

有机肥料速效磷的测定

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定有机肥料速效磷的柠檬酸浸提-钒钼黄比色法。

本标准适用于含泥质有机肥料中速效磷含量的测定。

2 引用标准

GB/T 6682 分析实验室用水规格及试验方法

3 测定原理

柠檬酸是一种弱酸,它提取的磷被认为对作物有效。在一定酸度下,溶液中的磷与偏钒酸盐和钼酸盐作用,形成黄色三元杂多酸。在一定范围内其黄色深浅与磷的浓度正相关。

4 试剂

所用试剂除注明者外,均为分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 第五章中三级水的规格。

4.1 硫酸(GB 625)。

4.2 柠檬酸:2%(*m/V*)溶液

称取 20 g 柠檬酸(HG 3—1108)溶于水并稀释至 1 L。此液使用前配制。

4.3 硫酸:5%(*V/V*)溶液

吸取 5 mL 硫酸(4.1)缓缓加入到 90 mL 水中,冷却后加水至 100 mL。

4.4 氢氧化钠:10%(*m/V*)溶液

称取 10 g 氢氧化钠(GB 629)溶于 100 mL 水中。

4.5 钒钼酸铵试剂

A 液:称取 25 g 钼酸铵(GB 657)溶于 400 mL 水中;

B 液:称取 1.25 g 偏钒酸铵(HG 3—941)溶于 300 mL 沸水中,冷却后加 250 mL 硝酸(GB 626),冷却。

在搅拌下将 A 液缓缓倾入 B 液中,用水稀释至 1 L,混匀,贮于棕色瓶中。

4.6 二硝基酚指示剂:0.2%(*m/V*)溶液

称取 0.2 g 2,4 或 2,6-二硝基酚溶于 100 mL 水中。

4.7 磷标准贮备溶液:0.1 mg/mL

称取 0.439 0 g 经 105℃ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(GB 1274),用水溶解后,转入 1 L 容量瓶中,加入 5 mL 硫酸(4.1),冷却后加水定容。此溶液 1 mL 含磷(P)0.1 mg。

4.8 磷标准溶液:50 μg/mL

吸取 50.0 mL 磷标准贮备溶液(4.7)放入 100 mL 容量瓶中,加水定容。此溶液 1 mL 含磷(P)50 μg。

5 仪器、设备

通常用实验室仪器和

5.1 天平:感量 0.01 g。

5.2 振荡机(往返式,160~170 r/min)或其他相同效果的振荡机。

5.3 分光光度计。

6 试样的制备

取风干的实验室样品充分混匀后,按四分法缩减至约 100 g,粉碎,全部通过 1 mm 孔径筛,装入样品瓶中,备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶液制备

称取试样 5.00 g 置于 200 mL 塑料瓶或 250 mL 三角瓶内,加入 100.0 mL 25±1℃的柠檬酸溶液(4.2),加塞,在 25±1℃下振荡 30 min,用无磷滤纸干过滤入干燥的三角瓶中,弃去最初少量滤液。

同一试样做两个平行测定。

7.2 空白溶液制备

除不加试样外,应用的试剂和操作步骤同 7.1。

7.3 校准曲线绘制

吸取磷标准溶液(4.8)0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 于 7 个 50 mL 容量瓶中,加入与吸取试验溶液等体积的空白溶液,加水至 30 mL 左右,加入 2 滴 2,4 或 2,6-二硝基酚指示剂溶液(4.6),用氢氧化钠溶液(4.4)和硫酸溶液(4.3)调节溶液至刚呈微黄色,加入 10.0 mL 钒钼酸铵试剂(4.5),摇匀,加水定容。此溶液为 1 mL 含磷(P)0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 μg 的标准溶液系列。在室温 15℃以上条件下,放置 20 min 后(最长不超过 4 h),在分光光度计上波长 440 nm 处用 2 cm 光径比色皿,以空白溶液调节仪器零点,进行比色,读取吸光度。根据磷浓度和吸光度绘制校准曲线或求出直线回归方程。

7.4 测定

吸取 5.00 mL 试样溶液(7.1)放入 50 mL 容量瓶中,加水至 30 mL 左右,与标准溶液系列同条件显色、比色,读取吸光度。

8 分析结果的表述

速效磷(P)含量以 mg/kg 表示,按下式计算:

$$\text{速效磷(P)} = \frac{c \cdot V \cdot D}{m}$$

式中: c ——由校准曲线查得或由回归方程求得显色液磷浓度, μg/mL;

V ——显色液体积, 50 mL;

D ——分取倍数, 试样提取液体积/分取体积, 100/5;

m ——称取试样质量, g。

所得结果保留整数。

9 允许差

9.1 两平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9.2 两平行测定结果的差不得超过平均值的 5%。

附加说明：

本标准由农业部全国土壤肥料总站提出。

本标准由农业部全国土壤肥料总站、长沙土壤肥料测试中心负责起草。

本标准主要起草人苏云辉、何平安、唐昆、蒋琛、陈守伦。