

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.9—2023

代替 NY/T 1121.9—2012

## 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

2023-02-17 发布

中华人民共和国农业农村部

发布





目 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 样品 ..... 1

5 示波极谱法 ..... 1

6 电感耦合等离子体质谱法 ..... 3

7 电感耦合等离子体发射光谱法 ..... 5

8 质量保证和控制 ..... 6

附录 A (资料性) 从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据 ..... 7

附录 B (资料性) 电感耦合等离子体质谱仪器参考工作条件 ..... 8

附录 C (资料性) 电感耦合等离子体发射光谱仪器参考工作条件 ..... 9

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件是 NY/T 1121《土壤检测》的第9部分。NY/T 1121 已经发布了以下部分：

- 第1部分：土壤样品的采集、处理和储存；
- 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：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；
- 第24部分：土壤全氮的测定 自动定氮仪法；
- 第25部分：土壤有效磷的测定 连续流动分析仪法。

本文件代替 NY/T 1121.9—2012《土壤检测 第9部分：土壤有效钼的测定》，与 NY/T 1121.9—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要变化如下：

- a) 增加了术语和定义、样品的采集、保存和制备；
- b) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法；
- c) 依据 GB/T 6379.2—2004 的要求给出了重复性限和再现性限；
- d) 增加了质量保证和控制；
- e) 增加了相关附录。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部农田建设管理司提出并归口。

本文件起草单位：农业农村部耕地质量监测保护中心、河南广电计量检测有限公司、农业农村部肥料质量监督检验测试中心（成都）、农业农村部肥料质量监督检验测试中心（杭州）。

本文件主要起草人：李建兵、张闪烁、曲潇琳、郑磊、王红叶、邓峤、王小琳、蓝家田、陈思力、于子坤、郭

玉明、崔萌、薛思远、陈素贤、马振海、刘新、王琴琴。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——NY/T 1121.9—2006、NY/T 1121.9—2012；

——本次为第二次修订。





## 土壤检测

### 第9部分：土壤有效钼的测定

**警示——**使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了土壤中有效钼的3种测定方法:示波极谱法(POL)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)和电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)。

本文件适用于土壤有效钼含量的测定。

当称样量为5.00 g、浸提剂草酸-草酸铵溶液为50 mL时:示波极谱法检出限为0.01 mg/kg,测定下限为0.04 mg/kg;电感耦合等离子体质谱法检出限为0.002 mg/kg,测定下限为0.008 mg/kg;电感耦合等离子体发射光谱法检出限为0.02 mg/kg,测定下限为0.08 mg/kg。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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、处理和储存

#### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

##### 3.1

**土壤有效钼** **soil available molybdenum**

土壤中能够被植物吸收的钼。在本文件规定的条件下能够被草酸-草酸铵缓冲溶液浸提出来的钼。

#### 4 样品

##### 4.1 样品采集与保存

土壤样品的采集和保存按照 NY/T 1121.1 规定的方法进行。样品采集、运输和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

##### 4.2 样品的制备

按 NY/T 1121.1 的规定制备通过 2 mm 孔径尼龙筛风干土壤样品,处理好的样品保存备用。

#### 5 示波极谱法

##### 5.1 原理

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,采用极谱仪测定样品溶液波峰电流值,通过溶液中钼含量与波峰电流值的标准曲线计算样品中有效钼的含量。

##### 5.2 试剂和材料

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。

5.2.1 高氯酸  $\rho=1.66\text{ g/mL}$ ,优级纯。

- 5.2.2 硝酸  $\rho=1.42$  g/mL, 优级纯。
- 5.2.3 硫酸  $\rho=1.84$  g/mL, 优级纯。
- 5.2.4 盐酸  $\rho=1.19$  g/mL, 优级纯。
- 5.2.5 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ , 优级纯。
- 5.2.6 草酸 $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ , 优级纯。
- 5.2.7 氨水, 优级纯。
- 5.2.8 苯羟乙酸(苦杏仁酸) $[\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}]$ , 优级纯。
- 5.2.9 氯酸钾 $(\text{KClO}_3)$ , 优级纯。
- 5.2.10 钼酸钠 $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ , 优级纯。
- 5.2.11 草酸-草酸铵浸提剂: 称取 24.9 g 草酸铵(5.2.5)和 12.6 g 草酸(5.2.6)溶于水, 定容至 1 L。溶液 pH 为 3.3, 定容前用 pH 计校准, 必要时用草酸(5.2.6)和氨水(5.2.7)调整酸碱度。
- 5.2.12 苯羟乙酸(苦杏仁酸)溶液(0.5 mol/L): 称取 7.6 g 苯羟乙酸(5.2.8)溶于水中, 定容至 100 mL, 现用现配。
- 5.2.13 硫酸溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2.5 \text{ mol/L}]$ : 量取 136 mL 的硫酸(5.2.3), 缓缓注入 800 mL 水中, 冷却后定容至 1 L。
- 5.2.14 饱和氯酸钾溶液 $(\text{KClO}_3)$ : 称取 6.70 g 氯酸钾(5.2.9)溶于水中, 定容至 100 mL。
- 5.2.15 钼标准储备溶液 $[\rho(\text{Mo})=100 \text{ mg/L}]$ : 称取 0.252 2 g 钼酸钠(5.2.10)溶于水中, 加入 1 mL 盐酸(5.2.4), 移入 1 L 容量瓶中, 定容。或可购买市售有证标准物质。
- 5.2.16 钼标准工作溶液 $[\rho(\text{Mo})=1 \text{ mg/L}]$ : 吸取钼标准储备溶液(5.2.15)5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中, 用水定容。

### 5.3 仪器设备

- 5.3.1 示波极谱仪。
- 5.3.2 恒温往复式振荡器。
- 5.3.3 分析天平: 感量为 0.000 1 g。
- 5.3.4 分析天平: 感量为 0.01 g。
- 5.3.5 电热板。
- 5.3.6 pH 计: 分度为 0.01 pH。
- 5.3.7 聚乙烯塑料瓶: 200 mL。
- 5.3.8 高型烧杯: 50 mL。
- 5.3.9 尼龙筛: 2 mm 孔径。

### 5.4 试验步骤

#### 5.4.1 样品溶液制备

称取土壤样品 5 g(精确至 0.01 g)于 200 mL 聚乙烯塑料瓶中, 加入 50.00 mL 草酸-草酸铵浸提剂(5.2.11), 盖紧瓶塞, 在温度 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 条件下, 振荡 30 min[振荡频率 $(180 \pm 20) \text{ r/min}$ ]后, 放置 10 h, 干过滤, 弃去最初滤液, 待测。

#### 5.4.2 校准曲线的绘制

分别吸取钼标准工作溶液(5.2.16) 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用水定容。即为含钼 0 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.020 mg/L、0.030 mg/L、0.040 mg/L 的系列标准溶液。分别吸取 1.00 mL 上述系列标准溶液于 6 个预先盛有 1.00 mL 草酸-草酸铵浸提剂(5.2.11)的高型烧杯中, 于通风橱内电热板上低温(温度约  $150^\circ\text{C}$ )蒸发至干。其他步骤按 5.4.3 操作。加入硫酸、苯羟乙酸、饱和氯酸钾的试液, 应在 3.5 h 内完成测定。

以钼质量( $\mu\text{g}$ )为横坐标、相应的波峰电流值为纵坐标, 绘制标准曲线。



5.4.3 测定

吸取 1.00 mL 滤液(5.4.1)于高型烧杯中,通风橱内电热板上(温度约 150 ℃)蒸发至干。取下烧杯,向蒸干的残渣中依次加入 2 mL 硝酸(5.2.2)、4 滴高氯酸(5.2.1)和 2 滴硫酸(5.2.3),然后置于通风橱内已预热的电热板(温度约 250 ℃)上,加热至白烟消失,取下烧杯冷却。依次加入 1 mL 硫酸溶液(5.2.13)、1 mL 苯羟乙酸溶液(5.2.12)、8 mL 饱和氯酸钾溶液(5.2.14)摇匀,30 min 后用极谱仪测定。

5.4.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤按 5.4.3 操作。

5.5 试验数据处理

土壤有效钼含量以质量分数  $w$  计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(1)计算。

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

式中:

- $m_1$  ——从标准曲线上查得样品溶液含钼量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$  ——从标准曲线上查得空白溶液含钼量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $D$  ——分取倍数,本试验为 50/1;
- $m$  ——称取风干样品质量的数值,单位为克(g);
- $10^3$  和 1 000 ——换算系数。

平行测定结果用算数平均值表示,保留 2 位小数。

5.6 精密度

重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ )统计分析结果见附录 A 中的表 A.1。

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在表 1 给出的水平范围内,其绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 1 所列方程式计算。

表 1 示波极谱仪法测定土壤中有效钼含量的精密度

单位为毫克每千克

项目	范围或水平( $m$ )	重复性限( $r$ )	再现性限( $R$ )
有效钼	0.069 5~0.241 6	$r=0.173\ 8m+0.011\ 9$	$R=0.220\ 0m+0.027\ 3$

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在表 1 给出的水平范围内,其绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 1 所列方程式计算。

6 电感耦合等离子体质谱法

6.1 原理

土壤样品用草酸-草酸铵缓冲溶液浸提过滤后,滤液直接用电感耦合等离子体质谱仪检测。

试样由载气带入雾化系统进行雾化后,目标元素以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道,在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离,转化成带电荷的正离子经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据离子的质荷比进行分离并定性、定量分析。在一定浓度范围内,离子的质荷比所对应的响应值与其浓度成正比。

6.2 试剂和材料

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。

- 6.2.1 硝酸溶液(1+99):用硝酸(5.2.2)配置成体积比为 1:99 的硝酸溶液。
- 6.2.2 硝酸溶液(2+98):用硝酸(5.2.2)配置成体积比为 2:98 的硝酸溶液。
- 6.2.3 内标储备液[ $\rho(\text{Rh})=100\ \text{mg/L}$ ]:宜选用<sup>103</sup>Rh 为内标元素。
- 6.2.4 内标使用液[ $\rho(\text{Rh})=1\ \text{mg/L}$ ]:用硝酸溶液(6.2.1)稀释内标储备液(6.2.3)配制成内标标准使

用液。由于不同仪器使用的蠕动泵管管径不同,在线加入内标时,加入的浓度也不同,因此在配制内标标准使用液时应使内标元素在试样中的浓度为 10 μg/L~50 μg/L。

6.2.5 调谐液( $\rho=1\text{ }\mu\text{g/L}$ ):推荐选用含有 Li、Co 和 Bi 等元素的溶液为质谱仪的调谐溶液。

6.2.6 氩气,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.2.7 氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.2.8 其他试剂和材料同 5.2。

6.3 仪器设备

6.3.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS):能够扫描的质量范围为 5 amu~250 amu,分辨率在 10%峰高处的峰宽应介于 0.6 amu~0.8 amu。

6.3.2 其他仪器设备同 5.3.2~5.3.9。

6.4 试验步骤

6.4.1 样品溶液制备

同 5.4.1。

6.4.2 校准曲线的绘制

分别吸取钼标准工作溶液(5.2.16)0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用草酸-草酸铵浸提剂(5.2.11)定容,即为含钼 0 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L、80.0 μg/L 和 100.0 μg/L 的系列标准溶液。

以钼的质量浓度为横坐标、以响应值和内标响应值的比值为纵坐标,建立校准曲线。电感耦合等离子体质谱仪器参考工作条件见附录 B。

6.4.3 测定

样品溶液测定前,用硝酸溶液(6.2.2)冲洗系统直至信号降至最低,待分析信号稳定后才可开始测定。样品溶液测定时,应加入内标溶液(6.2.4)。若样品溶液中待测目标元素浓度超出标准曲线范围,须经稀释后重新测定,稀释液使用草酸-草酸铵浸提剂(5.2.11)。

6.4.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同 6.4.3 操作。

6.5 试验数据处理

土壤有效钼含量以质量分数  $w$  计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(2)计算。

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times D}{m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\rho$  ——从标准曲线上查得样品溶液含钼量的数值,单位为微克每升(μg/L);
- $\rho_0$  ——从标准曲线上查得空白溶液含钼量的数值,单位为微克每升(μg/L);
- $V$  ——样品浸提体积的数值,本试验为 50 mL;
- $D$  ——样品溶液的稀释倍数;
- $m$  ——称取风干样品质量的数值,单位为克(g)。

平行测定结果用算数平均值表示,保留 2 位小数。

6.6 精密度

重复性限和再现性限见表 2,结果处理同 5.6。统计分析结果见表 A.2。

表 2 电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效钼含量的精密度

单位为毫克每千克

项目	范围或水平( $m$ )	重复性限( $r$ )	再现性限( $R$ )
有效钼	0.067 9~0.241 2	$r=0.109\ 9m+0.004\ 3$	$R=0.276\ 3m-0.002\ 6$

## 7 电感耦合等离子体发射光谱法

### 7.1 原理

样品用草酸-草酸铵缓冲溶液浸提,滤液经过酸加热消解破坏草酸盐的影响后,进一步浓缩消解液,溶液进入等离子体发射光谱仪的雾化器中被雾化,由氩载气带入等离子体火炬中,目标元素在等离子体火炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线。特征谱线的强度与样品溶液中待测元素的含量在一定范围内成正比。

### 7.2 试剂和材料

7.2.1 高氯酸  $\rho=1.66\text{ g/mL}$ ,优级纯。

7.2.2 其他试剂和材料同 5.2。

### 7.3 仪器设备

7.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):波长测定范围  $170\text{ nm}\sim 785\text{ nm}$ ,可自动校正波长。

7.3.2 其他仪器设备同 5.3.2~5.3.9。

### 7.4 试验步骤

#### 7.4.1 样品溶液制备

准确移取滤液(5.4.1)25.00 mL 于 50 mL 高型烧杯中,在电热板上(温度约  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ )加热至剩余 5 mL 左右,加入 3 mL 硝酸(5.2.2)、1 mL 高氯酸(7.2.1),继续加热(温度约  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ )至近干,待有机物分解完全后,趁热加入 5 mL 硝酸溶液(6.2.2)冲洗杯壁,微热至溶液清亮,将溶液无损移入 10 mL 比色管中,用水定容后摇匀,干过滤,待测。

#### 7.4.2 校准曲线的绘制

标准溶液配制同 6.4.2。

以钼的质量浓度为横坐标、以发射强度值为纵坐标,建立校准曲线。电感耦合等离子体发射光谱仪器参考工作条件见附录 C。

#### 7.4.3 测定

待仪器稳定至最佳工作条件,按照与建立标准曲线(7.4.2)相同的仪器条件和操作步骤进行样品溶液的测定。

#### 7.4.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤按 7.4.3 操作。

### 7.5 试验数据处理

土壤有效钼含量以质量分数  $w$  计,单位为毫克每千克( $\text{mg/kg}$ ),按公式(3)计算。

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_2}{m \times V_3} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho$  ——从标准曲线上查得样品溶液含钼量的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$  ——从标准曲线上查得空白溶液含钼量的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$  ——样品滤液体积的数值,本试验为 50 mL;

$V_2$  ——消解后定容体积的数值,本试验为 10 mL;

$m$  ——称取风干样品质量的数值,单位为克(g);

$V_3$  ——消解取样体积的数值,本试验为 25 mL。

平行测定结果用算术平均值表示,保留 2 位小数。

### 7.6 精密度

重复性限和再现性限见表 3,结果处理同 5.6。统计分析结果见表 A.3。

表 3 电感耦合等离子体光谱法测定土壤中有效钼含量的精密度

单位为毫克每千克

项目	范围或水平( $m$ )	重复性限( $r$ )	再现性限( $R$ )
有效钼	0.060 8~0.231 4	$r=0.159\ 4m+0.002\ 8$	$R=0.243\ 9m-0.011\ 7$

8 质量保证和控制

8.1 空白

每批样品至少做 2 个空白试验,空白值应低于方法检出限。

8.2 校准曲线

每次分析应建立校准曲线,其相关系数应 $>0.999$ 。每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品/批)样品,应分析 1 个校准曲线中间浓度点,其测定结果与实际浓度值相对偏差应 $\leq 10\%$ ,否则应查找原因或重新建立校准曲线。

8.3 平行样

每 20 个样品或每批样品至少测定 5%平行双样,样品数量少于 20 个时,应至少测定 1 个平行双样,2 次平行测定结果允许相对相差应 $\leq 15\%$ 。

8.4 准确度

每 20 个样品或每批次样品至少分析 1 个土壤有证标准物质或实验室质控样品,标准物质测定值需要落在可控制范围内。

附 录 A  
(资料性)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

精密度协作试验方法重复性限、再现性限统计结果见表 A.1～表 A.3。

表 A.1 示波极谱法测定土壤中有效钼含量重复性限和再现性限统计分析结果

标准物质或协作试验样品	GBW07416a (ASA-5a)	GBW07412a (ASA-1a)	GBW07461 (ASA-10)	实际样品 1 SAS-9(CZR)	实际样品 2 SAS-6(CT)
参加实验室数	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数	8	8	8	6	7
测试结果总平均值,mg/kg	0.20	0.24	0.07	0.14	0.16
标准物质认定值,mg/kg	0.20±0.04	0.24±0.05	0.069±0.024	—	—
重复性标准差( $s_r$ ),mg/kg	0.02	0.02	0.01	0.02	0.01
重复性变异系数,%	8.3	7.9	11.7	11.6	9.2
重复性限( $r$ ),mg/kg	0.05	0.05	0.02	0.05	0.04
再现性标准差( $s_R$ ),mg/kg	0.02	0.03	0.01	0.02	0.02
再现性变异系数,%	11.8	11.8	20.6	16.3	14.1
再现性限( $R$ ),mg/kg	0.07	0.08	0.04	0.07	0.06
正确度( $RE$ ),%	0.4	0.7	0.7	—	—

表 A.2 电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效钼含量重复性限和再现性限统计分析结果

标准物质或协作试验样品	GBW07416a (ASA-5a)	GBW07412a (ASA-1a)	GBW07461 (ASA-10)	实际样品 1 SAS-9(CZR)	实际样品 2 SAS-6(CT)
参加实验室数	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数	8	7	8	8	8
测试结果总平均值,mg/kg	0.20	0.24	0.07	0.16	0.13
标准物质认定值,mg/kg	0.20±0.04	0.24±0.05	0.069±0.024	—	—
重复性标准差( $s_r$ ),mg/kg	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
重复性变异系数,%	4.5	5.2	6.9	4.6	4.9
重复性限( $r$ ),mg/kg	0.03	0.04	0.01	0.02	0.02
再现性标准差( $s_R$ ),mg/kg	0.02	0.02	0.01	0.02	0.01
再现性变异系数,%	11.0	9.8	8.8	11.4	11.3
再现性限( $R$ ),mg/kg	0.06	0.07	0.02	0.05	0.04
正确度( $RE$ ),%	2.4	0.5	1.6	—	—

表 A.3 电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中有效钼含量重复性限和再现性限统计分析结果

标准物质或协作试验样品	GBW07416a (ASA-5a)	GBW07412a (ASA-1a)	GBW07461 (ASA-10)	实际样品 1 SAS-9(CZR)	实际样品 2 SAS-6(CT)
参加实验室数	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数	8	8	8	8	8
测试结果总平均值,mg/kg	0.20	0.23	0.06	0.17	0.13
标准物质认定值,mg/kg	0.20±0.04	0.24±0.05	0.069±0.024	—	—
重复性标准差( $s_r$ ),mg/kg	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
重复性变异系数,%	5.8	6.4	8.7	6.8	5.1
重复性限( $r$ ),mg/kg	0.03	0.04	0.02	0.03	0.02
再现性标准差( $s_R$ ),mg/kg	0.02	0.02	0.01	0.02	0.02
再现性变异系数,%	10.5	10.7	14.5	10.4	13.6
再现性限( $R$ ),mg/kg	0.06	0.07	0.02	0.05	0.05
正确度( $RE$ ),%	0.3	3.6	11.9	—	—

附 录 B  
(资料性)

电感耦合等离子体质谱仪器参考工作条件

不同型号的仪器最佳测试条件不同,根据仪器说明书上要求优化仪器测试条件。仪器参考条件及推荐使用内标物见表 B. 1。

表 B. 1 ICP-MS 仪器参考工作条件参数表

仪器参数	参数设置
功率,W	1 250
反馈功率,W	15
雾化器	同心雾化器
采样锥和截取锥	镍
载气流速,L/min	0.80
等离子体气流量,L/min	15.0
采样深度,mm	13.0
内标	铑( <sup>103</sup> Rh)
内标加入方式	在线加入
检测方式	自动测定 3 次
氦气流量,L/min	3.5
质量数	95,98

附 录 C  
(资料性)

电感耦合等离子体发射光谱仪器参考工作条件

不同型号的仪器最佳测试条件不同,根据仪器说明书上要求优化仪器测试条件。仪器参考测量条件见表 C. 1。

表 C. 1 ICP-OES 仪器参考工作条件参数表

仪器参数	参数设置
测定波长,nm	202.032
RF 功率,W	1 200
观察高度,mm	8.00
雾化气流量,L/min	0.70
等离子体气流量,L/min	12.0
辅助气流量,L/min	1.00