

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.9—2012
代替 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

2012-12-24 发布

2013-03-01 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:

- 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;
- 第19部分:土壤水稳性大团聚体组成的测定;
- 第20部分:土壤微团聚体组成的测定;
- 第21部分:土壤最大吸湿量的测定;
- 第22部分:土壤田间持水量的测定 环刀法;
- 第23部分:土粒密度的测定;

.....

本部分为《土壤检测》的第9部分。

本部分按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准与 NY/T 1121.9—2006 相比主要变化如下:

——试样消化由硝酸—高氯酸消化变为硝酸—高氯酸—硫酸消化。

本部分由农业部种植业管理司提出并归口。

本部分的负责起草单位为:全国农业技术推广服务中心、农业部肥料质量监督检验测试中心(济南)、农业部肥料质量监督检验测试中心(成都)、农业部肥料质量监督检验测试中心(杭州)、云南省土壤肥料工作站。

本部分的主要起草人:马常宝、辛景树、郑磊、任意、季天委、刘红兵、樊亚东、卢桂菊、苏光麒、杨雪兰、沈月、赵建忠。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——NY/T 1121.9—2006。

土壤检测

第9部分:土壤有效钼的测定

1 范围

本部分规定了使用极谱仪测定土壤有效钼的方法。
本部分适用于土壤有效钼含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存

3 方法提要

样品经草酸—草酸铵溶液浸提,加入硝酸—高氯酸—硫酸破坏草酸盐,消除铁的干扰,采用极谱仪测定试液波峰电流值,通过有效钼含量与波峰电流值的标准曲线计算试液中有效钼的含量。

4 仪器和设备

- 4.1 极谱仪。
- 4.2 恒温往复振荡器。
- 4.3 电热板。
- 4.4 与极谱仪配套的高型烧杯。

5 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 中规定的二级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

- 5.1 高氯酸($\rho=1.66\text{ g/mL}$,优级纯)。
- 5.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$,优级纯)。
- 5.3 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$,优级纯)。
- 5.4 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$,优级纯)。
- 5.5 草酸—草酸铵浸提剂:称取 24.9 g 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$,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。pH 为 3.3,定容前用 pH 计校准。
- 5.6 苯羟乙酸(苦杏仁酸)溶液 $\{c[\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}]=0.5\text{ mol/L}\}$:称取 7.6 g 苯羟乙酸溶于水中,定容至 100 mL,现配现用。
- 5.7 硫酸溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2.5\text{ mol/L}]$:量取 75 mL 的硫酸(5.3),缓缓注入 800 mL 水中,冷却后定容至 1 L。
- 5.8 饱和氯酸钾溶液(KClO_3):称取 6.70 g 氯酸钾(优级纯)溶于水中,定容至 100 mL。
- 5.9 钼标准贮备溶液 $[\rho(\text{Mo})=100\text{ }\mu\text{g/mL}]$:称取 0.252 2 g 钼酸钠 $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$,优级纯)溶于水中,加入 1 mL 盐酸(5.4),移入 1 L 容量瓶中,定容。

5.10 钼标准溶液[$\rho(\text{Mo})=1\ \mu\text{g}/\text{mL}$]:吸取钼标准贮备溶液(5.9)5.00 mL于500 mL容量瓶中,定容。

6 分析步骤

6.1 样品制备

按 NY/T 1121.1 的规定制备通过 2 mm 孔径筛风干土壤样品。

6.2 试液制备

称取土壤样品 5.00 g 于 200 mL 聚乙烯塑料瓶中,加入 50 mL 草酸—草酸铵浸提剂(5.5),盖紧瓶塞,在 20°C~25°C 条件下,振荡 30 min[振荡频率(180±20) r/min]后,放置 10 h,干过滤,弃去最初滤液。

6.3 试样测定

吸取 1.00 mL 滤液于高型烧杯中,于通风橱内电热板上低温蒸发至干。取下烧杯,向蒸干的残渣中依次加入 2 mL 硝酸(5.2)、4 滴高氯酸(5.1)和 2 滴硫酸(5.3),然后置于通风橱内已预热的电热板(温度约 250°C)上,加热至白烟消失,取下烧杯冷却。依次加入 1 mL 硫酸溶液(5.7)、1 mL 苯羟乙酸溶液(5.6)、8 mL 饱和氯酸钾溶液(5.8)摇匀,30 min 后用极谱仪测定。如试样中有效钼含量超出标准曲线范围时,应用浸提剂稀释试液后重新测定。

6.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤按 6.2 和 6.3 操作。

6.5 标准曲线绘制

6.5.1 分别吸取钼标准溶液(5.10)(0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00)mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。即为含钼(Mo)(0.000、0.005、0.010、0.020、0.030、0.040) $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列溶液。

6.5.2 分别吸取 1.00 mL 含钼(Mo)(0.000、0.005、0.010、0.020、0.030、0.040) $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列溶液于 6 个预先盛有 1.00 mL 草酸—草酸铵浸提剂(5.5)的高型烧杯中,于通风橱内电热板上低温蒸发至干。其他步骤按 6.3 操作。标准曲线和试样测定应在同一温度条件下进行。加入硫酸、苯羟乙酸、饱和氯酸钾后的试液,应在 3.5 h 内完成测定。

6.5.3 以钼质量(μg)为横坐标,相应的波峰电流值为纵坐标,绘制标准曲线。

7 结果计算

土壤有效钼(Mo)含量 ω 以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0) \times D}{m \times 10^3} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——从标准曲线上查得空白溶液的含钼量,单位为微克(μg);

m_1 ——从标准曲线上查得试样溶液的含钼量,单位为微克(μg);

m ——风干试样质量,单位为克(g);

10^3 和 1000 ——换算系数;

D ——分取倍数。本试验为 50/1。

平行测定结果用算术平均值表示,保留两位小数。

8 精密度

平行测定结果允许相对相差 $\leq 15\%$ 。