

F-HZ-DZ-TR-0105

土壤—全钼的测定—石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中全钼量的测定。

测定范围：质量分数为 0.2mg/kg~5mg/kg 钼。

2 原理

土壤经硝酸-高氯酸消煮后，各种形态钼均被溶解。在 0.31mol/L 硝酸介质中，用石墨炉原子吸收光谱法测定钼。

3 试剂

3.1 高氯酸(ρ 1.66g/mL 优级纯)。

3.2 硝酸(ρ 1.42g/mL, 优级纯), (1+1)。

3.3 钼标准溶液

3.3.1 钼标准贮备溶液：100.0 μ g/mL，称取 0.1500g 预先在 500 $^{\circ}$ C 灼烧过的三氧化钼(MoO₃, 光谱纯)溶于 10mL 氢氧化钠(1mol/L)中，用 1mol/L 盐酸酸化，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 钼。

3.3.2 钼标准溶液：1.00 μ g/mL，吸取 5.00mL(100 μ g/mL)钼标准贮备溶液于 500mL 容量中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00 μ g 钼。

4 仪器与设备

4.1 微波消煮炉。

4.2 原子吸收光谱仪(附石墨炉)。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤做空白试验。

6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于 30mL 聚四氟乙烯坩埚内，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 10mL 浓硝酸和 5mL 高氯酸，低温(约 110 $^{\circ}$ C)加热约 1h，接着升温(约 200 $^{\circ}$ C，用调压变压器控制)蒸至糊状。取下坩埚，稍冷，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，继续蒸至糊状。取下坩埚，向坩埚中加 2mL 硝酸(1+1)，低温加热溶解残渣。将坩埚内容物用水移入 50mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

6.2.2 测量吸光度：吸取清液，于石墨炉原子吸收分光光度计上(按仪器的最佳工作条件)测定钼的吸光度。波长为 313.3nm。从工作曲线上查出相应的钼量。

6.3 工作曲线的绘制：吸取含量约为试样中钼含量 1 倍~1.5 倍的钼标准溶液(1mL 含 1.00 μ g 钼)，置于聚四氟乙烯坩埚中，按操作步骤与试样同样进行测定，并绘制标准工作曲线。

7 结果计算

按下式计算钼的含量，以质量分数表示：

$$w_{\text{Mo}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k} \times 10^{-3}$$

式中：

w_{Mo} ——钼的质量分数，mg/kg；

ρ ——从工作曲线上查得测定液中钼的质量浓度，ng/mL；

ρ_0 ——从工作曲线上查得试样空白溶液中钼的质量浓度，ng/mL；

V ——测定液体积，mL；

m ——试样质量，g；

k ——水分系数。

8 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996. 56.