ICS

TB

团 体 标 准

T/ NAIA XXX-XXXX

标准加入法测定土壤有效钼

The standard addition method for determination of soil effective molybdenum

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布　　XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会　发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区农业勘查设计院、宁夏中科精科检测技术有限公司、宁夏回族自治区农业环境保护监测站。

本文件主要起草人：陈惠娟、吴秀玲、刘娜娜、马晶、崔安良、杨进波。

本文件为首次发布。

1 范围

本文件规定了采用标准加入法使用极谱仪测定土壤有效钼的方法。
本文件适用于土壤有效钼的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

土壤样品经草酸-草酸铵溶液浸提，加入硝酸-高氯酸破坏草酸盐，消除铁的干扰，采用伏安极谱仪测定，通过标准加入法得出试液中有效钼的含量。

5 试剂与材料

本试验方法所用试剂和水，除非另有规定外，所有试剂均为优级纯，实验用水符合GB/T 6682中规定的二级水。所述溶液未指明溶剂，均为水溶液。

5.1 硝酸（ρ（HNO_3）=1.42 g/mL）。

5.2 高氯酸（ρ（$HClO_4$）=1.76 g/mL）。

5.3 硫酸（ρ（H_2SO_4）=1.84 g/mL）。

5.4 盐酸（ρ（HCl）=1.17 g/mL）

5.5 草酸-草酸铵浸提液：称取 24.9 g 草酸铵[（NH_4）$_2C_2O_4$·H_2O]和 12.6 g 草酸（$H_2C_2O_4$· $2H_2O$）溶于水中，定容至 1 L。pH 为 3.3，定容前用酸度计调节。

5.6 苯羟乙酸（苦杏仁酸）溶液（100 g/L）：称取 10 g 苯羟乙酸 [C_6H_5CH（OH）COOH]溶于水中，定容至 100 mL。

5.7 硫酸溶液[c（1/2H_2SO_4）=12.5 mol/L]：375 mL 硫酸（5.3），缓缓注入 800 mL 水中，冷却后定容至 1L。

5.8 （1+1）盐酸溶液（*V*/*V*）：量取 25 mL 盐酸（5.4），缓缓加入 25mL 水中。

5.9 饱和氯酸钾溶液（67 g/L）：称取 67 g 氯酸钾溶解于水中，定容至 1L。

5.10 钼标准储备液（ρ（Mo）=1000 μg/mL）：购置经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

5.11　钼标准中间溶液（ρ（Mo）=10 μg/mL）：标准储备液（5.10）用水逐级稀释。

5.12　钼使用液（ρ（Mo）=1 μg/mL）：准确吸取 1 mL 钼标准中间溶液（5.11）于 50 mL 容量瓶中，水稀释至刻度，混匀。

5.13　氮气：纯度不低于 99.999 %。

6 仪器与设备

6.1　电子天平（感量 0.01 g）。

6.2　伏安极谱仪

6.3　恒温振荡箱。

6.3　数显电热板。

6.5　一般实验室常用仪器和设备。

6.6　恒温水浴锅。

7 分析步骤

准确称取过 2mm 筛的风干土 5.00g 样品，加入 50mL 草酸-草酸铵浸提液（5.5），于 25 ℃恒温振荡箱震荡 3 0min，并放置过夜。干过滤，准确吸取 1 mL 滤液于高型小烧杯中，于沸水浴中蒸发至干，取下小烧杯，冷却后，向其中滴加 10 滴硝酸（5.1），摇匀，再滴加 2 滴高氯酸（5.2），摇匀，于电热板上在较高温度下（使试液不外溅为宜），试液蒸至浓白烟冒尽，取下稍冷。向高型小烧杯中滴加 5 滴（1+1）盐酸溶液（5.8），摇匀，并于水浴锅上蒸至湿盐状，取下冷却。同时做空白试验。

8　测定

8.1 仪器操作参考条件

伏安极谱仪所需高纯氮气≥99.999 %，气压为 0.15 MPa 左右,以汞滴不掉为宜，环境温度在 25 ℃左右的恒温条件下。

伏安极谱仪在悬汞模式下（HMDE），初始吹扫时间为 180 s，峰宽为±0.05，其他条件同仪器条件，保持不变。底液中硫酸溶液、笨羟乙酸溶液、氯酸钾溶液的各浓度要严格控制，同时室内温度必须保持恒定，才能使汞滴均匀，保证峰型的稳定。

8.2 标准加入法测定试液

准确加入 5 mL 水、0.5 mL 硫酸溶液（5.7）、1 mL 笨羟乙酸溶液（5.6）、6 mL 饱和氯酸钾溶液（5.9），摇匀，放置 20 min 后，于伏安极谱仪上采用标准加入法进行测定。连续两次添加 1 μg/mL 钼标准溶液 20 μg/L，测出试液结果 c,单位为: μg/L，其相关系数在 0.990 以上。

8.3 空白试液测定

同试液相同的步骤测定空白试液。

9 结果计算和表达

土壤有效钼（Mo）含量 X（mg/kg），按照式（1）进行计算。

$$X=\frac{(c-c_0)\times V\times D}{m\times\omega_{dm}\times 1000} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

X ——土壤有效钼的质量浓度，mg/kg；

c ——测定试液中有效钼的质量浓度，μg/L；

c_0 ——测定空白试液中有效钼的质量浓度，μg/L；

V ——底液中加入 5 mL 水；

D ——分取倍数，本试验为 50/1；

m ——试样质量，g；

dm ——土壤中干物质含量，%。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 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不得超过算术平均值的 15 %。

9.2 准确度

实验室分别对有证标准物质 GBW07414、GBW07459 中的有效钼进行测定，相对误差范围为 3.7%~10%。

10 其它

当取样量为 5 g,定容体积为 50 mL 时,方法检出限为 0.007 mg/kg,定量限为 0.02 mg/kg。

11 质量保证和质量控制

11.1 每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应分析一个平行样，平行样测定结果相对相差应≤15 %。

11.2 每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应同时测定 1 个有证标准土壤样品，其测定结果与保证值的相对误差应在±15 %以内。

12 注意事项

12.1 样品消解时应注意高氯酸应在加了硝酸的情况下进行加入，以使高氯酸在硝酸的保护下进行加热，否则会引起爆燃。

12.2 样品在测定时，室内温度要恒定。

12.3 因测定时，采用的是悬汞方式，仪器室周边不可有震动。