

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1848—2010

中性、石灰性土壤 铵态氮、有效磷、速效钾的测定 联合浸提—比色法

Method for determination of ammonium nitrogen , available phosphorus and
rapidly-available potassium in neutrality or calcareous soil

Universal extract-colorimetric method

2010-05-20 发布

2010-09-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准起草单位：河南农业大学、全国农业技术推广服务中心。

本标准主要起草人：段铁城、高祥照、贾玮、杜森、杨素勤、赵玉正、张广俊、李伟华、郑隆凯。



中性、石灰性土壤铵态氮、有效磷、速效钾的测定 联合浸提—比色法

1 范围

本标准规定了中性、石灰性土壤铵态氮、有效磷、速效钾的速测用联合浸提—比色分析方法。
本标准适用于中性、石灰性土壤铵态氮、有效磷、速效钾进行快速测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

联合浸提剂 universal extractant

适用于较广泛类型土壤，可同时提取多种有效养分的浸提剂溶液。

4 方法提要

联合浸提剂中的 Na^+ 可以与土壤胶体表面的 NH_4^+ 和 K^+ 进行交换，连同水溶性离子一起进入溶液。碳酸氢钠可以抑制溶液中 Ca^{2+} 的活度，使某些活性较大的磷酸钙盐被浸提出来；同时也可使活性磷酸铁、铝盐水解而被浸出。

浸出液中的铵离子与纳氏试剂反应生成黄色物质，在一定浓度范围内，其颜色深浅与溶液中铵态氮含量成正比，在 420 nm 波长下测定。

浸出液中的磷酸盐与酸化的钼酸铵溶液生成磷钼杂多酸，遇氯化亚锡被还原成一种深蓝色络合物磷钼蓝，其颜色深浅与磷含量成正比，在 685 nm 波长下测定。

浸出液中的钾离子与四苯硼钠作用，生成稳定的四苯硼钾沉淀，使溶液变混浊，在一定浓度范围内，浊度与溶液中钾含量成正比，在 685 nm 波长下测定。

5 主要仪器和设备

5.1 滤光光电比色计或可见分光光度计

5.2 往复式振荡器

满足 (220 ± 20) r/min 的震荡频率和 (20 ± 5) mm 的振幅，计时误差 ≤ 5 s/5 min。

5.3 磁力搅拌仪

转速不稳定性 $\leq 1\%$ ，计时误差 ≤ 5 s/5 min。

5.4 滴管或滴瓶[每滴 (0.051 ± 0.003) mL]

6 试剂和溶液

所用试剂除注明者外均为分析纯。水为符合《分析实验室用水规格和试验方法》(GB 6682)规定的三级水标准。

6.1 (1+9)硫酸溶液

6.2 (1+1)盐酸溶液

6.3 氢氧化钠溶液(100 g/L NaOH)

称取氢氧化钠(NaOH)100 g 溶于水,用水稀释到 1 L,摇匀。

6.4 联合浸提剂(0.374 mol/L Na_2SO_4 + 0.450 mol/L NaHCO_3 , pH 8.5)

称取无水硫酸钠(Na_2SO_4)53.12 g,碳酸氢钠(NaHCO_3)37.80 g,溶于约 800 mL 水中,用(1+9)硫酸溶液(6.1)或氢氧化钠溶液(6.3),将 pH 值调至 8.5,用水定容至 1 L。

6.5 无磷活性炭

如果所用活性炭含磷,应先用 1+1 盐酸溶液(6.2)浸泡 12 h 以上,然后移放在平板漏斗上抽气过滤,用水淋洗 4 次~5 次,再用土壤联合浸提剂(6.4)浸泡 12 h 以上,在平板漏斗上抽气过滤,用水洗净碳酸氢钠,并至无磷为止,烘干备用。

6.6 铵态氮掩蔽剂(400 g/L 酒石酸钾钠溶液)

称取酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)400.0 g,溶于约 700 mL 水中(可加热助溶);另称取氢氧化钠(NaOH)20.0 g,溶于约 100 mL 水中,稍冷却后加入酒石酸钾钠溶液中,转移到容量瓶中,以水定容至 1 L。

6.7 铵态氮助色剂(50 g/L 阿拉伯胶溶液)

称取阿拉伯胶粉 50.0 g,溶于约 300 mL 沸水中;另外称取氟化钠(NaF)30.0 g,溶于约 100 mL 水中;两者相混,转移到容量瓶中,以去二氧化碳水定容至 1 L。静置过夜,取上层清液备用。

6.8 铵态氮显色剂(改进纳氏试剂)

称取碘化钾(KI)50.0 g,溶于约 50 mL 水中,边搅拌边加入饱和氯化汞(HgCl_2)溶液,直至出现少量的紫红色沉淀经充分搅拌后仍不溶解为止。缓缓加入氢氧化钾(KOH)150.0 g,搅拌使其溶解,趁热转移至 1 L 容量瓶中,冷却、定容后转移至大烧杯中,静置过夜,取上层清液备用。

6.9 铵态氮强色剂(300 g/L 氢氧化钠溶液)

称取氢氧化钠(NaOH)300.0 g,溶于约 800 mL 水中,冷却至室温后,转移到容量瓶中,以水定容至 1 L。

6.10 有效磷掩蔽剂(10 g/L 酒石酸钠溶液)

量取 305 mL 浓硫酸缓缓注入盛有约 500 mL 蒸馏水的烧杯中,放置冷却,加入 10.0 g 酒石酸钠($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),搅拌溶解后,转移到容量瓶中,加水定容至 1 L。

6.11 有效磷显色剂(35 g/L 钼酸铵溶液)

量取 146 mL 浓硫酸溶于约 500 mL 水中,冷却放置;另取 35.0 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于约 200 mL 水中;将硫酸液缓缓倒入钼酸铵溶液中,边加边搅拌,混匀后,转移到容量瓶中,加水定容至 1 L。

6.12 有效磷还原剂(20 g/L 氯化亚锡甘油溶液)

称取氯化亚锡(SnCl_2)20.0 g,溶于 100.0 mL 盐酸中(稍加热助溶,尽可能少摇动,该操作在通风橱内进行),充分溶解后转入 1 L 容量瓶中,以甘油定容,摇匀。

6.13 速效钾掩蔽剂(5 g/L 硫酸铜 + 12 g/L 酒石酸溶液)

称取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)5.0 g,酒石酸($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)12.0 g,溶于约 500 mL 水中,加入浓硫酸 200.0 mL,冷却至室温后,转移到容量瓶中,用水定容至 1 L。

6.14 速效钾助掩剂(75 g/L EDTA 二钠溶液)

称取 EDTA 二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)75.0 g, 氢氧化钠(NaOH)130.0 g 溶于适量水中, 冷却后, 转移到容量瓶中, 用水定容至 1 L。

6.15 速效钾浊度剂(62.5 g/L 四苯硼钠溶液)

称取氢氧化钠(NaOH)8.0 g 溶于约 80 mL 水中, 冷却后定容至 100 mL, 即为 2 mol/L 的氢氧化钠溶液, 备用; 另称取四苯硼钠 $[NaB(C_6H_5)_4]$ 62.5 g, 溶于约 900 mL 水中, 加入 0.5 mL 已配成的 2 mol/L 的氢氧化钠溶液, 摇匀, 转移到容量瓶中, 以水定容至 1 L, 过滤至溶液澄清。

6.16 土壤混合标准储备溶液(含 240 mg/L NH_4^+-N 、240 mg/L P_2O_5 、1 000 mg/L K_2O)

称取磷酸二氢钾(KH_2PO_4)0.460 2 g, 硫酸铵 $[(NH_4)_2SO_4]$ 1.131 9 g, 硝酸钾(KNO_3)1.732 3 g, 硫酸钾(K_2SO_4)0.061 1 g 溶于约 800 mL 水中, 加入浓硫酸(H_2SO_4)10.0 mL, 完全溶解后, 转移到容量瓶中, 以水定容至 1 L。

6.17 土壤混合标准溶液(含 2.40 mg/L NH_4^+-N 、2.40 mg/L P_2O_5 、10.0 mg/L K_2O)

吸取 1.0 mL 土壤混合标准储备溶液(6.16), 以土壤联合浸提剂(6.4)稀释至 100.0 mL, 摇匀。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

土壤样品的采集、处理和贮存参照 NY/T 1121.1。

7.2 土壤 pH 的测定

按照 NY/T 1121.2 测定土壤的 pH。当 $pH \geq 6.5$ 时, 铵态氮、有效磷、速效钾的测定采用下面方法。

7.3 试液的制备

可选 7.3.1 或 7.3.2 中一种方法

7.3.1 机械振荡法

称取 $2.5 \times (1 + \text{含水量})$ g(精确到 0.01 g)新鲜土样或 2.5 g(精确到 0.01 g)通过 2 mm 筛孔的风干试样, 置于 100 mL 锥形瓶内, 加入无磷活性炭(6.5)约 0.5 g, 加入土壤联合浸提剂(6.4)50.0 mL, 盖紧瓶塞, 保持温度 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 频率 220 r/min, 振荡 10 min, 干过滤。滤液即可用于土壤铵态氮、有效磷和速效钾的快速测定。

7.3.2 磁力搅拌仪法

称取 $2.5 \times (1 + \text{含水量})$ g(精确到 0.01 g)新鲜土样或 2.5 g(精确到 0.01 g)通过 2 mm 筛孔的风干试样, 置于 100 mL 锥形瓶内, 加入无磷活性炭(6.5)约 0.5 g, 加入土壤联合浸提剂(6.4)50.0 mL, 盖紧瓶塞, 然后放在磁力搅拌仪托盘上, 保持温度为 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 转速 1 200 r/min, 搅拌 8 min, 干过滤。滤液即可用于土壤铵态氮、有效磷和速效钾的测定。

注: 当某类型的土壤首次应用联合浸提剂测定土壤主要养分时, 建议进行联合浸提—比色法测定值与常规浸提测定值换算系数的制定(方法参见附录 A)。

7.4 铵态氮的显色和测定

7.4.1 显色

吸取土壤联合浸提剂(6.4)2.0 mL 于一只玻璃瓶中作空白, 吸取土壤混合标准溶液(6.17)2.0 mL 于另一玻璃瓶中, 吸取土壤浸提滤液(7.2)2.0 mL 于第三只玻璃瓶中, 依次加入: 土壤铵态氮掩蔽剂(6.6)6 滴, 土壤铵态氮助色剂(6.7)3 滴, 土壤铵态氮显色剂(6.8)4 滴, 土壤铵态氮强色剂(6.9)4 滴。摇匀后, 静置 10 min。

7.4.2 测定

将待测液分别转移到 10 mm 比色皿中, 在 420 nm 波长下, 以空白液调零后, 将标准液放入比色槽

中,按 7.4.2.1 或 7.4.2.2 进行测定。

7.4.2.1 直读法

在浓度测定档将标准液调值设为 48.0,然后将待测液置入比色槽中,显示数值即为试样中铵态氮含量(mg/kg)。

7.4.2.2 计算法

在吸光度测定档分别测定标准液和待测液的吸光度值。

试样中铵态氮的含量按公式(1)进行计算。

$$\text{铵态氮(N), mg/kg} = \frac{A_2}{A_1} \times 48.0 \quad (1)$$

式中:

A_1 ——标准液的吸光度值;

A_2 ——待测液的吸光度值。

平均测定结果以算术平均值表示,精确到小数点后一位。

7.5 有效磷的显色和测定

7.5.1 显色

吸取联合浸提剂(6.4)2.0 mL 于一只玻璃瓶中作空白,吸取土壤混合标准溶液(6.17)2.0 mL 于另一玻璃瓶中,吸取土壤浸提滤液(7.2)2.0 mL 于第三只玻璃瓶中,加入土壤有效磷掩蔽剂(6.10)4 滴,摇匀至无气泡,然后依次加入土壤有效磷显色剂(6.11)5 滴,土壤有效磷还原剂(6.12)1 滴。摇匀后,静置 10 min。

7.5.2 测定

将待测液分别转移到 10 mm 比色皿中,在 685 nm 波长下,以空白液调零后,将标准液放入比色槽中,按 7.5.2.1 或 7.5.2.2 进行测定。

7.5.2.1 直读法

在浓度测定档将标准液调值设为 48.0,然后将待测液置入比色槽中,显示数值即为试样中有效磷含量(P_2O_5 , mg/kg)。

7.5.2.2 计算法

在吸光度测定档分别测定标准液和待测液的吸光度值。

试样中有效磷的含量按公式(2)进行计算。

$$\text{有效磷}(P_2O_5), \text{mg/kg} = \frac{A_2}{A_1} \times 48.0 \quad (2)$$

式中:

A_1 ——标准液的吸光度值;

A_2 ——待测液的吸光度值。

平均测定结果以算术平均值表示,精确到小数点后一位。

7.6 速效钾的显色和测定

7.6.1 显色

吸取联合浸提剂(6.4)2.0 mL 于一只玻璃瓶中作空白,吸取土壤混合标准溶液(6.17)2.0 mL 于另一玻璃瓶中,吸取土壤浸提滤液(7.2)2.0 mL 于第三只玻璃瓶中,依次加入:土壤速效钾掩蔽剂(6.13)2 滴,土壤速效钾助掩剂(6.14)6 滴,土壤速效钾浊度剂(6.15)4 滴。摇匀,立即测定。

7.6.2 测定

将待测液分别转移到 10 mm 比色皿中,在 685 nm 波长下,以空白液调零后,将标准液放入比色槽中,按 7.6.2.1 或 7.6.2.2 进行测定。

7.6.2.1 直读法

在浓度测定档将标准液调值设为 200.0,然后将待测液置入比色槽中,显示数值即为试样中速效钾含量(K_2O ,mg/kg)。

7.6.2.2 计算法

在吸光度测定档分别测定标准液和待测液的吸光度值。

试样中速效钾的含量按公式(3)进行计算。

$$\text{速效钾}(K_2O), \text{mg/kg} = \frac{A_2}{A_1} \times 200.0 \quad (3)$$

式中:

A_1 ——标准液的吸光度值;

A_2 ——待测液的吸光度值。

平均测定结果以算术平均值表示,精确到小数点后一位。

8 精密度

8.1 铵态氮

平行测定相对相差 $\leq 10\%$ 。

8.2 有效磷

测定值 P_2O_5 ,mg/kg	允许差 P_2O_5 ,mg/kg
≤ 20	平行测定绝对相差 ≤ 2.0
> 20	平行测定相对相差 $\leq 10\%$

8.3 速效钾

平行测定相对相差 $\leq 10\%$ 。

9 注释

本方法铵态氮最低检出限为 0.10 mg/L,线性范围为 0.3 mg/L ~12.0 mg/L;

本方法有效磷最低检出限为 0.12 mg/L,线性范围为 0.3 mg/L~6.0 mg/L;

本方法速效钾最低检出限为 0.45 mg/L,线性范围为 2.0 mg/L~20.0 mg/L。

附录 A
(资料性附录)

联合浸提剂快速测定值与常规浸提测定值换算系数的制定方法

A.1 土壤样品采集

采集 20 个以上有代表性土壤样品,养分含量分布于高、中、低各个水平,避免过于集中,最大含量与最小含量之比应大于 3。

A.2 样品分析

A.2.1 联合浸提测定

采用本标准提供的浸提方法和适于快速测定的通用分析方法对新鲜土壤样品进行化验分析,对同一土样要进行平行测定,其相对相差不大于 8%,否则应当重测,测定后取平均值作为联合浸提快速测定结果。

A.2.2 常规浸提测定

按照 LY/T 1231—1999 森林土壤铵态氮的测定、农业行业标准 NY/T 148—1990 石灰性土壤有效磷测定方法以及 NY/T 889—2004 土壤速效钾和缓效钾含量的测定的分析方法对土壤样品进行化验分析,取得常规浸提测定值。

A.3 相关性检验

A.3.1 对照联合浸提快速测定和常规浸提测定值,对个别表现规律不同、可疑的数据进行复查或粗大误差数据剔除。将两组数据进行一元线性回归,求出回归方程 $Y = a + bX$ 的系数 a 和 b ,检验其相关系数 r ,要求 r 值的显著性水平达到 0.01,即极显著水平。

A.3.2 当相关系数达不到 0.01 显著水平时,可能是由于样本数量过小或样本中的各土壤养分含量差距过小,可将回归数据组增加一个(0,0)数据,该数据相当于把空白液作为一个测试数据,但不改变原评价相关性的自由度,增加这一数据后,如相关系数的显著性明显改善,则表明原有样本养分含量差距不够。

A.3.3 增加(0,0)数据后相关性仍无明显改善时,可能是因为速测浸提与常规浸提相关性不好,也可能是由于分析操作、数据处理失误或其它方面的原因,需进一步查找。

A.4 换算系数的确定

A.4.1 当回归方程常数项 $a=0$ 或小于允许测定误差一个数量级时,系数 b 即为所求的换算系数。

A.4.2 当回归方程常数项 a 不接近 0,但其数值小于允许测定误差的 $1/3$ 时,可在回归数据组中增加多个(0,0),对回归曲线斜率 b 进行修正,直至 a 值接近 0 时,此时回归系数 b 即为换算系数。

A.4.3 当回归方程常数项 a 大于允许测定误差的 $1/3$ 时,可使用回归方程代替换算系数。