

草酸 - 草酸铵体系浸提 - ICP-OES 法测定土壤有效态钼的含量

ICP-181

摘要：土壤中有有效钼的含量是土壤普查的主要指标之一，本文参考行业标准《土壤检测第9部分：土壤有效钼的测定》（NY/T 1121.9-2012），使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICP-9820 建立了草酸 - 草酸铵体系浸提测定土壤中有有效态钼含量的方法。结果表明，该方法检出限低，测试重复性好，分析结果准确性高，满足土壤有效态钼含量的测定要求。

关键词：ICP-OES 土壤普查 有效态钼

土壤质量事关耕地红线质量安全，通过土壤情况的全面普查，能够准确掌握土壤信息，也能为优化农业生产布局提供基础支撑。根据土壤质量科学进行农业布局，利好农业产业结构调整。

钼是植物必须的微量元素，硝酸还原酶和固氮酶的重要组成部分，参与植物体内固氮、氮的转化和氨基酸代谢过程，具有增强光合作用和提高植物抗旱、抗寒及抗病能力。植物为维持正常的代谢活动，在植物体内需要有一定含量的钼，并且土壤中钼的含量对作物有明显

影响。因此，对土壤中的有效态钼元素进行准确测定对于评价土壤质量具有重要意义。

本文根据《土壤普查土壤样品制备、保存、流转和检测技术规范》（征求意见稿）中指导的有效钼测方法，参考行业标准《土壤检测第9部分：土壤有效钼的测定》（NY/T 1121.9-2012），使用草酸 - 草酸铵体系浸提，岛津 ICP-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定土壤有效态钼元素的含量，方法准确可靠，可为土壤质量评价提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICP-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪



图 1 岛津 ICP-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICP-9820 分析条件参数

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

按照标准 NY/T 1121.9-2012 配制浸提液并对土壤样品进行处理，过程见下图 2 所示。

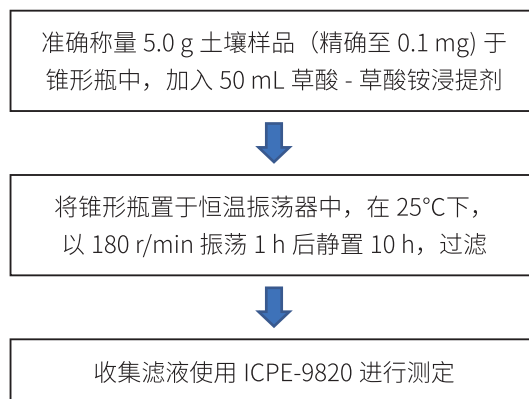


图 2 土壤有效态钼元素样品前处理过程

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用草酸 - 草酸铵浸提剂配制系列浓度为 0.00 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 、120 $\mu\text{g/L}$ 、160 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 的钼元素标准液。

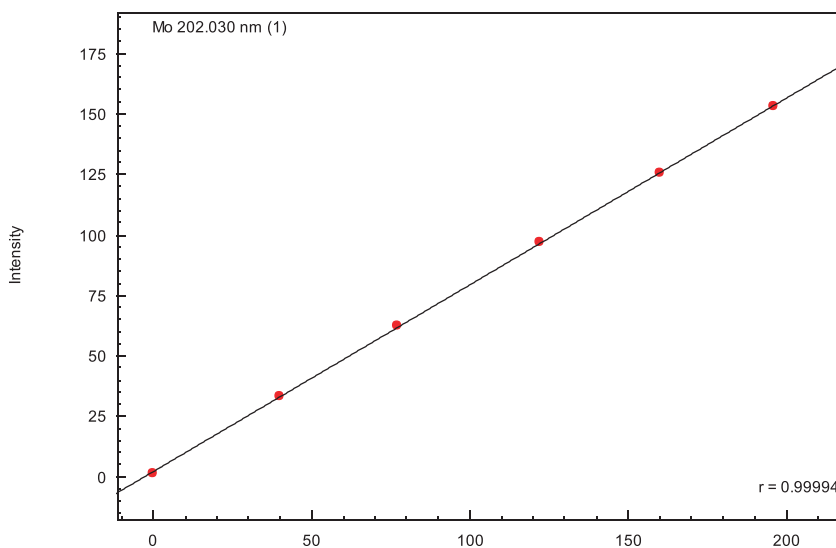


图 2 钼元素标准曲线

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按土壤样品称量 5.0 g，浸提剂 50 mL，计算方法检出限和定量限，结果见下表 2 所示。

表 2 检出限

元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	仪器定量限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
Mo	2.68	8.91	0.0268	0.0891

2.3 样品分析结果

分别对黄土土壤有效态成分分析标准物质 GBW07493 和 GBW07498 进行测定，样品有效态钼元素含量的分析结果见下表所示。

表 3 标准样品 GBW07493 和 GBW07498 有效态钼分析结果

样品	有效钼标准值 (mg/kg)	测定结果 (mg/kg)	RSD (% , n=3)
GBW07493	0.27±0.04	0.25	0.99
GBW07498	1.06±0.09	1.13	0.66

■ 结论

本文参考行业标准《土壤检测第 9 部分：土壤有效钼的测定》（NY/T 1121.9-2012），利用岛津公司 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪建立了测定土壤有效态钼元素含量的方法。结果显示：方法线性良好（ $r \geq 0.9999$ ），质控样品测试结果与标准值吻合，测定精密度好（ $RSD < 0.99\%$ ），满足土壤有效态钼元素含量测定要求，为第三次全国土壤普查提供帮助。

岛津应用云

