

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2421—2013

植株全磷含量测定 钼锑抗比色法

**Determination of total phosphorus in plant—
Vanadium molybdate blue colorimetric method**

2013-09-10 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：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(石家庄)、农业部肥料质量监督检验测试中心(济南)、农业部肥料质量监督检验测试中心(郑州)、农业部肥料质量监督检验测试中心(武汉)、农业部肥料质量监督检验测试中心(广州)。

本标准主要起草人：马常宝、郑磊、谢小玲、段宵燕、钟汉奎、管泽民、王国华、郑天晓、刘雯、李海峰、张玉芳、黎汉强。

植株全磷含量测定 钼锑抗比色法

1 范围

本标准规定了以钼锑抗为显色剂,用分光光度计测定植株全磷含量的方法。
本标准适用于植株中全磷的测定。

2 规范性引用文件

下列标准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

3 原理

植株样品用硫酸—过氧化氢消化,使各种形态的磷转变成正磷酸盐,正磷酸盐与钼锑抗显色剂反应,生成磷钼蓝,蓝色溶液的吸光度与含磷量呈正比例关系,用分光光度计测定。

4 仪器和设备

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 消煮炉。
- 4.3 电子天平。
- 4.4 鼓风干燥箱。

5 试剂和溶液

所有试剂除注明外,均为分析纯。分析用水应符合 GB/T 6682 中三级及以上水的规格要求。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 硫酸

$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 1.84 g/mL。

5.2 过氧化氢

$\varphi(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$ (优级纯)。

5.3 抗坏血酸左旋

旋光度 $+21^\circ \sim 22^\circ$ 。

5.4 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 0 g,用水溶解后,加入 5 mL 硫酸(5.1),冷却后加水定容至 1 000 mL。

5.5 磷标准溶液 [$\rho(\text{P})=5 \text{ mg/L}$]

吸取 5.00 mL 磷标准贮备液(5.4),放入 100 mL 容量瓶中,加水定容。此溶液不宜长期放置。

5.6 二硝基酚指示剂

称取 2,6-二硝基酚或 2,4-二硝基酚 0.2 g,溶于 100 mL 水中。

5.7 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=6\text{ mol/L}$]

称取 240 g 氢氧化钠,溶解后定容至 1 L。

5.8 硫酸溶液[$\varphi(\text{H}_2\text{SO}_4)=5\%$]

吸取 5 mL 硫酸(5.1)缓缓加入 90 mL 水中,冷却后稀释至 100 mL。

5.9 钼锑贮备液

称 10 g 钼酸铵溶于约 60℃ 的 300 mL 水中,冷却。量取 126 mL 硫酸(5.1)缓慢倒入约 400 mL 水中,不断搅拌。放置冷却后,缓慢倒入钼酸铵溶液中。搅拌均匀后,加入 5 g/L 酒石酸锑钾 100 mL,用水稀释至 1 000 mL,避光贮存。

5.10 钼锑抗显色剂

称取 1.5 g 抗坏血酸(5.3)溶于 100 mL 钼锑贮备液(5.9)中。此溶液宜现用现配。

6 分析步骤

6.1 样品制备

6.1.1 预处理

采集到的植株如需洗涤,应在刚采集的新鲜状态时用湿棉布擦净表面污染物,然后用水淋洗 1 次~2 次后,尽快擦干。

6.1.2 新鲜植株制备样品

将新鲜植株剪碎,用四分法缩分后,立即在 80℃~90℃ 鼓风干燥箱中烘 15 min~30 min 杀青,降温至 60℃~70℃,烘干至易磨碎状态。样品稍冷后立即粉碎,使之全部通过 0.25 mm 筛,密封备用。

6.1.3 风干植株制备样品

将植株剪碎,用四分法缩分后铺成薄层,在 60℃~70℃ 的鼓风干燥箱中干燥约 12 h 至易磨碎状态。样品冷却后立即粉碎,使之全部通过 0.25 mm 筛,密封备用。

6.2 试液制备

从 6.1 所得样品中称取试样 0.25 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于消煮管底部(勿将样品黏附在管壁上)。

用水将样品浸润,10 min 后加入 8 mL 硫酸(5.1),轻轻摇匀,在管口放置一弯颈小漏斗,静置 2 h 以上。

在消煮炉内 250℃ 条件下,加热约 10 min。当消煮管冒出大量白烟后,再将消煮炉升温至 380℃,至消化溶液呈均匀的棕褐色时取下。稍冷却后,逐滴加约 2 mL 过氧化氢(5.2)至消煮管底部,摇匀。再加热至微沸,持续约 10 min,取下冷却,再加过氧化氢(5.2),继续消煮。如此重复多次,过氧化氢滴入量逐次减少,直至溶液呈清亮,再加热 30 min 以上,以赶尽剩余的过氧化氢。

将消煮管取下,冷却至室温后,用少量水冲洗漏斗,洗液流入消煮管。将消煮液转移至 100 mL 容量瓶中,冷却后定容,摇匀,用无磷滤纸干过滤后备测。

6.3 试液测定

吸取 6.2 中所得试液 2.00 mL~5.00 mL,放入 50 mL 容量瓶中,加水至约 30 mL,加 2 滴二硝基酚指示剂(5.6),用氢氧化钠溶液(5.7)或硫酸溶液(5.8)调节溶液至刚呈微黄色,然后加入 5.00 mL 钼锑抗显色剂(5.10),定容。在 20℃ 以上的环境下放置 30 min,在分光光度计波长 700 nm 处,采用 1 cm 光径比色杯,以标准曲线的零点调零后进行比色测定。

6.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤按 6.2 和 6.3 的规定操作。

6.5 标准曲线绘制

准确吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液(5.5)分

别放入 50 mL 容量瓶中,加入与试样测定同体积的空白消煮液,加水至约 30 mL,加 2 滴二硝基酚指示剂(5.6),用氢氧化钠溶液(5.7)或硫酸溶液(5.8)调节溶液至刚呈微黄色,然后加入钼锑抗显色剂(5.10)5.00 mL,用水定容。该系列标准溶液浓度为 0.00mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L 和 1.00 mg/L。测定吸光值后,绘制标准曲线。

7 水分含量测定

从 6.1 所得样品中称取试样 2 g(精确至 0.001 g),置于已知质量的铝盒或称量瓶中,于烘箱中在 (105±2)℃ 条件下烘 2 h。取出后,立即转移入干燥器中冷却至室温,称重,计算水分含量。

8 结果计算

植株中全磷(P)含量 ω 以质量分数(g/kg)表示,按式(1)计算。

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times D \times 10^{-3}}{m \times (1 - f)} \dots\dots\dots (1)$$

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 ——测定体积,单位为毫升(mL);
- D ——分取倍数,定容体积与分取体积之比;
- 10^{-3} ——mL 与 L 换算系数;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——试样水分含量。

平行测定结果用算术平均值表示,保留两位小数。

9 精密度

平行测定结果允许相对相差≤15%。