

草酸 - 草酸铵体系浸提 - ICP-MS 法测定土壤有效态钼的含量

ICPMS-204

摘要：土壤中有有效钼的含量是土壤普查的主要指标之一，本文参考青海省地方标准 DB 63/T 1825-2020 《土壤中有有效钼的测定 草酸 - 草酸铵浸提 - 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列建立了草酸 - 草酸铵体系浸提测定土壤中有有效态钼含量的方法。该方法优化了前处理过程，将滤液直接上机测试，缩短了前处理时间，操作简单。

关键词：ICP-MS 土壤普查 有效态钼

技术特点：

- ❖ 样品浸提后过滤直接上机测试，减少了分取蒸干等过程，操作简单且缩短了前处理时间。
- ❖ 采用内标管进样方式，减少了仪器维护频率。

钼是植物必须的微量元素，是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。植物中钼的正常含量一般为 0.1~0.5 mg/kg，当植物中钼含量低于 0.1 mg/kg 时，叶片会出现黄色大小不一的斑点甚至发育不全；当植物中钼含量高于 200 mg/kg 时，就会出现钼中毒症状，抑制植物的生长。钼在土壤中大多数以无机或者有机形态存在，一般可以分为水溶性钼、有机态钼、难溶态钼和交换态钼 4 种类型，在特定条件下可以迅速相互转换。

土壤有效钼主要是指水溶态和交换态的钼，有效

钼的含量是土壤普查的主要指标之一。常用的测试方法有分光光度法、原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法等。由于土壤中钼的含量极低，对仪器的灵敏度有较高的要求。电感耦合等离子体质谱仪，具有检出限低、多元素可同时分析等特点，可适用于土壤中有有效钼测试。

本文参考 DB 63/T 1825-2020 《土壤中有有效钼的测定 草酸 - 草酸铵浸提 - 电感耦合等离子体质谱法》，使用草酸 - 草酸铵体系浸提，将浸提液过滤后直接采用内标管进样的方法进行测试，该方法前处理简单，准确度高，适合于土壤中有有效钼含量的分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICP-MS 分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样锥	铜锥	截取锥	镍锥
采样深度	6.0 mm	碰撞气体	He
碰撞气流速	6 mL/min	池电压	-21 V
能量过滤器电压	7.0 V		

1.3 样品前处理

配制草酸 - 草酸铵浸提液：称取 24.9 g 草酸铵和 12.6 g 草酸溶于水，定容至 1 L，使用稀盐酸调节 pH=3.30。
样品处理过程见图 1 所示。同法制备空白样品溶液。

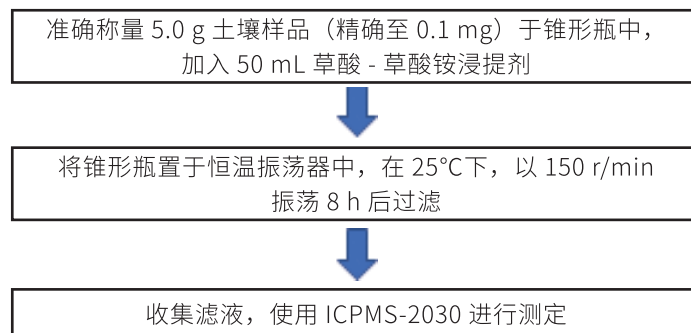


图 1 土壤有效态钼样品前处理过程

■ 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 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、60 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ 的钼元素标准液。钼元素的标准曲线见图 2，相关系数 $r=0.99992$ 。

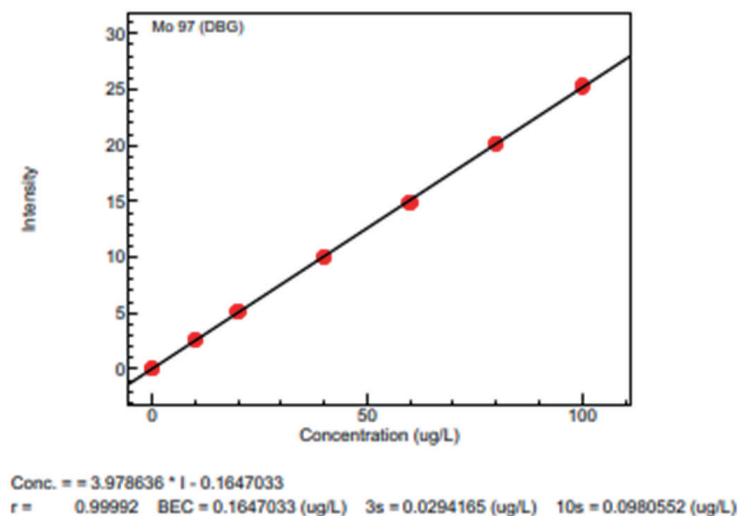


图 2 钼元素标准曲线

2.2 检出限考察

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。以土壤样品称样量 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 ($\mu\text{g/kg}$)	方法定量限 ($\mu\text{g/kg}$)
Mo	0.029	0.098	0.29	0.98

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表 3 所示。

表 3 标准样品 GBW07493 和 GBW07498 有效态钼分析结果

样品	稀释倍数	有效钼标准值 (mg/kg)	测定结果 (mg/kg)	RSD (% , n=3)
GBW07493	/	0.27±0.02	0.28	1.22
GBW07498	2	1.06±0.08	1.03	0.91

2.4 准确度和稳定性考察

分别对黄土土壤有效态成分分析标准物质 GBW07493 和 GBW07498 连续进行 30 次重复测试，质控图如图 3 和图 4。结果表明测试结果都在标准值允许误差范围内，GBW07493 的极差为 0.015 mg/kg，GBW07498 的极差为 0.05 mg/kg，RSD 值在 2.00% 以内。

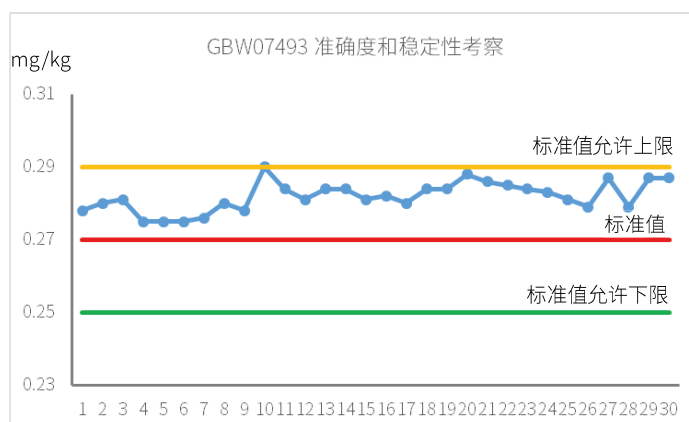


图 3 GBW07493 质控图

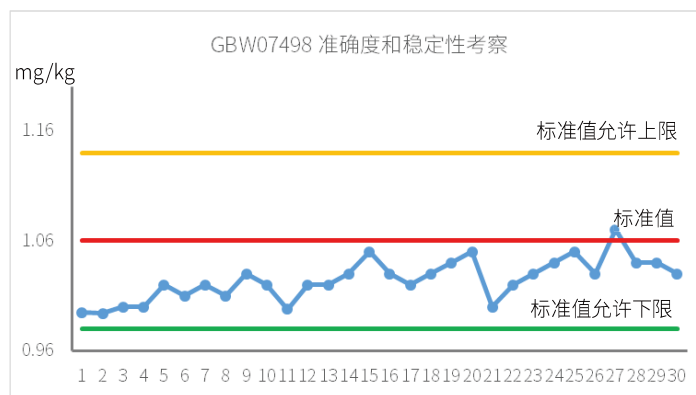


图 4 GBW07498 质控图

■ 结论

采用草酸 - 草酸铵体系浸提土壤，使用 ICPMS-2030 系列建立了直接测试过滤液中有效钼的测试方法，优化了前处理方法，操作简单且节约了前处理时间。该方法检出限低，准确度高，测试结果都在标准值允许误差范围内，稳定性好，连续 30 次重复测试，RSD 都在 2.00% 以内，适合土壤中有效钼的测试。

岛津应用云

