

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.25—2012

土壤检测 第25部分：土壤有效磷的测定 连续流动分析仪法

Soil testing—
Part 25: Method for determination of available phosphorus
by continuous flow analyzer

2012-06-06 发布

2012-09-01 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：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
- 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

.....

本部分为《土壤检测》的第 25 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国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（成都）、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（沈阳）和北京市土肥工作站。

本部分主要起草人：马常宝、郑磊、辛景树、黄耀荣、钟杭、王永欢、李昌伟、何权、陈思力、魏玉娟、季卫、任意、谢小玲、唐莲。

土壤检测

第 25 部分:土壤有效磷的测定 连续流动分析法

1 范围

本部分规定了使用连续流动分析仪测定土壤有效磷的方法。

本部分适用于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 分析实验用水规格和实验方法

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

用碳酸氢钠浸提剂提取中性、石灰性土壤中有有效磷,用氟化铵—盐酸浸提剂提取酸性土壤中有有效磷,采用空气片段连续流动分析技术,将试样溶液和试剂在一个连续流动的系统均匀混合、显色,在特定波长处测定试样溶液中有有效磷的质量浓度,计算得出土壤样品中的有效磷含量。

4 仪器设备

4.1 连续流动分析仪。

4.2 恒温往复复式或旋转式振荡器($25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, $180 \text{ r/min} \pm 20 \text{ r/min}$)。

4.3 天平(感量 0.01 g)。

4.4 天平(感量 0.0001 g)。

4.5 酸度计。

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/T6682 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 的规定制备实验室样品。

5.2 试样 pH 的测定

按 NY/T 1121.2 的规定进行。

5.3 酸性土壤($\text{pH} < 6.5$)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 十二烷基硫酸钠(SDS)—硫酸溶液:将 22.5 mL 硫酸(5.3.1.1)加入 600 mL 水中,冷却至室温后稀释至 1 L,再加入 2.0 g 十二烷基硫酸钠混合均匀。此溶液应现用现配。

5.3.1.4 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。

5.3.1.5 钼酸铵—酒石酸锑钾—十二烷基硫酸钠溶液:溶解 1.80 g 钼酸铵至 700 mL 水中,边搅拌边缓缓加入 22.3 mL 硫酸,再加入 0.05 g 酒石酸锑钾并稀释至 1 L,混合均匀后加入 2.0 g 十二烷基硫酸钠(SDS),贮存于棕色瓶中。

5.3.1.6 抗坏血酸溶液:称取 15.0 g 抗坏血酸溶于 600 mL 水中,定容至 1 L,混匀后贮存于棕色瓶中,此溶液应现用现配。

5.3.1.7 磷标准贮备液:[$\rho(\text{P})=1\,000\text{ mg/L}$];准确称取经 105℃ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(优级纯)4.394 g 溶于 200 mL 水中,定容至 1 L。

5.3.1.8 磷标准溶液:[$\rho(\text{P})=100\text{ mg/L}$];吸取 10.00 mL 磷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,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 筛孔风干土壤样品 5.00 g 置于 200 mL 塑料瓶中,加入 25℃ \pm 1℃ 的氟化铵—盐酸浸提剂(5.3.1.4) 50.0 mL,在 25℃ \pm 1℃ 恒温条件下,振荡 30 min(振荡频率约 180 r/min \pm 20 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 标准曲线的配制:分别吸取磷标准溶液(5.3.1.8)(0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00) mL 于 100 mL 容量瓶中,用浸提剂定容摇匀,即得含磷(0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00) mg/L 的磷标准系列溶液。

5.3.2.4 测定:参照仪器使用说明书,选择工作参数将连续流动分析仪的溶液吸管分别置于氟化铵—盐酸浸提剂(5.3.1.4)、十二烷基硫酸钠(SDS)—硫酸溶液(5.3.1.3)、钼酸铵—酒石酸锑钾—十二烷基硫酸钠溶液(5.3.1.5)、抗坏血酸溶液(5.3.1.6)中,待基线稳定后依次测定各标准曲线溶液(5.3.2.3)、空白溶液(5.3.2.2)和试样溶液(5.3.2.1)有效磷的质量浓度。测定试样溶液时,如有效磷的质量浓度超出标准曲线范围,应用浸提剂将试样溶液稀释后重新测定。

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

5.4.1 试剂和溶液

5.4.1.1 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。

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 100 g/L 氢氧化钠调节 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,使用前需重新校正 pH。

5.4.1.3 钼酸铵—酒石酸锑钾—十二烷基硫酸钠溶液:溶解 1.80 g 钼酸铵和 0.05 g 酒石酸锑钾至约 700 mL 水中,稀释至 1 L,混合均匀后加入 2.0 g 十二烷基硫酸钠(SDS),贮存于棕色瓶中。

5.4.1.4 抗坏血酸溶液:将 80 mL 硫酸(5.4.1.1)缓慢加入到约 600 mL 水中,冷却至室温,再加 15.0 g 抗坏血酸,溶解后定容至 1 L,储存于棕色瓶中。此溶液应现用现配。

5.4.1.5 十二烷基硫酸钠(SDS)溶液:溶解 2.0 g 十二烷基硫酸钠(SDS)于 1 L 水中,如出现浑浊,过滤后使用。

5.4.1.6 磷标准贮备液:[$\rho(\text{P})=1\,000\text{ mg/L}$];准确称取经 105℃ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(优级纯)

- 4.394 g 溶于 200 mL 水中,定容至 1 L。
- 5.4.1.7 磷标准溶液: $[\rho(\text{P})=100 \text{ mg/L}]$;吸取 10.00 mL 磷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,定容摇匀后待用。
- 5.4.2 分析步骤
- 5.4.2.1 有效磷的浸提:称取通过 2 mm 筛孔风干土壤样品 2.50 g 置于 200 mL 塑料瓶中,加入 0.3 g~0.5 g 无磷活性碳粉,再加入 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的碳酸氢钠浸提剂(5.4.1.2)50.0 mL,在 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温条件下,振荡 30 min(振荡频率约 $180 \text{ r/min} \pm 20 \text{ r/min}$)。立即用无磷滤纸干过滤。
- 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 标准曲线的配制:分别吸取磷标准溶液(5.4.1.7)(0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00) mL 于 100 mL 容量瓶中,用浸提剂定容摇匀,即得含磷(0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00) mg/L 的磷标准系列溶液。
- 5.4.2.4 测定:参照仪器使用说明书,选择工作参数,将连续流动分析仪的溶液吸管分别置于碳酸氢钠浸提剂(5.4.1.2)、钼酸铵—酒石酸锑钾—十二烷基硫酸钠溶液(5.4.1.3)、抗坏血酸溶液(5.4.1.4)、十二烷基硫酸钠(SDS)溶液(5.4.1.5)中,待基线稳定后依次测定各标准溶液(5.4.2.3)、空白溶液(5.4.2.2)和试样溶液(5.4.2.1)有效磷的质量浓度。测定试样溶液时,如有效磷的质量浓度超出标准曲线范围,应用浸提剂将试样溶液稀释后重新测定。

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:

$$\omega = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot D \cdot 10^{-13}}{m \cdot 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- C ——仪器直接求得的试样溶液中有效磷的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/L);
 - C₀ ——仪器直接求得的空白溶液中有效磷的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/L);
 - V ——加入的浸提剂体积,单位为毫升(mL);
 - D ——稀释倍数;
 - m ——试样质量,单位为克(g);
 - 10⁻³——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见表 1。

表 1 平行测定结果允许差

测定值,mg/kg P	允 许 差
<10	绝对差值<0.5 mg/kg P
10~20	绝对差值<1.0 mg/kg P
>20	相对差<5%