

DB 65

新疆维吾尔自治区地方标准

DB 65/T 4631.5—2023

土壤检测方法 有效态元素的测定 第5部分：有效钼含量的测定

Soil testing methods—Determination of available elements
—Part 5: Determination of available molybdenum content

××××-××-××发布

××××-××-××实施

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 原理 | 2 |
| 5 试剂和材料 | 2 |
| 6 仪器和设备 | 2 |
| 7 样品 | 3 |
| 8 试验步骤 | 3 |
| 9 试验数据处理 | 4 |
| 10 精密度 | 4 |
| 11 质量保证和质量控制 | 5 |
| 12 试验报告 | 5 |
| 附录 A （资料性） 从实验室间试验结果得到的统计数据 | 6 |
| 附录 B （资料性） 仪器参考工作条件 | 7 |
| 附录 C （资料性） 硫氰酸钾比色法测定土壤中有效铝含量 | 8 |

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》给出的规定起草。

本文件为DB 65/T 4631的第5部分。DB 65/T 4631《土壤检测方法 有效态元素的测定》分为9个部分：

- 第1部分：通则和指南
- 第2部分：水解性氮含量的测定
- 第3部分：交换性钾、交换性钠、交换性钙、交换性镁含量的测定
- 第4部分：有效硼含量的测定
- 第5部分：有效铝含量的测定
- 第6部分：交换性锰含量的测定
- 第7部分：易还原锰含量的测定
- 第8部分：有效硫含量的测定
- 第9部分：有效硅含量的测定

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。

本文件附录A为资料性。

本文件由新疆维吾尔自治区地质矿产勘查开发局提出和归口。

本文件起草单位：新疆维吾尔自治区矿产实验研究所。

本文件主要起草人：刘军、张小毅、蒋莉、余蕾、张淼、刘权、时天昊、朱丽琴、加丽森·依曼哈孜、母章、史修伟、查安、张朝青、艾力尼亚孜·吐尔逊。

本文件实施应用中的疑问，请咨询新疆维吾尔自治区地质矿产勘查开发局。

对本文件的修改意见建议，请反馈至新疆维吾尔自治区市场监督管理局（新疆乌鲁木齐市天山区新华南路167号）、新疆维吾尔自治区地质矿产勘查开发局（新疆乌鲁木齐市沙依巴克区友好南路388号）或起草单位新疆维吾尔自治区矿产实验研究所（新疆乌鲁木齐市沙依巴克区克拉玛依西路2号）、新疆维吾尔自治区标准化研究院（乌鲁木齐市新市区河北东路188号）。

新疆维吾尔自治区市场监督管理局：联系电话0991-2817197，传真0991-311250，邮编830004。

新疆维吾尔自治区地质矿产勘查开发局：联系电话0991-4856338，传真0991-4841517，邮编830000。

新疆维吾尔自治区矿产实验研究所：联系电话0991-4856472，传真0991-4812312，邮编830000。

新疆维吾尔自治区标准化研究院：联系电话0991-2810215，传真0991-2810215，邮编830011。

土壤检测方法 有效态元素的测定

第5部分：有效钼含量的测定

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

本文件规定了电感耦合等离子体质谱法和硫氰酸钾比色法测定土壤有效钼的原理、试剂和材料、仪器和设备、样品、试验步骤、试验数据处理、精密度、质量保证和质量控制及试验报告的要求。

本文件适用于中性、碱性土壤中有效钼含量的测定。当称样量为5.00 g，浸提剂草酸—草酸铵溶液为50 mL时：方法检出限为0.02 mg/kg，测定下限为0.04 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，不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（准确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

LY/T 1259 森林土壤有效钼的测定

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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有效钼 effective 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 原理

土壤样品经过草酸—草酸铵浸提后，分取部分滤液用2%硝酸稀释5倍制成待测溶液，待测溶液以气动雾化方式引入射频等离子体，经蒸发、原子化、电离后，根据钼元素离子质荷比用电感耦合等离子体质谱仪进行分离并经检测器检测，采用标准曲线法定量分析钼。样品基体引起的仪器响应抑制或增强效应和仪器漂移可以使用内标补偿。

5 试剂和材料

- 5.1 分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，所用水符合 GB/T 6682 规定的二级水用水要求。
- 5.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$, 优级纯)。
- 5.3 盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$, 优级纯)。
- 5.4 草酸铵[(NH_4)₂B₂O₄·H₂O, 分析纯]。
- 5.5 草酸 (H₂B₂O₄·2H₂O, 分析纯)。
- 5.6 硝酸 ($\rho=2\%$)：量取 20 mL 的硝酸 (5.2) 慢慢注入 980 mL 水中，搅拌均匀。
- 5.7 草酸—草酸铵浸提剂：24.9 g 草酸铵 (5.4) 与 12.6 g 草酸 (5.5) 溶于水，定容至 1 L。pH 为 3.3，必要时在定容前用 pH 计校准。
- 5.8 盐酸溶液 (6.5 mol/L)：量取 325 mL 盐酸 (5.3) 加水至 600 mL，搅拌均匀。
- 5.9 异戊醇-四氯化碳混合液：异戊醇[(CH₃)₂CH·CH₂CH₂·OH, 分析纯]，加等体积四氯化碳 (分析纯) 作为增重剂，使密度大于 1 g/mL。

注：为了保证硫氰酸钾比色法测定结果的准确性，应先将异戊醇加以处理：将异戊醇盛在大分液漏斗中，加少许硫氰酸钾和二氯化锡溶液，振荡几分钟，静置分层后弃去水相。

- 5.10 硫氰酸钾溶液 (200 g/L)：20 g 硫氰酸钾溶于水中，稀释至 100 mL，搅拌均匀。
- 5.11 二氯化锡溶液 (100 g/L)：10 g 未变化的二氯化锡 (SnCl₂·2H₂O, 分析纯) 溶解在 50 mL 盐酸 (5.3) 中，加水稀释至 100 mL，搅拌均匀。现用现配。
- 5.12 三氯化铁溶液 (0.5 g/L)：0.5 g 三氯化铁 (FeCl₃·6H₂O, 分析纯) 溶于 1 L 盐酸溶液 (5.8) 中。
- 5.13 钼标准储备溶液 [$\rho(\text{Mo})=100\text{ mg/L}$]：称取 0.252 2 g 钼酸钠 (Na₂MoO₄·2H₂O, 优级纯) 溶于水中，加入 1 mL 盐酸 (5.3)，移入 1 L 容量瓶中，定容。或购买相同浓度的有证标准物质。
- 5.14 钼标准工作溶液 ($\rho=5.0\text{ mg/L}$)：吸取 5.00 mL 钼标准储备溶液 (5.13) 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸 (5.2)，用水冲至刻度，摇匀。
- 5.15 钼标准工作溶液 ($\rho=1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$)：吸取 1.00 mL 钼标准储备溶液 (5.13) 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸 (5.2)，用水冲至刻度，摇匀。
- 5.16 铯标准储备溶液 ($\rho=1000\text{ mg/L}$)：称取已于干燥器中干燥 2 h 后的光谱纯氯铯酸铵 0.3860 g 于 50 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸 (5.3) 和少量氯化钠溶解。移入 100 mL 容量瓶中，用盐酸 (1+9) 稀释至刻度，摇匀。或购买相同浓度的有证标准物质。
- 5.17 铯内标元素工作溶液 ($\rho=10\text{ ng/mL}$)：分取铯标准储备溶液 (5.16) 逐级稀释至质量浓度为 10 ng/mL。
- 5.18 氩气：纯度大于或等于 99.99 %。

6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)：扫描范围 6 u~240 u，10 % 峰高处的峰宽应介于 0.6 u~0.8 u。
- 6.2 电子天平：分度值 0.01 g、0.1 mg、0.01 mg。

6.3 恒温往复式振荡器：温度能够控制在 20℃~25℃，振荡频率能够控制在 150 r/min~200 r/min。

6.4 分析中，仅用实验室常用设备仪器。除非另有规定，所用单标线容量瓶、分度吸量管、单标线吸量管应符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

7 样品

7.1 样品采集与保存：

土壤样品的采集和保存方法按照 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污染和待测元素损失。实验室保存样品须密封存放，保持室内干燥，避免日光、潮湿、高温和酸碱气体等的影响，室温保存。

7.2 样品的制备：

除去土壤样品中的枝棒、叶片、石子等异物，置于阴凉处自然风干，严禁暴晒或烘烤。按照 NY/T 1121.1 规定的要求，将采集的土壤样品进行风干后，研磨至全部通过 2 mm 孔径尼龙筛，去除 2 mm 以上的石砾，研磨过程中不可随意遗弃样品。样品的制备过程应避免污染和待测元素损失。

8 试验步骤

8.1 试样前处理

称取通过 2 mm 筛的风干土壤样品（7.2）5.00 g 于聚乙烯塑料瓶中，加入 50 mL 草酸—草酸铵浸提剂（5.7），保持固液比 1:10。瓶塞盖紧，在（22.5 ± 2.5）℃ 条件下，振荡 30 min，振荡频率 150 r/min~200 r/min 后，干过滤，弃去最初滤液。分取 10 mL 滤液于 50 mL 容量瓶中，用 2% 的硝酸（5.6）直接定容，摇匀，待测。

8.2 空白试验

随同试样分析全过程用空白溶剂做空白实验。

8.3 验证试验

随同试样同时分析同类型、含量相近的土壤有效态成分分析标准物质。

8.4 标准溶液的配制

由于待测样品中的草酸—草酸铵浸提剂给测试带来基体效应，因此工作曲线标准溶液应保持与待测溶液相同的介质，以消除基体干扰。按照表 1 的数据，用钼标准工作溶液（5.14）逐级稀释需要浓度，配制标准系列，加入适量的草酸—草酸铵浸提剂（5.7），用 2% 的硝酸（5.6）定容。

表 1 钼标准溶液系列的配制

单位为 ng/mL

| 标准系列号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----------|------|------|------|------|-------|-------|
| 钼标准溶液系列浓度 | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | 50.00 |

8.5 仪器调谐和校正

点燃等离子体后,仪器需预热稳定30 min。期间可用质谱仪调谐溶液进行仪器的炬管定位、灵敏度、氧化物产率、背景、双电荷干扰调谐,在仪器灵敏度、氧化物产率、背景、双电荷干扰满足要求条件下,质谱仪给出的调谐液中所含元素信号强度的相对标准偏差 $\leq 5\%$ 。在涵盖待测元素的质量数范围进行质量校正和分辨率校验,如质量校正结果与真实值差别超过 ± 0.1 amu或调谐元素信号的分辨率在10%波峰高度处所对应的峰宽超过0.6 amu~0.8 amu的范围,应按照仪器使用说明书的要求将质量校正到正确值。

8.6 测定条件设置

选择仪器推荐的 ^{98}Mo 为分析质量数,测定方式采用碰撞模式(KED),测定过程中采用内标校正方法,选 ^{103}Rh 为测定的内标元素,选用仪器推荐 ^{98}Mo 为测定的分析质量数,内标元素工作溶液(5.11)在测定时通过一个三通与样品溶液混合后引入等离子体,也可直接将内标元素工作溶液加入到空白溶液、校准曲线溶液和样品溶液中。详细仪器工作条件和干扰设置见附录B.1、B.2。

8.7 样品测定

按附录B.1的仪器工作条件及测定模式,设置测定方法,将配制好的标准系列溶液上机测定,制作的校准曲线线性达到0.999以上,清洗管路后则开始测定待测样品溶液。若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围,需经稀释后重新测定。

注:硫氰酸钾比色法测定土壤有效钼的含量的参考方法见附录C。

9 试验数据处理

按下式计算有效钼的含量(质量分数) ω_{Mo} ,以mg/kg表示。

$$\omega_{\text{Mo}} = \frac{(\rho - \rho_0)V_1}{mV_2W_{dm}} \times 1000$$

式中:

- ρ ——从校准曲线上查得待测溶液中钼的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——从标准曲线上查得待测溶液中钼的空白浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——浸提剂体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- V_1 ——滤液稀释后定容的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取滤液的体积,单位为毫升(mL);
- W_{dm} ——土壤干物质含量,单位为百分含量(%)。

计算结果表示到小数点后二位。

10 精密度

10.1 在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表7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2所列方程式计算。

10.2 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 7 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 2 所列方程式计算。

10.3 分析方法精密度见表 2。分析方法精密度数据由 7 家实验室分别对 4 个不同含量水平的土壤样品进行 3 次平行试验确定的。

表2 精密度

单位为mg/kg

| 分析项目 | 范围和水平 m | 重复性限 r | 再现性限 R |
|------|-----------|----------------------|----------------------|
| 有效铝 | 0.10~1.06 | $r=0.0163 m +0.0028$ | $R=0.0417 m +0.0058$ |

11 质量保证和质量控制

11.1 为防止污染干扰，实验所用的器皿需用 2%硝酸溶液浸泡 24 h，并用水冲洗干净，置于干净的环境中晾干。对于新使用或做过高含量的样品的器皿可用（1+1）硝酸进行热处理后再进行浸泡处理。

11.2 每批样品至少做 2 个空白试验，空白值应低于方法检出限。

11.3 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，应分析一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。

11.4 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，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果允许相对偏差应 $\leq 5\%$ ；当有效铝测定结果小于 10 倍检出限时，允许相对偏差应 $\leq 10\%$ 。

11.5 每 20 个样品或每批次样品至少分析一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标准物质参考值不确定度可控制范围内。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 试验过程观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

从实验室间试验结果得到的统计数据

A.1 方法重复性限、再现性限

根据GB/T 6379.2确定了土壤中有效钼测量方法的重复性限与再现性限，统计分析结果见表A.1。

表A.1 重复性限和再现性限统计分析

| 样品水平 | GBW 07494 | GBW 07497 | GBW 07498 | YXT-4 |
|----------------------|-----------|-----------|-----------|-------|
| 参加实验室数目 (p) | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 可接受结果 (p) | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 平均值 (mg/kg) | 0.10 | 0.10 | 1.06 | 0.21 |
| 参照值 (mg/kg) | 0.10 | 0.10 | 1.06 | — |
| 重复性标准差 S_r (mg/kg) | 0.00 | 0.00 | 0.02 | 0.01 |
| 再现性标准差 S_R (mg/kg) | 0.01 | 0.01 | 0.05 | 0.02 |
| 重复性限 r (mg/kg) | 0.01 | 0.01 | 0.06 | 0.01 |
| 再现性限 R (mg/kg) | 0.02 | 0.02 | 0.13 | 0.05 |

A.2 方法正确度评估

按照GB/T6379.4规定的方法，对土壤中有效钼测量方法正确度进行了统计评估，置信区间 ($\delta - AS_R \leq \delta \leq \delta + AS_R$) 包含0，测量方法的偏倚在置信水平 $\alpha=5\%$ 下不显著，统计分析结果见表A.2。

表A.2 正确度统计结果

单位为mg/kg

| 成分 | 标准物质编号 | \bar{y} | μ | S_r | S_R | γ | A | δ | $\delta - AS_R$ | $\delta + AS_R$ | 不确定度 |
|-----|-----------|-----------|-------|-------|-------|----------|------|----------|-----------------|-----------------|------|
| 有效钼 | GBW 07494 | 0.10 | 0.10 | 0.00 | 0.01 | 1.61 | 0.64 | -0.02 | -0.02 | -0.01 | 0.01 |
| | GBW 07497 | 0.10 | 0.10 | 0.00 | 0.01 | 1.53 | 0.63 | 0.00 | -0.01 | 0.00 | 0.01 |
| | GBW 07498 | 1.06 | 1.06 | 0.02 | 0.05 | 2.33 | 0.69 | 0.00 | -0.03 | 0.04 | 0.09 |

注： \bar{y} 为测定平均值； μ 为标准物质推荐值； $\gamma = S_R/S_r$ 为再现性标准差， S_r 为重复性标准差；
 $A = 1.96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}}$ ， n 为单位测定次数， p 为可接受结果的实验室数；
 δ 为测量方法的偏倚； $\delta - AS_R$ ， $\delta + AS_R$ 为置信区间。

附 录 B
(资料性)
仪器参考工作条件

B.1 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件见表B.1。

表B.1 参考工作条件

| 名 称 | 技术参数 | 名 称 | 技术参数 |
|---------------|------|-------------|------|
| ICP 功率 (W) | 1400 | 采样锥孔径 (mm) | 1.1 |
| 冷却气流量 (L/min) | 15 | 截取锥孔径 (mm) | 0.7 |
| 辅助气流量 (L/min) | 0.7 | 进样冲洗时间(s) | 20 |
| 雾化气流量 (L/min) | 0.8 | 单个元素积分时间(s) | 0.8 |
| 进样泵速 (rpm) | 60 | 扫描方式 | 跳峰 |

B.2 电感耦合等离子体质谱仪元素分析同位素、内标及选用的干扰校正公式

电感耦合等离子体质谱仪元素分析同位素、内标及选用的干扰校正公式见表B.2。

表B.2 分析同位素、内标及选用的干扰校正公式

| 元素 | 选用的 m/z | 干扰测定的多原子离子 | 内标元素 |
|-------------------------|---------|---|-------------------|
| Mo | 95 | $^{55}\text{Mn}^{40}\text{Ar}$ | ^{103}Rh |
| | 98 | $^{58}\text{Ni}^{40}\text{Ar}$, $^{58}\text{Fe}^{40}\text{Ar}$ | ^{103}Rh |
| 注：每台仪器的干扰情况不尽相同，此表只做参考。 | | | |

附录 C

(资料性)

硫氰酸钾比色法测定土壤中有效铝含量

C.1 参考方法

C.1.1 检测方法参考林业行业标准LY/T 1259—1999第3章的规定执行。

C.1.2 方法原理：在酸性溶液中，硫氰酸钾与五价铝在有还原剂存在的条件下，形成橙色络合物，用有机溶剂异戊醇-四氯化碳萃取后比色测定。其最大吸收峰在波长470 nm处。溶液的酸度和硫氰酸钾的浓度都影响颜色的强度和稳定性，盐酸浓度应小于或等于4 mol/L，硫氰酸钾浓度至少应保持6 g/L。

C.2 参考方法操作步骤

C.2.1 样品前处理

称取通过2 mm筛的风干土壤样品25.00 g于聚乙烯塑料瓶中，加入250 mL草酸-草酸铵浸提剂(5.7)，(保持固液比1: 10)。瓶塞盖紧，在20 °C~25 °C条件下，振荡8 h，振荡频率150 r/min~180 r/min后，干过滤，弃去最初滤液。取200 mL滤液在硬质玻璃烧杯中，慢慢加热蒸发至干，于450 °C灼烧，破坏草酸和有机物。冷却后加10 mL盐酸(5.8)溶解残渣。移入125 mL分液漏斗中，加水至体积约45 mL。

C.2.2 测定

加1 g柠檬酸和2 mL~3 mL异戊醇-四氯化碳混合液(5.9)。摇动2 min。静置分层后弃去异戊醇-四氯化碳层。加入3 mL硫氰酸钾溶液(5.10)，混合均匀，此时溶液呈现血红色。加2 mL二氯化锡溶液(5.11)还原，混合均匀，此时溶液红色消失。准确加入10.0 mL异戊醇-四氯化碳混合液(5.9)，振动2 min~3 min，静置分层后，用干滤纸将异戊醇-四氯化碳层过滤到比色皿中，在波长470 nm处比色测定。

注：试验过程产生的所有化学试剂废液须收集于废液桶中，不得排放于下水道或污染环境。应交由专业废液处理公司集中处理。

C.2.3 工作曲线的绘制

吸取1 μg/mL铝标准溶液0.00 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL分别放入125 mL分液漏斗中，各加10 mL三氯化铁溶液(5.12)，加水至体积约45 mL。按C.2.2测定步骤显色、萃取、比色，绘制工作曲线。

C.3 试验数据处理

按下式计算有效铝的含量(质量分数) ω_{Mo} ，以mg/kg表示。

$$\omega_{Mo} = \frac{(\rho - \rho_0)Vt_a}{mW_{dm}}$$

式中：

ρ ——从校准曲线上查得待测溶液中钼的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从标准曲线上查得待测溶液中钼的空白浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——显示液体积，单位为毫升（ mL ）；

t_a ——分取倍数[$t_a = \text{浸提液体积 (mL)} / \text{测定时吸取滤液体积 (mL)} = 250/200$]；

m ——试样的质量，单位为克（ g ）；

W_{dm} ——土壤干物质含量，单位为百分含量（%）。

计算结果表示到小数点后二位。

C.4 硫氰酸钾比色法检出限和测定下限

硫氰酸钾比色法检出限为0.4 mg/kg，测定下限为1.3 mg/kg。
