

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.7—2014
代替 NY/T 1121.7—2006

土壤检测 第7部分：土壤有效磷的测定

Soil testing—
Part 7: Method for determination of available phosphorus in soil

2014-10-17 发布

2015-01-01 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：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 连续流动分析法；

.....

本部分为NY/T 1121的第7部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分与NY/T 1121.7—2006相比主要变化如下：

- 范围从适用于酸性土壤有效磷的测定变为适用于酸性、中性和石灰性土壤有效磷的测定，增加了中性和石灰性土壤有效磷的测定方法。

本部分由农业部种植业管理司提出并归口。

本部分起草单位：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（杭州）、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（石家庄）和农业部肥料质量监督检验测试中心（郑州）。

本部分主要起草人：辛景树、郑磊、钟杭、黄耀蓉、吕英华、王小琳、季天委、代天飞、任意、陈思力、谢红、栾桂云、樊亚东、薛彦东。

土壤检测

第7部分:土壤有效磷的测定

1 范围

本部分规定了使用紫外/可见分光光度计测定土壤有效磷的方法。
本部分适用土壤有效磷含量的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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

NY/T 1121.2 土壤检测 第2部分:土壤 pH 的测定

3 方法提要

利用氟化铵—盐酸溶液浸提酸性土壤中有有效磷,利用碳酸氢钠溶液浸提中性和石灰性土壤中有有效磷,所提取出的磷以钼锑抗比色法测定,计算得出土壤样品中的有效磷含量。

4 仪器和设备

4.1 电子天平。

4.2 酸度计。

4.3 紫外/可见分光光度计。

4.4 恒温往复式振荡器。

4.5 塑料瓶。

5 分析步骤

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 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。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.1 实验室样品制备

按 NY/T 1121.1 规定制备实验室样品。

5.2 试样 pH 的测定

按 NY/T 1121.2 规定进行。

5.3 酸性土壤试样(pH<6.5)有效磷的测定

5.3.1 试剂和溶液

5.3.1.1 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。

5.3.1.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.3.1.3 硫酸溶液(5%,V/V):吸取 5 mL 硫酸(5.3.1.1)缓缓加入 90 mL 水中,冷却后用水稀释至 100 mL。

5.3.1.4 酒石酸锑钾溶液($\rho=5\text{ g/L}$):称取酒石酸锑钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)0.5 g 溶于 100 mL 水中。

5.3.1.5 硫酸钼锑贮备液:称取 10.0 g 钼酸铵溶于 300 mL 约 60°C 的水中,冷却。另量取 126 mL 硫酸(5.3.1.1),缓缓倒入约 400 mL 水中,搅拌,冷却。然后将配制好的硫酸溶液缓缓倒入钼酸铵溶液中。再加入 100 mL 酒石酸锑钾溶液(5.3.1.4),冷却后,用水定容至 1 L,摇匀,贮于棕色试剂瓶中。

5.3.1.6 钼锑抗显色剂:称取 1.5 g 抗坏血酸(左旋,旋光度 $+21^\circ\sim 22^\circ$)溶于 100 mL 硫酸钼锑贮备液(5.3.1.5)中,此溶液现配现用。

5.3.1.7 二硝基酚指示剂:称取 0.2 g 2,4-二硝基酚或 2,6-二硝基酚溶于 100 mL 水中。

5.3.1.8 氨水溶液(1+3):按氨水:水 1:3 的体积比配制。

5.3.1.9 氟化铵—盐酸浸提剂:称取 1.11 g 氟化铵溶于 400 mL 水中,加入 2.1 mL 盐酸(5.3.1.2),用水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

5.3.1.10 硼酸溶液($\rho=30\text{ g/L}$):称取 30.0 g 硼酸,在 60°C 左右的热水中溶解,冷却后稀释至 1 L。

5.3.1.11 磷标准贮备液[$\rho(\text{P})=100\text{ mg/L}$]:准确称取经 105°C 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(优级纯)0.439 4 g,用水溶解后,加入 5 mL 硫酸(5.3.1.1),定容至 1 L。

5.3.1.12 磷标准溶液[$\rho(\text{P})=5\text{ mg/L}$]:吸取 5.00 mL 磷标准贮备液(5.3.1.11)于 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀后待用。

5.3.2 分析步骤

5.3.2.1 有效磷的浸提:称取通过 2 mm 筛孔风干试样 5.00 g 置于 200 mL 塑料瓶中,加入 $(25\pm 1)^\circ\text{C}$ 的氟化铵—盐酸浸提剂(5.3.1.9)50.00 mL,在 $(25\pm 1)^\circ\text{C}$ 条件下,振荡 30 min[振荡频率 $(180\pm 20)\text{ r/min}$]。立即用无磷滤纸干过滤。

5.3.2.2 空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同 5.3.2.1。

5.3.2.3 标准曲线绘制:分别吸取磷标准溶液(5.3.1.12)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氟化铵—盐酸浸提剂(5.3.1.9),再加入 10 mL 硼酸溶液(5.3.1.10),摇匀,加水至 30 mL,再加入二硝基酚指示剂(5.3.1.7)2 滴,用硫酸溶液(5.3.1.3)或氨水溶液(5.3.1.8)调节溶液刚显微黄色,加入钼锑抗显色剂(5.3.1.6)5.00 mL,用水定容至刻度,充分摇匀,即得含磷 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 的磷标准系列溶液。在室温高于 20°C 条件下静置 30 min 后,用 1 cm 光径比色皿在波长 700 nm 处,以标准溶液的零点调零后进行比色测定,绘制标准曲线。

5.3.2.4 测定:吸取试样溶液(5.3.2.1)10.00 mL 于 50 mL 容量瓶,加入 10 mL 硼酸溶液(5.3.1.10),摇匀,加水至 30 mL 左右,再加入二硝基酚指示剂(5.3.1.7)2 滴,用硫酸溶液(5.3.1.3)和氨水溶液(5.3.1.8)调节溶液刚显微黄色,加入 5.00 mL 钼锑抗显色剂(5.3.1.6),用水定容,在室温高于 20°C 条件下静置 30 min,用 1 cm 光径比色皿在波长 700 nm 处,以标准溶液的零点调零后进行比色测定。若测定的磷质量浓度超出标准曲线范围,应用浸提剂将试样溶液(5.3.2.1)稀释后重新比色测定。同时进行空白溶液的测定。

5.4 中性、石灰性土壤试样($\text{pH}\geq 6.5$)有效磷的测定

5.4.1 试剂和溶液

5.4.1.1 氢氧化钠溶液($\rho=100\text{ g/L}$):称取 10 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

5.4.1.2 碳酸氢钠浸提剂:称取 42.0 g 碳酸氢钠(NaHCO_3)溶于约 950 mL 水中,用氢氧化钠溶液

(5.4.1.1)调节 pH 至 8.5,用水稀释至 1 L,贮存于聚乙烯瓶或玻璃瓶中备用,如贮存期超过 20 d,使用时必须检查并校准 pH。

5.4.1.3 酒石酸锑钾溶液($\rho=3$ g/L):称取酒石酸锑钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)0.30 g 溶于 100 mL 水中。

5.4.1.4 钼锑贮备液:称取 10.0 g 钼酸铵溶于 300 mL 约 60℃ 的水中,冷却。另量取 181 mL 硫酸(5.3.1.1),缓缓倒入约 800 mL 水中,搅拌,冷却。然后将配制好的硫酸溶液缓缓倒入钼酸铵溶液中。再加入 100 mL 酒石酸锑钾溶液(5.4.1.3),冷却后,用水定容至 2 L,摇匀,贮于棕色试剂瓶中。

5.4.1.5 钼锑抗显色剂:称取 0.5 g 抗坏血酸(左旋,旋光度 $+21^\circ\sim 22^\circ$)溶于 100 mL 钼锑贮备液(5.4.1.4)中,此溶液现配现用。

5.4.2 分析步骤

5.4.2.1 有效磷的浸提:称取通过 2 mm 筛孔风干试样 2.50 g,置于 200 mL 塑料瓶中,加入 $(25\pm 1)^\circ\text{C}$ 的碳酸氢钠浸提剂(5.4.1.2)50.00 mL,其他步骤同 5.3.2.1。

5.4.2.2 空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同 5.4.2.1。

5.4.2.3 标准曲线绘制:分别吸取磷标准溶液(5.3.1.12)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入碳酸氢钠浸提剂(5.4.1.2)10.00 mL,钼锑抗显色剂(5.4.1.5)5.00 mL,慢慢摇动,排出 CO_2 后加水定容,即得含磷 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 的磷标准系列溶液。在室温高于 20℃ 条件下静置 30 min 后,用 1 cm 光径比色皿在波长 880 nm 处,以标准溶液的零点调零后进行比色测定,绘制标准曲线。

5.4.2.4 测定:吸取试样溶液(5.4.2.1)10.00 mL 于 50 mL 容量瓶或锥形瓶中,缓慢加入钼锑抗显色剂(5.4.1.5)5.00 mL,慢慢摇动,排出 CO_2 。再加入 10.00 mL 水,充分摇匀,逐净 CO_2 。在室温高于 20℃ 条件下静置 30 min 后,用 1 cm 光径比色皿在波长 880 nm 处,以标准溶液的零点调零后进行比色测定。若测定的磷质量浓度超出标准曲线范围,应用浸提剂将试样溶液(5.4.2.1)稀释后重新比色测定。同时进行空白溶液的测定。

6 结果计算

土壤样品中有效磷(P)含量,以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times D}{m \times 1000} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——从标准曲线求得的显色液中磷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——从标准曲线求得的空白试样中磷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——显色液体积,单位为毫升(mL);
- D ——分取倍数,试样浸提剂体积与分取体积之比;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——将 mL 换算成 L 和将 g 换算成 kg 的系数。

平行测定结果以算术平均值表示,保留小数点后一位。

7 精密度

平行测定结果允许差:

测定值(P, mg/kg)	允许差
<10	绝对差值 ≤ 0.5 mg/kg

10~20

>20

绝对差值 ≤ 1.0 mg/kg

相对相差 $\leq 5\%$
