

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1426—2025

土壤和沉积物 镉的测定 固体直接进样/石墨炉原子吸收分光光度法

Soil and sediment—Determination of cadmium—Direct solid sampling/
Graphite furnace atomic absorption spectrophotometry

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2025-12-22发布

2026-07-01实施

生态 环 境 部 发 布

目 次

前言	II
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 样品	3
7 分析步骤	3
8 结果计算与表示	4
9 准确度	5
10 质量保证和质量控制	5
11 注意事项	6
附录A (资料性附录) 方法的准确度	7

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国土壤污染防治法》《中华人民共和国海洋环境保护法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤和沉积物中镉的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中镉的固体直接进样/石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：浙江省生态环境监测中心、河南省生态环境监测和安全中心。

本标准验证单位：北京市生态环境监测中心、长沙市农产品质量监测中心、浙江省农业科学院、武汉理工大学、北京市科学技术研究院资源环境研究所、中科国联湖州质检研究院有限公司、绿城农科检测技术有限公司、北京市农林科学院草业花卉与景观生态研究所。

本标准生态环境部 2025 年 12 月 22 日批准。

本标准自 2026 年 7 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物 镉的测定

固体直接进样/石墨炉原子吸收分光光度法

警告：实验中使用的硝酸具有腐蚀性和强氧化性，溶液配制过程应在通风橱内操作，按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中镉的固体直接进样/石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于土壤和沉积物中镉的测定。

当取样量为 0.5 mg 时，方法的检出限为 0.02 mg/kg，测定下限为 0.08 mg/kg。测定上限为 2.40 mg/kg，超过此限时须调整取样量后测定。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析

GB/T 32722 土壤质量 土壤样品长期和短期保存指南

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 442.4 近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 方法原理

土壤或沉积物样品水平导入石墨炉原子化器内，经干燥、灰化、原子化，形成的镉基态原子对 228.8 nm 特征谱线产生选择性吸收，其吸光度值在一定范围内与镉含量成正比。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂，实验用水为蒸馏水或去离子水。

4.1 硝酸 (HNO_3)： $\rho=1.42 \text{ g/mL}$, $w\in[65.0\%, 68.0\%]$ 。

4.2 磷酸氢二铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$]。

4.3 磷酸二氢铵 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)。

4.4 硝酸钯 [$\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$]。

4.5 金属镉: 光谱纯。

临用前应放在干燥器中充分干燥 48 h 以上。

4.6 硝酸溶液 I。

硝酸 (4.1) 和实验用水按 1:1 的体积比混合均匀。

4.7 硝酸溶液 II。

硝酸 (4.1) 和实验用水按 1:99 的体积比混合均匀。

4.8 镉标准贮备液: ρ (Cd) =100 mg/L。

称取 0.1 g (精确至 0.1 mg) 金属镉 (4.5), 用 20 mL 硝酸溶液 I (4.6) 加热至完全溶解, 冷却后用实验用水定容至 1 L, 转入聚乙烯或聚丙烯瓶内密封, 4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准溶液。

4.9 镉标准中间液: ρ (Cd) =10.0 mg/L。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液 (4.8), 用硝酸溶液 II (4.7) 定容至 100 mL。转入聚乙烯或聚丙烯瓶中密封, 4℃以下冷藏可保存 1 a。

4.10 镉标准使用液 I: ρ (Cd) =100 μ g/L。

移取 1.00 mL 镉标准中间液 (4.9), 用硝酸溶液 II (4.7) 定容至 100 mL。转入聚乙烯或聚丙烯瓶中密封, 4℃以下冷藏可保存 30 d。

4.11 镉标准使用液 II: ρ (Cd) =500 μ g/L。

移取 5.00 mL 镉标准中间液 (4.9), 用硝酸溶液 II (4.7) 定容至 100 mL。转入聚乙烯或聚丙烯瓶中密封, 4℃以下冷藏可保存 30 d。

4.12 基体改进剂, 可选择下列方法的一种配制。

4.12.1 基体改进剂 I: ρ [(NH₄)₂HPO₄] =10 g/L。

称取 1.0 g 磷酸氢二铵 (4.2), 用实验用水溶解并定容至 100 mL。4℃以下密封冷藏, 可保存 1 a。

4.12.2 基体改进剂 II: ρ (NH₄H₂PO₄) =10 g/L。

称取 1.0 g 磷酸二氢铵 (4.3), 用实验用水溶解并定容至 100 mL。4℃以下密封冷藏, 可保存 1 a。

4.12.3 基体改进剂 III: ρ [Pd (NO₃)₂] =1 g/L。

称取 0.1 g 硝酸钯 (4.4), 加 1 mL 硝酸 (4.1) 溶解, 用实验用水定容至 100 mL。4℃以下避光密封冷藏, 可保存 1 a。也可稀释市售高浓度溶液得到。

4.13 固体标准样品: 含镉的市售土壤和沉积物有证标准物质或标准样品。

4.14 氩气: 纯度≥99.99%。

5 仪器和设备

5.1 采样容器: 聚乙烯或玻璃材质。

5.2 尼龙筛: 孔径 0.075 mm (200 目)、2 mm (10 目)。

5.3 石墨炉原子吸收分光光度计: 配有镉空心阴极灯或具有 228.8 nm 的其他光源、具有背景校正功能、原子化器水平方向可进样。

5.4 样品舟: 石墨材质, 尺寸与石墨管匹配。

5.5 石墨管: 热解涂层或平台石墨管。

5.6 分析天平: 分度值为 0.01 mg 或更优。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品采集和保存

土壤样品按照 HJ/T 166 和 GB/T 32722 的相关规定采集和保存, 沉积物样品按照 HJ/T 91、HJ 494、GB 17378.3 和 HJ 442.4 的相关规定采集和保存。

6.2 样品的制备

除去样品中的异物(枝棒、叶片、石子等), 分别按照 HJ/T 166 和 GB 17378.5 的相关要求制备土壤及沉积物样品。土壤样品一份用于测定干物质含量, 另一份用于制备试样。沉积物样品一份用于测定含水率, 另一份用于制备试样。试样过 200 目尼龙筛(5.2)后保存备用。

6.3 水分的测定

土壤样品按照 HJ 613 测定干物质含量, 沉积物样品按照 GB 17378.5 测定含水率。

7 分析步骤

7.1 仪器参考测量条件

不同型号仪器的最佳测量条件不同, 可根据仪器操作说明书调节仪器至最佳工作状态。仪器参考测量条件见表 1。

表 1 仪器参考测量条件

元素	镉(Cd)
测定波长 (nm)	228.8
灯电流 (mA)	3.0
通带宽度 (nm)	0.5
干燥温度 (℃) /保持时间 (s)	85/20、115/20、160/15
灰化温度 (℃) /保持时间 (s)	550/20
原子化温度 (℃) /保持时间 (s)	1 600/6
清除温度 (℃) /保持时间 (s)	2 400/4
原子化阶段内路气流量 (mL/min) ^a	1 350
载气	氩气
定量方法	以峰面积计
背景扣除方式	塞曼、氘灯或其他

^a分析低质量分数样品时原子化阶段关闭内路气流量。

7.2 标准曲线的建立

7.2.1 参考标准系列溶液的配制

7.2.1.1 低浓度标准系列溶液: 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 和 8.00 mL 镉标准使用液 I(4.10), 用硝酸溶液 II(4.7) 定容至 50 mL, 摆匀, 配制成当进样量为 10 μL 时镉含量为

0 pg、20.0 pg、40.0 pg、80.0 pg、120 pg 和 160 pg 的标准系列溶液。

7.2.1.2 高浓度标准系列溶液：分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 和 12.0 mL 镉标准使用液 II (4.11)，用硝酸溶液 II (4.7) 定容至 50 mL，摇匀，配制成当进样量为 10 μL 时镉含量为 0 pg、100 pg、200 pg、400 pg、800 pg 和 1 200 pg 的标准系列溶液。

7.2.2 标准曲线的建立

由低浓度到高浓度依次移取 10 μL 标准系列溶液 (7.2.1.1) 或 (7.2.1.2)、5 μL 基体改进剂 (4.12) 于样品舟 (5.4) 中，水平送入石墨管 (5.5) 内，测量吸光度。以各标准系列溶液的镉含量为横坐标，相应吸光度为纵坐标，建立低浓度或高浓度标准曲线。

注：根据实际情况也可用与待测样品基体相似、覆盖待测样品浓度范围、不少于 5 个浓度梯度的固体标准样品系列 (4.13) 建立镉的工作曲线。

7.3 试样测定

称取 0.5 mg 试样 (6.2) (精确至 0.01 mg)、加入 5 μL 基体改进剂 (4.12) 于样品舟 (5.4) 中，水平送入石墨管 (5.5) 内，按照与建立标准曲线相同的仪器条件 (7.1) 进行试样测定。

注：取样量可根据试样中镉质量分数大小适当调整，取样量范围应为 0.2 mg~1.5 mg。

7.4 空白试验

样品舟中不加试样，按照与试样测定 (7.3) 相同的步骤进行空白试验。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

8.1.1 土壤样品的结果计算

土壤中镉的质量分数按照公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m}{m_1 \times w_{dm} \times 1000} \quad (1)$$

式中：

w_1 ——土壤中镉的质量分数，mg/kg；

m ——由标准曲线查得试样中镉的含量，pg；

m_1 ——称取试样的质量，mg；

w_{dm} ——土壤样品干物质含量（质量分数）。

8.1.2 沉积物样品的结果计算

沉积物中镉的质量分数按照公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m}{m_1 \times (1 - w_{H_2O}) \times 1000} \quad (2)$$

式中：

w_2 ——沉积物中镉的质量分数，mg/kg；

m ——由标准曲线查得试样中镉的含量，pg；

m_1 ——称取试样的质量, mg;
 $w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——沉积物样品含水率(质量分数)。

8.2 结果表示

测定结果小数点后位数保留与方法检出限保持一致, 最多保留3位有效数字。

9 准确度

9.1 精密度

8家实验室分别对镉质量分数为0.35 mg/kg、0.13 mg/kg、0.28 mg/kg和2.5 mg/kg的土壤有证标准物质统一样品, 镉质量分数为0.20 mg/kg和0.76 mg/kg的沉积物有证标准物质统一样品进行了6次重复测定: 实验室内相对标准偏差范围分别为3.1%~11%、4.0%~12%、4.3%~14%、3.6%~12%、5.2%~9.5%和1.2%~12%; 实验室间相对标准偏差分别为8.1%、7.8%、6.8%、4.9%、11%和7.1%; 重复性限分别为0.10 mg/kg、0.03 mg/kg、0.08 mg/kg、0.62 mg/kg、0.04 mg/kg和0.17 mg/kg; 再现性限分别为0.12 mg/kg、0.04 mg/kg、0.09 mg/kg、0.67 mg/kg、0.07 mg/kg和0.22 mg/kg。

8家实验室分别对镉质量分数为0.11 mg/kg的环境土壤、0.37 mg/kg的污染场地土壤、0.06 mg/kg的河流沉积物和0.22 mg/kg的海洋沉积物统一实际样品进行了6次重复测定: 实验室内相对标准偏差范围分别为4.1%~17%、2.2%~7.9%、8.7%~14%和3.8%~14%; 实验室间相对标准偏差分别为6.9%、2.4%、6.8%和8.2%; 重复性限分别为0.03 mg/kg、0.06 mg/kg、0.02 mg/kg和0.06 mg/kg; 再现性限分别为0.04 mg/kg、0.06 mg/kg、0.02 mg/kg和0.08 mg/kg。

精密度结果参见附录A中表A.1。

9.2 正确度

8家实验室分别对镉质量分数为0.35 mg/kg±0.06 mg/kg、0.13 mg/kg±0.02 mg/kg、0.28 mg/kg±0.03 mg/kg和2.5 mg/kg±0.2 mg/kg的土壤有证标准物质, 镉质量分数为0.20 mg/kg±0.04 mg/kg和0.76 mg/kg±0.03 mg/kg的沉积物有证标准物质统一样品进行了6次重复测定: 相对误差范围分别为-8.6%~11%、-15%~7.7%、-7.1%~9.7%、-1.2%~15%、-20%~10%和-7.9%~11%, 相对误差最终值分别为7.0%±8.2%、5.7%±10.6%、4.4%±7.4%、6.1%±9.0%、9.4%±12.4%和6.7%±6.8%。

正确度结果参见附录A中表A.2。

10 质量保证和质量控制

- 10.1 每20个样品或每批次样品(少于20个)应至少做2个空白试验, 测定结果应低于方法检出限。
- 10.2 标准曲线应至少包含5个非零含量点, 相关系数 ≥ 0.995 。
- 10.3 每20个样品或每批次样品(少于20个)应进行1次标准系列中间点核查, 测定结果与标准值的相对误差应在±10%以内。否则, 应重新绘制标准曲线。
- 10.4 每20个样品或每批次样品(少于20个)应分析1个平行样, 平行样测定结果的相对偏差应在±25%以内。
- 10.5 每20个样品或每批次样品(少于20个)应分析1个土壤或沉积物有证标准物质, 其测定结果与标准值的相对误差应在±25%以内。

11 注意事项

11.1 当试样中镉含量超出标准曲线最高点时，应改变仪器参数建立更高浓度的标准曲线、调整试样取样量重新测定，或改用其他标准方法进行测试。

11.2 分析完高质量分数的样品后，应对样品舟进行反复空烧，直至测定结果低于方法检出限。

附录 A
(资料性附录)
方法的准确度

A.1 精密度

8家实验室对不同类型土壤和沉积物统一样品中的镉进行了测定,方法的重复性限和再现性限等精密度指标见表A.1。

表A.1 土壤和沉积物方法精密度汇总数据

样品类型	样品编号	测定平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
土壤	标样1	0.36	3.1~11	8.1	0.10	0.12
	标样2	0.12	4.0~12	7.8	0.03	0.04
	标样3	0.28	4.3~14	6.8	0.08	0.09
	标样4	2.64	3.6~12	4.9	0.62	0.67
	实际样品1	0.11	4.1~17	6.9	0.03	0.04
	实际样品2	0.37	2.2~7.9	2.4	0.06	0.06
沉积物	标样1	0.19	5.2~9.5	11	0.04	0.07
	标样2	0.76	1.2~12	7.1	0.17	0.22
	实际样品1	0.06	8.7~14	6.8	0.02	0.02
	实际样品2	0.22	3.8~14	8.2	0.06	0.08

注1: 实际土壤样品编号。1: 环境土壤; 2: 污染场地土壤。
注2: 实际沉积物样品编号。1: 河流沉积物; 2: 海洋沉积物。

A.2 正确度

8家实验室对不同类型土壤和沉积物有证标准物质中的镉进行了测定,方法的正确度指标见表A.2。

表A.2 土壤和沉积物方法正确度汇总数据

样品类型	样品编号	标准值 (mg/kg)	测定均值 (mg/kg)	相对误差范围 (%)	相对误差均值 (%)	相对误差最终值 (%)
土壤	标样1	0.35±0.06	0.36	-8.6~11	7.0	7.0±8.2
	标样2	0.13±0.02	0.12	-15~7.7	5.7	5.7±10.6
	标样3	0.28±0.03	0.28	-7.1~9.7	4.4	4.4±7.4
	标样4	2.5±0.2	2.64	-1.2~15	6.1	6.1±9.0
沉积物	标样1	0.20±0.04	0.19	-20~10	9.4	9.4±12.4
	标样2	0.76±0.03	0.76	-7.9~11	6.7	6.7±6.8