

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.9—2006

土 壤 检 测 第 9 部分：土壤有效钼的测定

Soil Testing
Part 9: Method for determination of soil available molybdenum

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第9部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、广东省土壤肥料总站、山西省土壤肥料工作站。

本部分主要起草人:田有国、辛景树、任意、徐爱国、汤建东、王晋民、路钰。

土 壤 检 测

第 9 部分:土壤有效钼的测定

1 应用范围

本部分适用于测定各类土壤中有效钼含量。

2 方法提要

样品经草酸—草酸铵溶液浸提,用硝酸—高氯酸破坏草酸盐、消除铁的干扰,以极谱法测定。

3 仪器和设备

3.1 示波极谱仪

3.2 振荡机

3.3 塑料瓶(200 mL)

3.4 比色管(25 mL)

4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.1 高氯酸[HClO_4 , $\phi = 70\% \sim 72\%$, 优级纯]

4.2 硝酸(HNO_3 , $\rho = 1.40 \text{ g/cm}^3$, 优级纯)

4.3 草酸—草酸铵浸提剂

称取 24.9 g 草酸铵[(NH_4) $_2$ $\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 优级纯]和 12.6 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 优级纯)溶于水,定容至 1 L。酸度为 pH3.3,必要时定容前用 pH 计校准。

4.4 (1+1)盐酸溶液(优级纯)

4.5 苯羟乙酸(苦杏仁酸)溶液{ $c[\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}] = 0.5 \text{ mol/L}$ }(宜新配,勿久置)

4.6 硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2.5 \text{ mol/L}$, 优级纯]

4.7 饱和氯酸钾溶液(KClO_3)

4.8 钼标准贮备溶液[$\rho(\text{Mo}) = 0.1 \text{ g/L}$, 优级纯]

称取 0.252 2 g 钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 优级纯)溶于水,加入 1 mL 浓盐酸(优级纯),移入 1 L 容量瓶中,用水定容,即为含钼(Mo)100 mg/L 钼标准贮备溶液。

吸取此标准贮备溶液 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水定容,即为含钼(Mo)1 mg/L 的标准溶液。

分别吸取含钼(Mo)1 mg/L 的标准溶液 0.00 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,即为含钼(Mo)0.000 mg/L、0.004 mg/L、0.008 mg/L、0.012 mg/L、0.016 mg/L、0.020 mg/L 的标准系列溶液,备用。

5 分析步骤

5.1 试液制备

称取通过 2 mm 孔径筛的风干试样 5.00 g 于 200 mL 塑料瓶中,加 50 mL 草酸—草酸铵浸提剂

(4.3), 盖紧瓶塞, 振荡 0.5 h 后放置过夜, 干过滤, 同时做空白试验。

5.2 测定

吸取 1.00 mL 滤液于 25 mL 烧杯中, 在通风橱中于电热板上低温蒸发至干。取下烧杯, 向蒸干的残渣中加入 10 滴浓硝酸(4.2)和 2 滴浓高氯酸(4.1), 于电热板上, 在较高温度下蒸发, 使试液在 1 min~2 min 左右沸腾, 蒸干且烟冒尽后, 取下稍冷, 再向蒸干的残渣中加入 5 滴盐酸溶液(4.4), 在电热板上低温蒸发至湿盐状, 取下冷却后, 依次加入 1 mL 硫酸溶液(4.6)、1 mL 苯羟乙酸溶液(4.5)、8 mL 饱和氯酸钾溶液(4.7), 于极谱仪上测定。

5.3 绘制校准曲线

分别吸取 1.00 mL 含钼(Mo)0.000 mg/L、0.004 mg/L、0.008 mg/L、0.012 mg/L、0.016 mg/L、0.020 mg/L 的标准系列溶液于 6 个预先盛有 1.00 mL 浸提剂的 25 mL 烧杯中, 同时取 1.00 mL 水于另一 25 mL 烧杯中, 加 1.00 mL 浸提剂, 于电热板上低温蒸发至干, 以下步骤同样品操作。记录电流倍率和峰电流值(格或微安), 绘制校准曲线或求出一元直线回归方程。

6 结果计算

$$\omega(\text{Mo}) = \frac{m_1 \times D}{m \times 10^3} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega(\text{Mo})$ ——土壤有效钼的质量分数, 单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——从校准曲线上查得试液的含钼量, 单位为微克(μg);

m ——试样风干质量, 单位为克(g);

10^3 和 1000——换算系数;

D ——分取倍数。本试验为 20/1。

重复试验结果用算术平均值表示, 保留两位小数。

7 精密度

重复试验结果允许相对相差 $\leq 15\%$ 。

8 注释

- 1) 所用试剂须无钼。
- 2) 温度对钼的催化电流影响较大, 校准曲线和样品测定应在同一温度条件下进行。最好保持测定温度在 25℃ 左右。
- 3) 用硝酸—高氯酸作氧化剂操作时, 所用试剂必须是高纯品(也可经比对后选用适宜的分析纯试剂), 以免空白值高。
- 4) 硝酸—高氯酸作氧化剂法中, 硫酸、苯羟乙酸、氯酸钾的浓度对测定有影响, 必须严加控制。
- 5) 低温蒸至湿盐状后, 不可继续灼烧沉淀, 否则将影响消除铁的干扰效果。
- 6) 苯羟乙酸(苦杏仁酸)溶液宜新配, 勿久置。