

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.7—2006

土 壤 检 测 第 7 部分：酸性土壤有效磷的测定

Soil Testing

Part 7: Method for determination of available phosphorus in acid soil

2006-07-10 发布

2006-10-01 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,包括以下部分:

- 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

.....

本部分为 NY/T 1121 的第7部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、湖南省土壤肥料工作站、江苏省土壤肥料技术指导站。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、黄铁平、郑磊。

土 壤 检 测

第 7 部分:酸性土壤有效磷的测定

1 应用范围

本部分适用于测定酸性土壤有效磷含量。

2 方法提要

酸性土壤中的磷主要以 Fe-P 和 Al-P 形态存在,利用 F^- 具有在酸性条件下溶解络合 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 的能力,使一定量具潜在活性的磷酸铁、磷酸铝中的磷释放出来。同时由于 H^+ 的作用亦溶解出部分活性较大的 Ca-P 中的磷。

本方法严格规定土液比为 1:10,浸提温度为 $20^{\circ}C \sim 25^{\circ}C$,振荡提取时间为 30 min。所提取出的有效磷以钼锑抗比色法测定。

3 主要仪器设备

3.1 恒温室

3.2 往复式振荡机

3.3 分光光度计

3.4 塑料瓶(150 mL)

3.5 比色管(25 mL)

4 试剂

4.1 5%(V/V)硫酸溶液

吸取 5 mL 浓硫酸缓缓加入 90 mL 水中,冷却后以水稀释至 100 mL。

4.2 0.5%(m/V)酒石酸锑钾溶液

称取酒石酸锑钾($KSbOC_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$,化学纯)0.5 g 溶于 100 mL 水中。

4.3 钼锑贮备液

量取 126 mL 浓硫酸(密度 1.84),缓缓倒入约 400 mL 水中,搅拌,冷却。另称取 10.0 g 钼酸铵溶于约 $60^{\circ}C$ 的 300 mL 水中,冷却。然后将硫酸溶液缓缓倒入钼酸铵溶液中,再加入 100 mL 0.5% 酒石酸锑钾溶液,冷却后,加水稀释至 1 L,摇匀,贮于棕色试剂瓶中。此贮备液含钼酸铵 1%,硫酸 2.25 mol/L。

4.4 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 钼锑贮备液中,此溶液有效期 1 d,须随配随用。

4.5 磷标准贮备液

准确称取经 $105^{\circ}C$ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(优级纯)0.439 0 g,用水溶解后,加入 5 mL 浓硫酸,转入 1 L 容量瓶中,用水定容,即为 100 $\mu g/mL$ 磷标准贮备液,在冰箱中可以长期保存。

4.6 5 $\mu g/mL$ 磷标准溶液

吸取 5.00 mL 磷标准贮备液放入 100 mL 容量瓶中,加水定容即为 5 $\mu g/mL$ 磷标准溶液,此溶液不宜久存。

4.7 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。

4.8 1+3 氨水溶液

4.9 0.03 mol/L 氟化铵—0.025 mol/L 盐酸提取液

称取 1.11 g 氟化铵,溶于 800 mL 水中,加 25 mL 1mol/L 盐酸溶液,用水稀释至 1 L,贮于塑料瓶中。

4.10 3% (m/V) 硼酸溶液

称取 30.0 g 硼酸,溶于约 900 mL 热水中,冷却后稀释至 1 L。

5 分析步骤

称取通过 2 mm 孔径筛的风干试样 5 g(精确至 0.01 g)至于 150 mL 塑料瓶中,加入 50.0 mL 0.03 mol/L 氟化铵—0.025 mol/L 盐酸提取液,在 20℃~25℃ 恒温条件下振荡 30 min(浸提剂温度亦须 20℃~25℃,振荡机速率 160 r/min~200 r/min),取出后立即用无磷滤纸干过滤于塑料瓶中。同时做空白试验。

准确吸取滤液 5.00 mL~10.00 mL(含 P 5.00 μg~20.00 μg)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 3% 硼酸溶液,摇匀,加水至 30 mL 左右,再加入二硝基酚指示剂 2 滴,用 5% 硫酸溶液和 1+3 氨水溶液调节溶液刚显微黄色。加入 5.00 mL 钼锑抗显色剂,用水定容,在室温 20℃ 以上的条件下,放置 30 min。

显色后的样品溶液在分光光度计上,用 700 nm 波长、2 cm 光径比色皿,以空白试验溶液为参比液调零,进行比色,读取吸光度。从标准曲线上查得相应的含磷量或通过回归方程计算出样品显色液中含磷量。

标准曲线绘制:准确吸取 5 μg/mL 磷标准溶液 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL,3.00 mL 于 25 mL 比色管中,加入浸提剂 10.00 mL,显色剂 5.00 mL,慢慢摇动,使 CO₂ 逸出,再以水稀释至刻度,充分摇动,逐尽 CO₂,定容,即为含磷量 0.00 μg/mL,0.10 μg/mL,0.20 μg/mL,0.30 μg/mL,0.40 μg/mL,0.50 μg/mL,0.60 μg/mL 的磷标准系列溶液。在室温高于 20℃ 处放置 30 min 后,按上述样品待测液分析步骤、条件进行比色,测量吸光度,绘制标准曲线或建立回归方程。

6 结果计算

$$\text{有效磷, mg/kg} = \frac{c \times V \times D}{m \times 1000} \times 1000 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

c ——从标准曲线上查或回归方程求得显色液磷浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——显色液体积,单位为毫升(mL),此方法为 25 mL;

D ——分取倍数,即试样提取液体积/显色时分取体积,本试验为 50/10;

1 000——将 μg 换算为 mg 和将 g 换算为 kg;

m ——风干试样质量,单位为克(g);

平均测定结果以算术平均值表示,保留小数点后一位。

7 精密度

测定值, mg/kg	允许差, mg/kg
< 10	绝对值 ≤ 0.5
10~20	绝对值 ≤ 1.0
> 20	相对相差 ≤ 5%

8 注释

在本方法所规定的酸度及钼酸铵浓度下,钼锑抗法显色温度以 20℃~40℃ 为宜,如室温低于 20℃,可放置在 30℃~40℃ 烘箱中保温 30 min,取出冷却后比色。

