text{CHCl}_3$ 。吸取 5mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12.5)于 250mL 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,混匀。  
双硫脲稀溶液不稳定,使用时当天制备;
- 12.7 氢氧化钠(GB 629)溶液:280g/L;
- 12.8 镉标准溶液:0.1mg/mL。配制方法同 4.2 条;
- 12.9 镉标准溶液:0.005mg/mL。吸取 5.0mL 镉标准溶液(12.8)置于 100mL 容量瓶中,加 1.5mL 浓盐酸(GB 622),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含镉 5 $\mu\text{g}$ ,使用时制备;
- 12.10 百里酚蓝指示剂溶液。按 GB 603 中(4.5.12)配制;
- 12.11 脱脂棉。

### 13 仪器、设备

测定镉所用的玻璃容器,必须用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤,再以水清洗干净,干燥备用。

一般实验室仪器、设备和:

- 13.1 分光光度计:带有光程为 1cm 吸收池;
- 13.2 梨形分液漏斗:容量 125mL,带有刻度。

### 14 分析步骤

#### 14.1 工作曲线的绘制

按表 3 所示,吸取镉标准溶液(12.9)置于 6 个分液漏斗中。

表 3

镉标准溶液(12.9)体积,mL	相应镉含量, $\mu\text{g}$
0	0
1.0	5.0
2.0	10.0
3.0	15.0
4.0	20.0
5.0	25.0

于各分液漏斗中加入盐酸溶液(12.2)至溶液总体积为 40mL,再加 10mL 氢氧化钠溶液(12.7)(使溶液  $\text{pH}>12$ ),准确加入 25.0mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12.6)剧烈地振摇 1min,放置 3min,用脱脂棉塞在漏斗颈口过滤有机相,弃去最初的 5mL 滤液,用 1cm 吸收池,在波长 510nm 处,以镉含量为 0 的标准溶液为参比溶液,调节分光光度计的吸光度为零后,测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的镉含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 14.2 测定

吸取一定量的试液(GB/T 14539. 1 中 5. 2 条)(使其中含镉量小于 25 $\mu\text{g}$ )于分液漏斗中,加 4mL 柠檬酸铵溶液,用水稀释至 50mL,混匀。加 1mL 百里酚蓝指示剂,滴加氨水溶液(12. 4),使溶液由黄色变为绿蓝色为止,此时溶液 pH 约 9。加水至 125mL,用 5mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12. 5),振摇萃取 1min,分层后有机相转入到已用 2mL 三氯甲烷润湿的第二个分液漏斗中,反复操作至有机相呈深绿色为止。再用 10mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12. 6)振摇萃取 1min,分层后,有机相仍转入第二个分液漏斗中,反复操作直至第一个分液漏斗中有机相呈绿色(水相呈淡绿色)为止,再用 3mL 三氯甲烷萃取一次。

在合并全部三氯甲烷萃取液的第二个分液漏斗中,加 40mL 盐酸溶液(12. 2),振摇 1min,分层后,仔细排尽并弃去含有铜、镍、钴、汞等金属杂质的有机相。用 2mL 三氯甲烷重复萃取一次,移去所有的双硫脲液滴,小心排放,不要让酸液进入分液漏斗的活塞孔和漏斗颈。

加入 10mL 氢氧化钠溶液于水相中,使溶液 pH>12,用 25mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12. 6)萃取镉,振摇 1min,分层后,将有机相转入预先已用 2mL 相同双硫脲-三氯甲烷溶液润湿的第三个分液漏斗中,再用 10mL 双硫脲-三氯甲烷溶液重复萃取一次,有机相合并。

在第三个分液漏斗中加 40mL 盐酸溶液(12. 2),振摇 1min,分层后,仔细排出有机相并弃去,用 2mL 三氯甲烷重复萃取水相一次,尽可能移去双硫脲微粒,但决不能让酸液流过活塞孔和漏斗颈,再加 10mL 氢氧化钠溶液到水相,使溶液 pH>12。准确加入 25. 0mL 双硫脲-三氯甲烷溶液(12. 6),振摇 1min,放置 3min 使液层分离。以下按 14. 1 条规定的操作步骤,从“用脱脂棉塞在漏斗颈口……”开始,直至“……测定溶液的吸光度”为止完成测定。

注:以上分析步骤,同样适用于加入了铜、锰、锌微量元素的复混肥料中镉含量的测定。

## 15 分析结果的表述

镉(Cd)含量  $x_4$ ,以质量百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$x_4 = \frac{m_0}{m \cdot D \times 10^6} \times 100$$

$$= \frac{m_0}{m \cdot D \times 10^4} \dots\dots\dots (3)$$

式中: $m_0$ ——由工作曲线上查出的试样溶液中镉的质量, $\mu\text{g}$ ;

$m$ ——试样的质量,g;

$D$ ——测定时,所取试液体积与试液总体积之比。

## 16 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;

平行测定结果的相对偏差应符合表 4 要求:

表 4

镉含量,%	允许相对偏差,%
0. 005~0. 002 0	25
<0. 002 0~0. 000 1	50
<0. 000 1	100

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人钟凤园、赵育为、王坚。