

NY

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2911—2025

代替 NY/T 2911—2016

## 测土配方施肥技术规程

Technical code of practice for soil testing and formulated fertilization

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 发布





目 次

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 2

    3.1 测土配方施肥 ..... 2

    3.2 肥料效应 ..... 2

    3.3 配方肥 ..... 2

    3.4 施肥量 ..... 2

    3.5 常规施肥 ..... 2

    3.6 优化施肥 ..... 2

    3.7 化肥利用率 ..... 2

    3.8 测土配方施肥技术覆盖率 ..... 2

4 肥料效应田间试验 ..... 2

    4.1 大田作物 ..... 2

    4.2 蔬菜 ..... 4

    4.3 果树 ..... 6

5 土壤样品采集、制备与测试 ..... 8

    5.1 土壤样品采集与田间基本情况调查 ..... 8

    5.2 土壤样品制备 ..... 10

    5.3 土壤样品测试 ..... 10

6 植株样品采集、制备与测试 ..... 12

    6.1 植物样品的采集 ..... 12

    6.2 植株样品处理与保存 ..... 13

    6.3 植物样品测试 ..... 14

7 肥料用量确定与肥料配方设计 ..... 14

    7.1 肥料用量确定 ..... 14

    7.2 肥料配方设计 ..... 16

8 配方肥生产供应 ..... 17

    8.1 配方肥生产 ..... 17

    8.2 配方肥供应 ..... 17

9 配方肥料合理施用 ..... 17

    9.1 施肥原则 ..... 17

    9.2 肥料种类 ..... 17

    9.3 施肥时期 ..... 17

    9.4 施肥方法 ..... 18

10 测土配方施肥效果评价 ..... 18

    10.1 评价指标 ..... 18

    10.2 计算方法 ..... 18

    10.3 评价要求 ..... 18

附录 A(资料性) 测土配方施肥 3414(作物名)田间试验结果汇总表 ..... 19

附录 B(资料性) 土壤采样标签(式样) ..... 21

附录 C(资料性) 测土配方施肥采样地块基本情况调查表 ..... 22

附录 D(资料性) 植物样品测定方法 ..... 23

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 NY/T 2911—2016《测土配方施肥技术规程》，与 NY/T 2911—2016 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了标准的适用范围(见第 1 章)；
- b) 修改了规范性引用文件(见第 2 章)；
- c) 增加了“化肥利用率”和“测土配方施肥技术覆盖率”的术语和定义(见 3.7、3.8)；
- d) 修改了试验实施要求(见 4.1.2)；
- e) 删除了蔬菜氮肥分期调控基追比要求(见 4.2.2.2)；
- f) 增加了蔬菜配方肥试验(见 4.2.2.3)；
- g) 增加了果树有机肥当量试验(见 4.3.2.5)；
- h) 修改了果树试验实施(见 4.3.3)；
- i) 修改了土壤样品采样单元(见 5.1.1)；
- j) 修改了土壤样品采样周期(见 5.1.3)；
- k) 修改了土壤样品采样深度(见 5.1.4)；
- l) 修改了土壤样品采样点数量(见 5.1.5)；
- m) 修改了土壤样品制备(见 5.2)；
- n) 修改了土壤样品水解性氮、铵态氮、硝态氮、有效磷的引用标准(见 5.3.9.2、5.3.9.3、5.3.9.4、5.3.10、5.3.15)；
- o) 修改了测土配方施肥土壤样品测试项目汇总表(见表 10)；
- p) 修改了蔬菜样品的采集(见 6.1.2.4)；
- q) 修改了植株样品测试(见 6.3)；
- r) 删除了植株营养诊断(见 6.4)；
- s) 删除了品质测定(见 6.5)；
- t) 修改了测土配方施肥植株样品测试项目汇总表(见表 11)；
- u) 修改了测土推荐法(见 7.1.1)；
- v) 修改了氮素实时监控方法(见 7.1.1.1)；
- w) 修改了磷钾养分恒量监控(见 7.1.1.2)；
- x) 修改了中微量元素养分矫正施肥方法(见 7.1.1.3)；
- y) 修改了养分平衡法(见 7.1.4)；
- z) 增加了有机肥施用(见 7.1.5)；
- aa) 修改了区域施肥单元确定与肥料配方设计(见 7.2.2)；
- bb) 增加了配方肥生产供应(见第 8 章)；
- cc) 修改了配方肥料合理施用(见第 9 章)；
- dd) 增加了测土配方施肥效果评价(见第 10 章)；
- ee) 修改了附录(见附录 A、附录 B、附录 C)。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由农业农村部肥料标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：全国农业技术推广服务中心、中国农业大学、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、西南大学、中国磷复肥工业协会、江苏省耕地质量与农业环境保护站、上海市农业技术推广中心、

山东农业大学、西北农林科技大学、河南省土壤肥料站、安徽省土壤肥料总站、甘肃省耕地质量建设保护总站、新疆维吾尔自治区土壤肥料工作站、北京市农业技术推广站、湖南省土壤肥料工作站、新洋丰农业科技股份有限公司。

本文件主要起草人：杜森、徐洋、陈新平、傅国海、周璇、张卫峰、李俊、梁永红、修学峰、朱恩、姜远茂、王朝辉、陈宏坤、胡江鹏、钟永红、孙笑梅、余忠、郭世乾、汤明尧、曲明山、吴远帆。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2016 年首次发布为 NY/T 2911—2016；

——本次为第一次修订。



# 测土配方施肥技术规程

## 1 范围

本文件规定了测土配方施肥过程中肥料效应田间试验、土壤和植株样品采集制备与测试、肥料用量确定与配方设计、配方肥生产供应与合理施用、测土配方施肥效果评价等内容的基本方法和操作规程。

本文件适用于农业生产中测土配方施肥技术的实施。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的引用是必不可少的。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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 32737 土壤硝态氮的测定 紫外分光光度法
- HJ 649 土壤可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法
- HJ 746 土壤氧化还原电位的测定 电位法
- LY/T 1228 森林土壤氮的测定
- LY/T 1242 森林土壤石灰施用量的测定
- LY/T 1243 森林土壤阳离子交换量的测定
- LY/T 1251 森林土壤水溶性盐分分析
- NY/T 52 土壤水分测定法
- NY/T 53 土壤全氮测定法(半微量开氏法)
- NY/T 295 中性土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定
- NY/T 497 肥料效应鉴定田间试验技术规程
- NY/T 889 土壤速效钾和缓效钾含量的测定
- NY/T 890 土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定 二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法
- NY/T 1112 配方肥料
- 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
- NY/T 1121.3 土壤检测 第3部分:土壤机械组成的测定
- NY/T 1121.4 土壤检测 第4部分:土壤容重的测定
- NY/T 1121.5 土壤检测 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- NY/T 1121.6 土壤检测 第6部分:土壤有机质的测定
- NY/T 1121.7 土壤检测 第7部分:土壤有效磷的测定
- NY/T 1121.8 土壤检测 第8部分:土壤有效硼的测定
- NY/T 1121.9 土壤检测 第9部分:土壤有效钼的测定
- NY/T 1121.13 土壤检测 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- NY/T 1121.14 土壤检测 第14部分:土壤有效硫的测定
- NY/T 1121.15 土壤检测 第15部分:土壤有效硅的测定
- NY/T 1121.16 土壤检测 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- NY/T 1121.17 土壤检测 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- NY/T 1121.18 土壤检测 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定
- NY/T 1121.22 土壤检测 第22部分:土壤田间持水量的测定环刀法

|           |          |        |
|-----------|----------|--------|
| NY/T 1535 | 肥料合理使用准则 | 微生物肥料  |
| NY/T 1868 | 肥料合理使用准则 | 有机肥料   |
| NY/T 1869 | 肥料合理使用准则 | 钾肥     |
| NY/T 2419 | 植株全氮含量测定 | 自动定氮仪法 |
| NY/T 2420 | 植株全钾含量测定 | 火焰光度计法 |
| NY/T 2421 | 植株全磷含量测定 | 钼锑抗比色法 |

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**测土配方施肥** **soil testing and formulated fertilization**

以土壤测试和肥料田间试验为基础,根据作物需肥规律、土壤供肥性能和肥料效应,提出氮、磷、钾及中、微量元素和有机肥等肥料的施用品种、数量、时期和方法。

#### 3.2

**肥料效应** **fertilizer response**

肥料对作物产量或品质的作用效果,通常以肥料单位养分的施用量所能获得的作物增产量、品质提升和效益增值表示。

#### 3.3

**配方肥** **formula fertilizer**

以土壤测试、肥料田间试验为基础,根据作物需肥规律、土壤供肥性能和肥料效应设计配方,由此生产或配制成的适合于特定区域、特定作物的肥料。

#### 3.4

**施肥量** **fertilizer application rate**

施于土壤或其他生长介质中的肥料数量。

#### 3.5

**常规施肥** **conventional fertilization**

当地有代表性的农户前三年平均施肥量(主要指氮、磷、钾肥)、施肥品种、施肥方法和施肥时期,可通过农户调查确定,亦称习惯施肥。

#### 3.6

**优化施肥** **optimized fertilization**

针对某一区域的土壤肥力水平和作物需肥特点、肥料利用效率和配套栽培技术而建立的最佳施肥模式。

#### 3.7

**化肥利用率** **fertilizer utilization rate**

作物从所施化肥中吸收的养分占化肥中该种养分总量的百分数。

#### 3.8

**测土配方施肥技术覆盖率** **soil testing and formulated fertilization cover rate**

主要农作物测土配方施肥面积占其播种面积的百分比。

### 4 肥料效应田间试验

#### 4.1 大田作物

##### 4.1.1 试验设计

##### 4.1.1.1 试验设计原则

推荐采用“3414”试验设计。“3414”指氮磷钾 3 个因素、4 个水平、14 个处理。在具体实施过程中,可

根据研究目的,选用“3414”完全试验方案、部分试验方案或单因素多水平等其他试验方案。

4.1.1.2 “3414”完全试验方案

如表 1 所示。

表 1 “3414”完全试验方案

| 试验编号 | 处理            | N | P | K |
|------|---------------|---|---|---|
| 1    | $N_0 P_0 K_0$ | 0 | 0 | 0 |
| 2    | $N_0 P_2 K_2$ | 0 | 2 | 2 |
| 3    | $N_1 P_2 K_2$ | 1 | 2 | 2 |
| 4    | $N_2 P_0 K_2$ | 2 | 0 | 2 |
| 5    | $N_2 P_1 K_2$ | 2 | 1 | 2 |
| 6    | $N_2 P_2 K_2$ | 2 | 2 | 2 |
| 7    | $N_2 P_3 K_2$ | 2 | 3 | 2 |
| 8    | $N_2 P_2 K_0$ | 2 | 2 | 0 |
| 9    | $N_2 P_2 K_1$ | 2 | 2 | 1 |
| 10   | $N_2 P_2 K_3$ | 2 | 2 | 3 |
| 11   | $N_3 P_2 K_2$ | 3 | 2 | 2 |
| 12   | $N_1 P_1 K_2$ | 1 | 1 | 2 |
| 13   | $N_1 P_2 K_1$ | 1 | 2 | 1 |
| 14   | $N_2 P_1 K_1$ | 2 | 1 | 1 |

注:表中的“0”代表不施肥,“2”代表当地推荐施肥量,“1”代表“2”施肥量的 50%,“3”代表“2”施肥量的 150%。

4.1.1.3 “3414”部分试验方案

- a) 若仅研究氮、磷、钾中某两个养分效应,可采用“3414”部分试验方案。其中,非研究养分选取 2 水平。

如研究氮、磷养分效应的“3414”部分试验方案见表 2 所示。

表 2 氮磷养分研究的“3414”部分试验方案

| 处理编号 | “3414”方案处理编号 | 处理            | N | P | K |
|------|--------------|---------------|---|---|---|
| 1    | 1            | $N_0 P_0 K_0$ | 0 | 0 | 0 |
| 2    | 2            | $N_0 P_2 K_2$ | 0 | 2 | 2 |
| 3    | 3            | $N_1 P_2 K_2$ | 1 | 2 | 2 |
| 4    | 4            | $N_2 P_0 K_2$ | 2 | 0 | 2 |
| 5    | 5            | $N_2 P_1 K_2$ | 2 | 1 | 2 |
| 6    | 6            | $N_2 P_2 K_2$ | 2 | 2 | 2 |
| 7    | 7            | $N_2 P_3 K_2$ | 2 | 3 | 2 |
| 8    | 11           | $N_3 P_2 K_2$ | 3 | 2 | 2 |
| 9    | 12           | $N_1 P_1 K_2$ | 1 | 1 | 2 |

注:表中的“0”代表不施肥,“2”代表当地推荐施肥量,“1”代表“2”施肥量的 50%,“3”代表“2”施肥量的 150%。

- b) 若为了取得土壤养分供应量、作物吸收养分量、土壤养分丰缺指标等参数,推荐采用表 3 所示的 5 处理“3414”部分试验方案。5 个处理包括:空白对照(CK)、无氮区(PK)、无磷区(NK)、无钾区(NP)和氮、磷、钾区(NPK)。

表 3 5 处理“3414”部分试验方案

| 处理        | “3414”方案处理编号 | 处理            | N | P | K |
|-----------|--------------|---------------|---|---|---|
| 空白对照(CK)  | 1            | $N_0 P_0 K_0$ | 0 | 0 | 0 |
| 无氮区(PK)   | 2            | $N_0 P_2 K_2$ | 0 | 2 | 2 |
| 无磷区(NK)   | 4            | $N_2 P_0 K_2$ | 2 | 0 | 2 |
| 无钾区(NP)   | 8            | $N_2 P_2 K_0$ | 2 | 2 | 0 |
| 氮磷钾区(NPK) | 6            | $N_2 P_2 K_2$ | 2 | 2 | 2 |

- c) 若研究有机肥料效应,可在表 3 所示试验设计的基础上增加一个有机肥处理区,该区有机肥用量的确定依据:以有机肥中氮当量为研究目的,以氮磷钾区中氮的用量为依据确定;以有机肥中磷或钾为研究目的,则以氮磷钾区中磷或钾的用量为依据确定。
- d) 若研究中(微)量元素效应,可在表 3 所示试验设计的基础上增加一个中(微)量元素处理区,该区的氮磷钾用量与氮磷钾区相同,仅增加中(微)量元素用量。
- e) 若研究化肥利用率,可在表 3 所示试验设计的基础上减去空白对照处理区。

#### 4.1.2 试验实施

##### 4.1.2.1 试验地选择

- a) 宜选择平坦、齐整、肥力均匀,具有代表性的同等肥力水平的地块。试验地为坡地时,应尽量选择坡度平缓、肥力差异较小的地块。
- b) 试验地应避开道路、有土传病害、堆肥场所或前期施用大量有机肥、秸秆集中还田的地块及院墙、高大建筑物、林木遮阴阳光不充足等特殊地块。
- c) 除长期定位试验外,同一地块不应连续布置试验。
- d) 试验地前茬作物,不能施用缓控释肥等可能对试验结果产生较大影响的肥料。

##### 4.1.2.2 试验作物品种选择

应选择当地主栽或拟推广的品种。

##### 4.1.2.3 试验准备

整平土地,设置保护行,根据试验设计方案进行试验小区区划。如水稻试验,小区之间应做小埂,小埂高度不低于 20 cm、宽度不小于 30 cm,小埂应用塑料膜包覆,深度不少于 30 cm;对玉米、棉花等试验,在雨水较多的种植区,试验小区之间应采取开沟、筑埂的方法,避免雨水径流影响。

小区应单灌单排,避免串灌串排。

##### 4.1.2.4 试验小区

各小区面积应一致。密植作物,如水稻、小麦、谷子等,小区面积应不小于 20 m<sup>2</sup>;中耕作物,如玉米、高粱、棉花等,小区面积应不小于 40 m<sup>2</sup>。如采取机械施肥、水肥一体化等施肥方式,试验小区面积可适当增大。

小区形状一般为长方形。面积较大时,长宽比以(3~5):1 为宜;面积较小时,长宽比以(2~3):1 为宜。

##### 4.1.2.5 试验重复

对“3414”完全试验方案,若同一生长季、同一作物、同一试验内容在不同地方布置 10 个以上试验,可不设重复,否则每个试验应设不少于 3 次重复。“3414”部分试验应设不少于 3 次重复。采用随机区组排列,区组内土壤、地形等条件应相对一致。

##### 4.1.2.6 田间管理与观察记载

按照 NY/T 497 的相关规定进行田间管理和观察记载。田间试验结果应适时记载,试验结果汇总表见附录 A。

#### 4.1.3 试验统计分析

按 NY/T 497 的规定执行。

### 4.2 蔬菜

#### 4.2.1 试验设计原则

推荐采用“2+X”试验设计。“2”代表常规施肥和优化施肥 2 个处理,“X”代表如氮肥总量控制、氮肥分期调控、配方施肥、有机肥当量、肥水优化管理、氮营养规律等拟研究内容的试验设计。“2”为必做试验,“X”为选做内容。

#### 4.2.2 “X”动态优化施肥试验设计

##### 4.2.2.1 氮肥总量控制(X1)试验

X1 试验方案如表 4 所示。

表 4 X1 试验方案

| 试验编号                                                                 | 试验内容      | 处理                                           | N | P | K |
|----------------------------------------------------------------------|-----------|----------------------------------------------|---|---|---|
| 1                                                                    | 不施化学氮肥区   | N <sub>0</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | 0 | 2 | 2 |
| 2                                                                    | 70%的优化氮区  | N <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | 1 | 2 | 2 |
| 3                                                                    | 优化氮区      | N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | 2 | 2 | 2 |
| 4                                                                    | 130%的优化氮区 | N <sub>3</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | 3 | 2 | 2 |
| 注:表中“0”代表不施化学氮肥,“2”代表当地生产条件下的推荐值,“1”代表“2”施氮量的 70%,“3”代表“2”施氮量的 130%。 |           |                                              |   |   |   |

4.2.2.2 氮肥分期调控(X2)试验

- 设 3 个处理:
- a) 常规施肥;
  - b) 根据蔬菜作物营养需要的基追比;
  - c) 氮肥全部追施。追肥应根据蔬菜营养规律分次施用,每次追施氮量控制在 2 kg/667 m<sup>2</sup> ~ 7 kg/667 m<sup>2</sup>。不同蔬菜及灌溉模式下推荐追肥次数见表 5。

表 5 不同蔬菜、栽培方式及灌溉模式下推荐追肥次数

| 蔬菜种类 | 栽培方式 |      | 追肥次数  |       |
|------|------|------|-------|-------|
|      |      |      | 畦灌    | 滴灌    |
| 叶菜类  | 露地   |      | 2~4   | 5~8   |
|      | 设施   |      | 3~4   | 6~9   |
| 果类蔬菜 | 露地   |      | 5~6   | 8~10  |
|      | 设施   | 一年两茬 | 5~8   | 8~12  |
|      |      | 一年一茬 | 10~12 | 15~18 |

4.2.2.3 蔬菜配方施肥(X3)试验

- 设 4 个处理:
- a) 常规施肥;
  - b) 区域大配方施肥处理(大区域氮磷钾配比,包括基肥型和追肥型);
  - c) 局部小调整施肥处理(根据当地土壤养分含量进行适当调整);
  - d) 新型肥料处理(选择在当地有推广价值且养分配比适合供试蔬菜的新型肥料如有机-无机复混肥、缓控释肥料、稳定性肥料等)。

4.2.2.4 有机肥当量(X4)试验

设 6 个处理,X4 试验方案如表 6 所示。所有处理的磷、钾养分投入一致,且以当地常规施肥为准,全做底肥施用。施用的有机肥选用当地有代表性并完全腐熟的种类。

表 6 X4 试验方案

| 试验编号                                          | 处理                            | 有机肥提供氮占<br>总氮投入量比例 | 化肥提供氮占<br>总氮投入量比例 |
|-----------------------------------------------|-------------------------------|--------------------|-------------------|
| 1                                             | M <sub>0</sub> N <sub>0</sub> | —                  | —                 |
| 2                                             | M <sub>1</sub> N <sub>0</sub> | 1                  | 0                 |
| 3                                             | M <sub>3</sub> N <sub>1</sub> | 3/4                | 1/4               |
| 4                                             | M <sub>2</sub> N <sub>2</sub> | 1/2                | 1/2               |
| 5                                             | M <sub>1</sub> N <sub>3</sub> | 1/4                | 3/4               |
| 6                                             | M <sub>0</sub> N <sub>4</sub> | 0                  | 1                 |
| 注 1:M 代表有机肥,氮量以总氮计。<br>注 2:有机肥为基施,化学氮肥采用追施方式。 |                               |                    |                   |

4.2.2.5 肥水优化管理(X5)试验

设 3 个处理:

- a) 当地传统肥水管理模式；
- b) 优化肥水管理模式(在当地传统肥水管理模式下,依据作物水分需求规律调控节水灌溉量)；
- c) 微灌技术管理模式。其中处理 b 和处理 c,施肥量和施肥次数要与灌溉模式相匹配,可根据实际需要设计不同追肥次数和比例处理。

4.2.2.6 氮营养规律研究(X6)试验

根据蔬菜生长和营养规律特点,采用表 7 所示的试验设计。其中,磷、钾肥用量应采用推荐用量;有机肥根据各地情况选择施用或者不施,如选择施用,按照当地习惯,但所有处理应保持一致。

表 7 X6 试验方案

| 试验编号                                                                                                        | 处理                                                                                           | M   | N | P | K |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|-----|---|---|---|
| 1                                                                                                           | MN <sub>0</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> / N <sub>0</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | +/- | 0 | 2 | 2 |
| 2                                                                                                           | MN <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> / N <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | +/- | 1 | 2 | 2 |
| 3                                                                                                           | MN <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> / N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | +/- | 2 | 2 | 2 |
| 4                                                                                                           | MN <sub>3</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> / N <sub>3</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | +/- | 3 | 2 | 2 |
| 注 1:表中的“+”代表施用有机肥,“-”代表不施有机肥。<br>注 2:表中的“0”代表不施氮肥,“2”代表适合于当地生产条件下的推荐施肥量,“1”代表“2”施氮量的 50%,“3”代表“2”施氮量的 150%。 |                                                                                              |     |   |   |   |

4.2.3 试验实施

4.2.3.1 试验地选择

按 4.1.2.1 的规定执行。

4.2.3.2 试验品种选择

宜选择当地主栽种类的代表性品种。

4.2.3.3 试验准备

蔬菜田需要在小区之间采用塑料膜或塑料板隔开,埋深至少 50 cm,避免小区间肥水相互渗透。其他内容按照 4.1.2.3 的规定执行。

4.2.3.4 试验小区

露地蔬菜和设施蔬菜的小区面积应分别大于 20 m<sup>2</sup>和 15 m<sup>2</sup>,并至少 5 行或者 3 畦,各小区面积应一致。小区形状一般为长方形。

4.2.3.5 试验重复

“2”试验可不设重复,但小区面积应大于 4.2.3.4 的规定。“X”试验应至少设 3 次重复,定位试验不少于 3 年。采用随机区组排列,区组内土壤、地形等条件应相对一致。“X”试验可与“2”试验在同一试验条件下进行,也可单独布置。

4.2.3.6 田间管理与观察记载

按照 NY/T 497 的相关规定进行田间管理和观察记载。必要时,在蔬菜生长期进行植株样品的采集和分析。

4.2.3.7 试验统计分析

按 NY/T 497 的规定执行。

4.3 果树

4.3.1 试验设计原则

推荐采用“2+X”试验设计。“2”代表常规施肥和优化施肥 2 个处理,“X”代表如氮肥总量控制、氮肥分期调控、配方肥、有机肥当量、中(微)量元素试验等拟研究内容的试验设计。“2”为必做试验,“X”为选做内容。

4.3.2 “X”动态优化施肥试验设计

4.3.2.1 氮肥总量控制(X1)试验

X1 试验方案如表 8 所示。

表 8 X1 试验方案

| 试验编号                                                                                                                                                                                                                                       | 试验内容      | 处理                                            | M | N | P | K |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|-----------------------------------------------|---|---|---|---|
| 1                                                                                                                                                                                                                                          | 不施化学氮区    | MN <sub>0</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | + | 0 | 2 | 2 |
| 2                                                                                                                                                                                                                                          | 70%的优化氮区  | MN <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | + | 1 | 2 | 2 |
| 3                                                                                                                                                                                                                                          | 优化氮区      | MN <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | + | 2 | 2 | 2 |
| 4                                                                                                                                                                                                                                          | 130%的优化氮区 | MN <sub>3</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | + | 3 | 2 | 2 |
| <p>注 1:表中“M”代表有机肥料;“+”代表施用有机肥,其种类在当地应该有代表性,有机肥的氮磷钾养分含量需要测定,施用数量在当地为中等偏下水平,一般宜为 1 m<sup>3</sup>/667 m<sup>2</sup>~3 m<sup>3</sup>/667 m<sup>2</sup>。</p> <p>注 2:表中“0”代表不施化学氮肥,“2”代表适合于当地生产条件下的推荐施肥量,“1”代表“2”施氮量的 70%,“3”代表“2”施氮量的 130%。</p> |           |                                               |   |   |   |   |

4.3.2.2 氮肥分期调控(X2)试验

设 3 个处理:

- a) 一次性施氮肥,根据当地农民习惯的一次性施氮肥时期(如苹果在 3 月上中旬);
- b) 分次施氮肥,根据果树营养规律分次施用(如苹果分春、夏、秋 3 次施用);
- c) 分次简化施氮肥,根据果树营养规律及土壤特性在处理 b 基础上进行简化(如苹果可简化为夏秋两次施肥)。在采用优化施氮肥量的基础上,磷钾根据果树需肥规律与氮肥按优化比例投入。

4.3.2.3 果树配方施肥(X3)试验

设 4 个处理:

- a) 常规施肥;
- b) 区域大配方施肥处理(大区域氮磷钾配比,包括基肥型和追肥型);
- c) 局部小调整施肥处理(根据当地土壤养分含量进行适当调整);
- d) 新型肥料处理(选择在当地有推广价值且养分配比适合供试果树的新型肥料如有机—无机复混肥、缓控释肥料等)。

4.3.2.4 中微量元素(X4)试验

果树中微量元素主要包括 Ca、Mg、S、Fe、Zn、Mn、B 等,按照因缺补缺的原则,在氮磷钾肥优化的基础上,试验以叶面喷施为主,在果树关键生长期施用,喷施次数相同,喷施浓度根据肥料种类和养分含量换算成适宜的百分比浓度,各处理喷施用水量相同。

设 3 个处理:

- a) 不施肥处理,即不施中微量元素肥料;
- b) 全施肥处理,根据区域及土壤背景设置施入可能缺乏的一种或多种中微量元素肥料;
- c) 减素施肥处理,在处理 b 基础上,减去某一个中微量元素肥料。

4.3.2.5 有机肥当量(X5)试验

试验设 6 个处理,分别为有机肥氮和化学氮的不同配比,X5 试验方案见表 9。所有处理的磷、钾养分投入一致,全做底肥施用。施用的有机肥选用当地有代表性并完全腐熟的种类。

表 9 X5 试验方案

| 试验编号                                                     | 处理                            | 有机肥提供氮占<br>总氮投入量比例 | 化肥提供氮占<br>总氮投入量比例 |
|----------------------------------------------------------|-------------------------------|--------------------|-------------------|
| 1                                                        | M <sub>0</sub> N <sub>0</sub> | —                  | —                 |
| 2                                                        | M <sub>1</sub> N <sub>0</sub> | 1                  | 0                 |
| 3                                                        | M <sub>3</sub> N <sub>1</sub> | 3/4                | 1/4               |
| 4                                                        | M <sub>2</sub> N <sub>2</sub> | 1/2                | 1/2               |
| 5                                                        | M <sub>1</sub> N <sub>3</sub> | 1/4                | 3/4               |
| 6                                                        | M <sub>0</sub> N <sub>4</sub> | 0                  | 1                 |
| <p>注 1:M 代表有机肥,氮量以总氮计。</p> <p>注 2:有机肥为基施,化学氮肥采用追施方式。</p> |                               |                    |                   |

4.3.3 试验实施

#### 4.3.3.1 试验地选择

按 4.1.2.1 的规定执行。另外,应调查了解果园限制性因素,如土层厚度、障碍层、碳酸钙含量、土壤酸碱度等,选择科技意识较强的农户和具有土地利用历史记录的地块布置试验。

#### 4.3.3.2 试验果树树种和品种选择

田间试验应选择当地主栽果树树种或拟推广树种;北方应选苹果、梨、桃、葡萄和樱桃等,南方应选柑橘、香蕉、菠萝和荔枝等。树龄应以不同树种及品种盛果期树龄为主,乔砧果树推荐以 10 年~20 年生盛果期大树为宜,矮化密植果树推荐以 8 年~15 年生盛果期大树为宜。

#### 4.3.3.3 试验准备

试验应选择树龄、树势和产量相对一致的果树。一般选择同行相邻不少于 4 株果树作一个重复。试验前采集土壤样品,按照测试要求制备土样。

#### 4.3.3.4 试验小区

小区面积应不少于 4 棵同树龄果树,以供试果树栽培规格为基础,每个处理实际株数的树冠垂直投影区加行间面积计算小区面积。

#### 4.3.3.5 试验重复

按 4.2.3.5 的规定执行。

#### 4.3.3.6 施肥方法

以放射沟和条沟法为主,或采用经过试验验证的高产施肥方法。

#### 4.3.3.7 施肥时期

“X”动态优化施肥试验根据不同试验目的设计施肥时期,“2”试验根据果树年生长周期特点和高产栽培经验进行不同时期的肥料种类和数量分配,一般北方落叶果树按照萌芽期(3 月上旬)、花芽分化期(6 月中旬)、果实膨大期(7 月—8 月)和采收后(秋冬季)分 3 个~4 个时期进行;常绿果树根据栽培目标分促梢肥、促花肥、膨果肥、采果肥等进行。

#### 4.3.3.8 田间管理与观察记载

按照 NY/T 497 的相关规定进行田间管理和观察记载。试验前采集基础土样进行测定,在果树营养性春梢停长、秋梢尚未萌发,叶片养分相对稳定期采集叶片样品,收获期采集果实样品,分别进行叶片养分与果实品质测试。

#### 4.3.3.9 试验统计分析

按 NY/T 497 的规定执行。

### 5 土壤样品采集、制备与测试

#### 5.1 土壤样品采集与田间基本情况调查

土壤样品采集应具有代表性和可比性,并根据不同分析项目采取相应的采样和处理方法。

##### 5.1.1 采样单元

根据土壤类型、土地利用方式和行政区划,将采样区域划分为若干个采样单元,每个采样单元的土壤性状要尽可能均匀一致。在确定采样点位时,形成采样点位图。实际采样时严禁随意变更采样点,若有变更应注明理由。

在采样之前进行农户调查,选择有代表性地块。提供区域测土配方施肥服务的,根据土壤类型、种植制度等因素,采样单元一般为  $66\ 667\text{ m}^2 \sim 1\ 333\ 334\text{ m}^2$  (即 100 亩~2 000 亩),若种植制度、土壤状况相似,可代表周边  $1\ 333\ 334\text{ m}^2 \sim 6\ 666\ 667\text{ m}^2$  (即 2 000 亩~10 000 亩)面积。采样集中在位于每个采样单元相对中心位置的有代表性地块(同一农户的地块),采样地块面积为  $667\text{ m}^2 \sim 66\ 667\text{ m}^2$  (即 1 亩~100 亩)。

提供个性化测土配方施肥服务的,可以农户地块为土壤采样单元。

采样时进行定位,记录采样地块中心点的经纬度,精确至秒。

##### 5.1.2 采样时间

大田作物一般在秋季作物收获后、整地施基肥前采集;蔬菜一般在收获后或播种施肥前采集,设施蔬

菜在晾棚或土壤消毒未施基肥前采集；果树在上一个生育期果实采摘后下一个生育期开始之前采集。

5.1.3 采样周期

同一采样单元，土壤有机质、pH、水解性氮、有效磷、速效钾等一般不少于3年采集1次；全氮、中量元素、微量元素一般5年采集1次。肥料效应田间试验每季采样1次。尽量进行周期性原位取样。

5.1.4 采样深度

大田作物和蔬菜采样深度为0 cm~20 cm；果树采样深度为0 cm~60 cm，分为0 cm~30 cm、30 cm~60 cm采集基础土壤样品。如果果园土层薄(<60 cm)，则按照土层实际深度采集，或只采集0 cm~30 cm土层；用于土壤无机氮含量测定的采样深度应根据不同作物、不同生育期的主要根系分布深度来确定。

5.1.5 采样点数量

采样应多点混合，每个样点由5个~20个分点混合而成。

5.1.6 采样路线

采样时应沿着一定的线路，按照“随机”“等量”和“多点混合”的原则进行采样。一般采用“S”形布点采样。在地形变化小、地力较均匀、采样单元面积较小的情况下，也可采用“梅花”形布点采样(图1)。要避开路边、田埂、沟边、肥堆等特殊部位。混合样点的样品采集要根据沟、垄面积的比例确定沟、垄采样点数量。

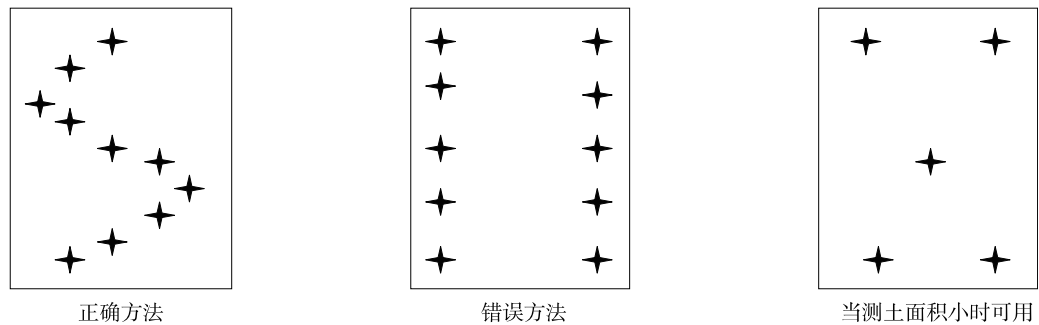


图1 采样线路示意图

5.1.7 采样方法

每个采样分点的取土深度及采样量应保持一致，土样上层与下层的比例要相同。取样器应垂直于地面入土。用取土铲取样应先铲出一个耕层断面，再平行于断面取土。所有样品采集过程中应防止各种污染。果树要在树冠滴水线附近或以树干为圆点向外延伸到树冠边缘的2/3处采集，距施肥沟(穴)10 cm左右，避开施肥沟(穴)，每株对角采2点。有滴灌设施的要避开滴灌头湿润区。

5.1.8 样品量

混和土样以取土1 kg左右为宜(用于田间试验和耕地地力评价的土样取土在2 kg以上，长期保存备用)，可用四分法将多余的土壤弃去。方法是将采集的土壤样品放在盘子里或塑料布上，弄碎、混匀，弃去石块、植物残体等杂物，铺成正方形，划对角线将土样分成4份，把对角的2份分别合并成1份，保留1份，弃去1份。如果所得的样品依然很多，可再用四分法处理，直至所需数量为止(图2)。

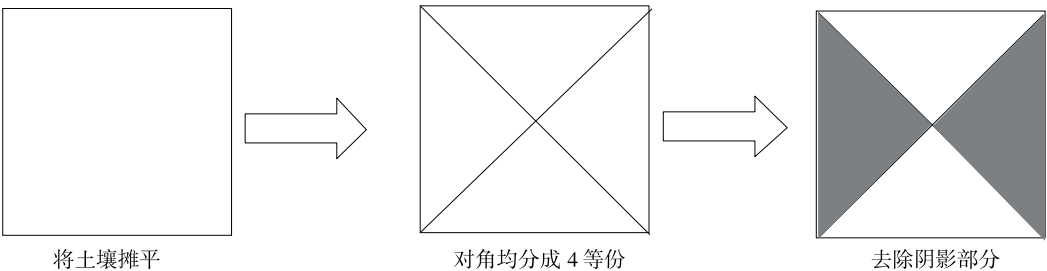


图2 四分法取土样说明

### 5.1.9 样品标记

采集的样品放入统一的塑料袋或牛皮纸样品袋,用铅笔写好标签,标签选择防水材质,内外各一张。采样标签样式见附录 B。

### 5.1.10 田间基本情况调查

在土壤取样的同时,调查取样点田间基本情况,填写测土配方施肥采样地块基本情况调查表,见附录 C。

## 5.2 土壤样品制备

按 NY/T 1121.1 的规定执行。

## 5.3 土壤样品测试

### 5.3.1 土壤质地

按 NY/T 1121.3 的规定执行。

### 5.3.2 土壤容重

按 NY/T 1121.4 的规定执行。

### 5.3.3 土壤水分

#### 5.3.3.1 土壤含水量

按 NY/T 52 的规定执行。

#### 5.3.3.2 土壤田间持水量

按 NY/T 1121.22 的规定执行。

#### 5.3.4 土壤酸碱度和石灰需要量

##### 5.3.4.1 土壤 pH

按 NY/T 1121.2 的规定执行。

##### 5.3.4.2 土壤交换酸

按 HJ 649 的规定执行。

##### 5.3.4.3 石灰需要量

按 LY/T 1242 的规定执行。

### 5.3.5 土壤阳离子交换量

石灰性土壤按 NY/T 1211.5 的规定执行;中性土壤按 NY/T 295 的规定执行;酸性土壤按 LY/T 1243 的规定执行。

### 5.3.6 土壤水溶性盐分

#### 5.3.6.1 土壤水溶性盐总量

按 NY/T 1121.16 的规定执行。

#### 5.3.6.2 碳酸盐和重碳酸盐

按 LY/T 1251 的规定执行。

#### 5.3.6.3 氯离子

按 NY/T 1121.17 的规定执行。

#### 5.3.6.4 硫酸根离子

按 NY/T 1121.18 的规定执行。

#### 5.3.6.5 水溶性钙、镁离子

按 LY/T 1251 的规定执行。

#### 5.3.6.6 水溶性钾、钠离子

按 LY/T 1251 的规定执行。

### 5.3.7 土壤氧化还原电位

按 HJ 746 的规定执行。

### 5.3.8 土壤有机质

按 NY/T 1121.6 的规定执行。

5.3.9 土壤氮

5.3.9.1 土壤全氮

按 NY/T 53 的规定执行。

5.3.9.2 土壤水解性氮

按 LY/T 1228 的规定执行。

5.3.9.3 土壤铵态氮

按 LY/T 1228 的规定执行。

5.3.9.4 土壤硝态氮

按 GB/T 32737 的规定执行。

5.3.10 土壤有效磷

按 NY/T 1121.7 的规定执行。

5.3.11 土壤钾

5.3.11.1 土壤缓效钾

按 NY/T 889 的规定执行。

5.3.11.2 土壤速效钾

按 NY/T 889 的规定执行。

5.3.12 土壤交换性钙镁

按 NY/T 1121.13 的规定执行。

5.3.13 土壤有效硫

按 NY/T 1121.14 的规定执行。

5.3.14 土壤有效硅

按 NY/T 1121.15 的规定执行。

5.3.15 土壤有效铜、锌、铁、锰

按 NY/T 890 的规定执行,土壤 pH 小于 6 时参照该方法执行。

5.3.16 土壤有效硼

按 NY/T 1121.8 的规定执行。

5.3.17 土壤有效钼

按 NY/T 1121.9 的规定执行。

5.3.18 土壤样品测试项目和方法

测土配方施肥土壤样品测试项目和方法见表 10。

表 10 测土配方施肥土壤样品测试项目和方法

| 测试项目 |           | 大田作物 | 蔬菜 | 果树 | 参照标准         |
|------|-----------|------|----|----|--------------|
| 1    | 土壤质地,指测法  | 必测   | —  | —  |              |
| 2    | 土壤质地,比重计法 | 选测   | —  | —  | NY/T 1121.3  |
| 3    | 土壤容重      | 选测   | —  | —  | NY/T 1121.4  |
| 4    | 土壤含水量     | 选测   | —  | —  | NY/T 52      |
| 5    | 土壤田间持水量   | 选测   | —  | —  | NY/T 1121.22 |
| 6    | 土壤 pH     | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 1121.2  |
| 7    | 土壤交换酸     | 选测   | —  | —  | HJ 649       |
| 8    | 石灰需要量     | 选测   | 选测 | 选测 | LY/T 1242    |
| 9    | 土壤阳离子交换量  | 选测   | —  | 选测 | NY/T 1211.5  |
| 10   | 土壤水溶性盐分   | 选测   | 必测 | 必测 | NY/T 1121.16 |
| 11   | 土壤氧化还原电位  | 选测   | —  | —  | HJ 746       |

表 10（续）

| 测试项目                                       |             | 大田作物 | 蔬菜 | 果树 | 参照标准         |
|--------------------------------------------|-------------|------|----|----|--------------|
| 12                                         | 土壤有机质       | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 1121.6  |
| 13                                         | 土壤全氮        | 必测   | —  | —  | NY/T 53      |
| 14                                         | 土壤水解性氮      | 必测   | 必测 | 必测 | LY/T 1228    |
| 15                                         | 土壤铵态氮       | 选测   | 选测 | 选测 | LY/T 1228    |
| 16                                         | 土壤硝态氮       | 选测   | 选测 | 选测 | GB/T 32737   |
| 17                                         | 土壤有效磷       | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 1121.7  |
| 18                                         | 土壤缓效钾       | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 889     |
| 19                                         | 土壤速效钾       | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 889     |
| 20                                         | 土壤交换性钙镁     | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 1121.13 |
| 21                                         | 土壤有效硫       | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 1121.14 |
| 22                                         | 土壤有效硅       | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 1121.15 |
| 23                                         | 土壤有效铁、锰、铜、锌 | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 890     |
| 24                                         | 土壤有效硼       | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 1121.8  |
| 25                                         | 土壤有效钼       | 选测   | 选测 | 选测 | NY/T 1121.9  |
| 注：除上述测试方法外，鼓励采用快速高效、批量化的测试方法，提高测土配方施肥服务能力。 |             |      |    |    |              |

6 植株样品采集、制备与测试

6.1 植物样品的采集

6.1.1 采样要求

采样应具有代表性、典型性和适时性。

代表性：采集样品能符合群体情况。

典型性：采样的部位能反映所要了解的情况。

适时性：根据研究目的，在不同生长发育阶段，定期采样。

6.1.2 样品采集

6.1.2.1 粮食作物

粮食作物一般采用多点取样，避开田边 1 m，按“梅花”形（适用于采样单元面积小的情况）或“S”形采样法采样。采集作物籽粒、秸秆和叶片部位样品，在采样区内采取不少于 10 个样点的样品组成一个混合样。采样量根据检测项目而定，籽实样品一般 1 kg 左右，装入纸袋或布袋；秸秆及叶片 2 kg 左右，用塑料纸包扎好。

6.1.2.2 棉花样品

棉花样品包括茎秆、空桃壳、叶片、籽棉、脱落物等部分。样株选择和采样方法参照粮食作物。按样区采集籽棉，第一次采摘后将籽棉放在通透性较好的网袋中晾干（或晒干），以后每次收获时均装入网袋中。各次采摘结束后，将同一取样袋中的籽棉作为该采样区籽棉混合样。脱落物包括生长期间掉落的叶片和蕾铃。收集要在开花后，即多次在定点观察植株上进行，并合并各次收集的脱落物。

6.1.2.3 油菜样品

油菜样品包括籽粒、角壳、茎秆、叶片等部分。样株选择和采样方法参照粮食作物。鉴于油菜在开花后期开始落叶，至收获期植株上叶片基本全部掉落，叶片的取样应在开花后期，每区采样点不应少于 10 个，每点至少 1 株，采集油菜植株全部叶片。

6.1.2.4 蔬菜样品

菜地采样可按对角线或“S”形布点，采样点不应少于 10 个，采样量根据样本个体大小确定，一般每个点的采样量不少于 1 kg。

6.1.2.4.1 叶类蔬菜样品

油菜、小白菜等个体较小的蔬菜，采样株数应不少于 30 株；大白菜等个体较大的蔬菜，采样量应不少于 5 株。采集后分别装入塑料袋，粘贴标签，扎紧袋口。如需用鲜样进行测定，采样时最好连根带土一起

挖出,用湿布或塑料袋装,防止萎蔫。采集根部样品时,在抖落泥土或洗净泥土过程中应尽量保持根系的完整。

#### 6.1.2.4.2 瓜果类和根菜类蔬菜样品

采样应不少于10株,果实、茎叶与根部分别采集。设施蔬菜地应统一在每行中间取样,以保证样品的代表性。经常打掉老叶的设施果类及根茎蔬菜,需要记录老叶的干物质重量,多次采收计产的蔬菜需要计算经济产量及最后收获时茎叶重量,包括打掉老叶的重量。

#### 6.1.2.5 果树样品

##### 6.1.2.5.1 果实样品

进行“X”动态优化施肥试验的果园,每个处理都应采样。基础施肥试验面积较大时,在平坦果园可采用对角线法布点采样,由采样区的一角向另一角引一对角线,在此线上等距离布设采样点,山地果园应按等高线均匀布点,采样点一般不应少于10个。对于树型较大的果树,采样时应在果树上、中、下、内、外部的果实着生方位(东南西北)均匀采摘果实。将各点采摘的果品进行充分混合,按四分法缩分,根据测试项目要求,分取所需份数,每份20个~30个果实,分别装入袋内,粘贴标签,扎紧袋口。

##### 6.1.2.5.2 叶片样品

一般分为落叶果树和常绿果树。落叶果树,在6月中下旬至7月初营养性春梢停长、秋梢尚未萌发的叶片养分相对稳定期,采集新梢中部第7片~第9片成熟正常叶片,要求完整无病虫,分树冠中部外侧的四个方位进行;常绿果树,在8月—10月(即在当年生营养春梢抽出后4个月~6个月)采集叶片,应在树冠中部外侧的四个方位采集生长中等的当年生营养春梢顶部向下第3叶,要求完整无病虫。采样时间一般以8:00—10:00为宜。一个样品采10株,样品数量根据叶片大小确定,苹果等大叶一般50片~100片;杏、柑橘等一般100片~200片;葡萄要分叶柄和叶肉两部分,用叶柄进行养分测定。

#### 6.1.3 标签内容

包括采样序号、采样地点、样品名称、采样人、采集时间和样品处理号等。

#### 6.1.4 采样点调查内容

包括作物品种、土壤名称(或当地俗称)、成土母质、地形地势、耕作制度、前茬作物及产量、化肥农药施用情况、灌溉水源、采样点地理位置简图和坐标。

### 6.2 植株样品处理与保存

#### 6.2.1 大田作物

粮食籽实样品应及时晒干脱粒,充分混匀后用四分法缩分至所需量。需要洗涤时,注意时间不宜过长并及时烘干。为了防止样品变质、虫咬,需要定期进行风干处理。使用不污染样品的工具将籽实粉碎,用0.5 mm孔径筛过筛制成待测样品。带壳类粮食如稻谷应去壳制成糙米,再进行粉碎过筛。测定微量元素含量时,不应使用能造成污染的器械。

完整的植株样品先洗干净,用不污染待测元素的工具粉碎样品,充分混匀用四分法缩分至所需的量,制成鲜样或于60℃烘箱中烘干后粉碎备用。

#### 6.2.2 蔬菜

完整的植株样品先洗干净,根据作物生物学特性差异,采用能反映特征的植株部位,用不污染待测元素的工具粉碎样品,充分混匀用四分法缩分至所需的数量,制成鲜样或于85℃烘箱中杀酶10 min后,保持65℃~70℃恒温烘干后粉碎备用。田间所采集的新鲜蔬菜样品若不能马上进行分析测定,应将新鲜样品装入塑料袋,扎紧袋口,放在冰箱冷藏室或进行速冻保存。

#### 6.2.3 果树

完整的植株叶片样品先洗干净,洗涤方法是先将中性洗涤剂配成1 g/L的水溶液,再将叶片置于其中洗涤30 s,取出后尽快用清水冲掉洗涤剂,再用2 g/L盐酸溶液洗涤约30 s,然后用二级水洗净。整个操作应在2 min内完成。叶片洗净后应尽快烘干,一般是将洗净的叶片用滤纸吸去水分,先置于105℃鼓风干燥箱中杀酶15 min~20 min,然后保持在75℃~80℃条件下恒温烘干。烘干的样品从烘箱取出冷却后随即放入塑料袋里,用手在袋外轻轻搓碎,然后在玛瑙研钵或玛瑙球磨机或不锈钢粉碎机中磨细(仅测

定大量元素的样品可使用瓷研钵或一般植物粉碎机磨细),用直径 0.25 mm(60 目)尼龙筛过筛。干燥磨细的叶片样品,可用磨口玻璃瓶或塑料瓶储存。若需长期保存,则应将密封瓶置于-5℃下冷藏。

果实样品测定品质(如糖酸比等)时,应及时将果皮洗净并尽快进行,若不能马上进行分析测定,应暂时放入冰箱保存。需测定养分的果实样品,洗净果皮后将果实切成小块,充分混匀用四分法缩分至所需的数量后制成匀浆,或参照叶片干燥、磨细、储存方法进行处理。

6.3 植物样品测试

6.3.1 全氮

按 NY/T 2419 的规定执行。

6.3.2 全钾

按 NY/T 2420 的规定执行。

6.3.3 全磷

按 NY/T 2421 的规定执行。

6.3.4 水分

按附录 D 中 D.1 的规定执行。

6.3.5 粗灰分

按 D.2 的规定执行。

6.3.6 全钙、全镁、全硫、全钼、全硼和全量铜、锌、铁、锰

全钙、全镁参照 D.3。全硫参照 D.4。全钼参照 D.5。全硼参照 D.6。全量铜、锌、铁、锰参照 D.7。

6.3.7 植株样品测试项目和方法

测土配方施肥植株样品测试项目和方法见表 11。

表 11 测土配方施肥植株样品测试项目和方法

| 测试项目 |           | 大田作物 | 蔬菜 | 果树 | 参照标准      |
|------|-----------|------|----|----|-----------|
| 1    | 全氮        | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 2419 |
| 2    | 全磷        | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 2421 |
| 3    | 全钾        | 必测   | 必测 | 必测 | NY/T 2420 |
| 4    | 水分        | 必测   | 必测 | 必测 | 附录 D.1    |
| 5    | 粗灰分       | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.2    |
| 6    | 全钙、全镁     | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.3    |
| 7    | 全硫        | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.4    |
| 8    | 全钼        | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.5    |
| 9    | 全硼        | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.6    |
| 10   | 全量铜、锌、铁、锰 | 选测   | 选测 | 选测 | 附录 D.7    |

7 肥料用量确定与肥料配方设计

7.1 肥料用量确定

7.1.1 测土推荐法

7.1.1.1 氮素实时监控

- a) 小麦、玉米等旱地作物,根据不同土壤、不同作物、同一作物的不同品种、不同目标产量确定作物需氮量。一般以需氮量的 30%~60%作为基肥用量,具体基肥比例根据土壤全氮含量、品种特性等,同时参照当地丰缺指标来确定。地力水平偏低时,宜采用需氮量的 50%~60%作为基肥;地力水平居中时,宜采用需氮量的 40%~50%作为基肥;地力水平偏高时,宜采用需氮量的 30%~40%作为基肥。
- b) 有条件的地区可在播种前对 0 cm~20 cm 土壤无机氮(或硝态氮)进行监测,调节基肥用量,计算见公式(1)。

$$X = \frac{(Y - N) \times F}{x \times R} \dots\dots\dots (1)$$

式中：  
X ——基肥用量,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；  
Y ——目标产量需氮量,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；  
N ——土壤无机氮,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；  
F ——基肥比例,范围为 30~60,单位为百分号(%)；  
x ——肥料中养分含量,单位为百分号(%)；  
R ——氮肥利用率,单位为百分号(%)。

7.1.1.2 磷钾养分恒量监控

- a) 磷肥根据土壤有效磷测试结果和养分丰缺指标确定。当有效磷水平处在中等偏上时,磷肥用量为目标产量需要量的 100%~110%；随着土壤有效磷含量增加应减少磷肥用量,反之则增加磷肥用量；当有效磷极度缺乏时,磷肥用量为目标产量需要量的 150%~200%。
- b) 钾肥首先需要确定施用钾肥是否有效,再参照磷肥用量确定方法确定钾肥用量,但要扣除有机肥和秸秆还田带入的钾量。
- c) 一般大田作物磷肥全部用作基肥,钾肥可分次施用。

7.1.1.3 中微量元素养分矫正施肥

通过土壤测试和田间试验,评价土壤中、微量元素养分的丰缺状况,进行有针对性的因缺补缺施肥。

7.1.2 肥料效应函数法

根据“3414”试验结果建立当地主要作物的肥料效应函数,获得某一区域、某种作物的氮、磷、钾肥料的最佳施用量。

7.1.3 土壤养分丰缺指标法

根据土壤养分测试和田间肥效试验结果,建立大田作物不同区域的土壤养分丰缺指标。  
土壤养分丰缺指标田间试验可采用“3414”部分实施方案,详见 4.1.1.3。其中处理 2、4、8 为缺素区(即 PK、NK 和 NP),处理 6 为全肥区(NPK),用缺素(磷或钾)区产量占全肥区产量百分数(相对产量)作为土壤养分丰缺指标确定依据,见表 12。进而确定适用于某一区域、某种作物的土壤养分丰确指标及对应的肥料施用数量。

表 12 土壤养分丰缺指标确定依据

| 土壤养分丰缺状况 | 缺素区产量占全肥区产量百分数 |
|----------|----------------|
| 低        | 低于 60%(不含)     |
| 较低       | 60%~75%(不含)    |
| 中        | 75%~90%(不含)    |
| 较高       | 90%~95%(不含)    |
| 高        | 95%(含)以上       |

7.1.4 养分平衡法

7.1.4.1 目标产量法

根据作物目标产量需肥量与土壤供肥量之差估算施肥量,该方法用于氮磷钾用量确定。计算见公式(2)。

$$X = \frac{N_t - N_0}{x \times R} \dots\dots\dots (2)$$

式中：  
X ——施肥量,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；  
N<sub>t</sub> ——目标产量所需养分总量,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；  
N<sub>0</sub> ——土壤供肥量,单位为千克每 667 平方米(kg/667 m<sup>2</sup>)；

$x$  ——肥料中养分含量,单位为百分号(%);

$R$  ——化肥利用率,单位为百分号(%).

#### 7.1.4.2 有关参数的确定

a) 目标产量可利用施肥区前三年平均单产和年递增率为基础确定,计算见公式(3)。

$$Y_t = (1+a) \times y_m \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$Y_t$  ——目标产量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$a$  ——递增率,粮食作物范围为10~15,单位为百分号(%);

$y_m$  ——前3年平均单产,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>).

b) 作物需肥量通过对正常成熟作物全株养分分析,测定作物百千克经济产量所需养分量,乘以目标产量确定。计算见公式(4)。

$$D_t = Y_t \times U / 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$D_t$  ——作物需肥量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$Y_t$  ——目标产量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$U$  ——百千克产量所需养分量,单位为千克(kg)。

c) 土壤供肥量可根据不施肥区作物所吸收的养分量确定。计算见公式(5)。

$$N_0 = Y_0 \times U / 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$N_0$  ——土壤供肥量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$Y_0$  ——不施该养分区作物产量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$U$  ——百千克产量所需养分量,单位为千克(kg)。

d) 化肥利用率采用差减法计算:施肥区作物吸收的养分量与缺素区作物吸收养分量的差值,除以所用肥料养分量。计算见公式(6)。

$$R = \frac{U_1 - U_0}{F \times x} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$R$  ——化肥利用率,单位为百分号(%);

$U_1$  ——施肥区作物吸收该养分量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$U_0$  ——缺素区作物吸收该养分量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$F$  ——肥料施用量,单位为千克每667平方米(kg/667 m<sup>2</sup>);

$x$  ——肥料中该养分含量,单位为百分号(%).

#### 7.1.5 有机肥施用

坚持有机无机相结合原则,根据有机肥资源量、土壤肥力状况和作物生长发育需求,确定有机肥合理用量。结合有机肥肥效反应,确定化肥用量。注重有机肥的长期效应和养分均衡,避免用量过大造成环境风险。

### 7.2 肥料配方设计

#### 7.2.1 基于地块的肥料配方设计

基于地块的肥料配方设计首先确定氮、磷、钾养分用量,然后确定相应的肥料组合。具体氮、磷、钾肥用量见7.1。

#### 7.2.2 区域施肥单元确定与肥料配方设计

##### 7.2.2.1 施肥单元确定

综合考虑行政区划、土壤类型、种植制度、作物品种等确定施肥单元。具体工作中可应用土壤图、土地

利用现状图和行政区划图叠加生成施肥单元。

#### 7.2.2.2 肥料配方设计

- a) 根据每个施肥单元的作物产量和氮、磷、钾及中微量元素肥料的需要量,参照当地肥料效应试验结果设计肥料配方。
- b) 区域肥料配方一般包括基肥配方和追肥配方,以施肥单元肥料配方为基础,应用相应的数学方法(如聚类分析、线性规划等)将大量的配方综合形成配方科学、工艺可行、性状稳定的区域主推肥料配方。

#### 7.2.3 制作施肥分区图

区域肥料配方设计完成后,按照既经济又节肥的原则为每一个施肥单元推荐肥料配方,具有相同肥料配方的施肥指导单元即为同一个施肥分区,将施肥单元图根据肥料配方进行渲染后形成区域施肥分区图。

#### 7.2.4 肥料配方校验

在肥料配方应用的作物和区域,开展肥料配方验证试验。

### 8 配方肥生产供应

#### 8.1 配方肥生产

##### 8.1.1 原料选择

以单质化肥、复合肥料及有机物料等为原料。有机物料选择经过干燥、粉碎和无害化处理的物料。

##### 8.1.2 出厂检验

按 NY/T 1112 的规定执行。

##### 8.1.3 标识

按 GB 18382 的规定执行。

#### 8.2 配方肥供应

##### 8.2.1 供应方式

###### 8.2.1.1 市场销售

企业选择有经营资质的经销商或农资店销售配方肥。

###### 8.2.1.2 农企合作直供

用肥组织或个人与生产企业签订合作协议,采用订单方式生产供应配方肥,或提供专业化“统测、统配、统供、统施”服务。

###### 8.2.1.3 配肥站现场混配

建立配肥站,农户根据取土化验、田间试验、推荐配方等信息现场定制配方肥。可充分利用信息化手段,通过微信、手机 App、PC 端等提交订单,智能化生产供应配方肥。

##### 8.2.2 运输与储存

散装产品不得储存。袋装产品应储存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破损、防振动分离。

### 9 配方肥料合理施用

#### 9.1 施肥原则

在养分需求与供应平衡的基础上,坚持有机肥料与无机肥料相结合,坚持大量元素与中微量元素相结合,坚持基肥与追肥相结合,坚持施肥与其他措施相结合。在确定肥料配方和用量后,选择适宜肥料种类、确定施肥时期和施肥方法等。

#### 9.2 肥料种类

根据肥料配方和种植作物,在合理使用有机肥的基础上,选择配方相同或相近的复合肥料、水溶肥料等,也可选用单质或复合肥料自行配制。

#### 9.3 施肥时期

根据作物阶段性养分需求特性、灌溉条件和肥料性质，确定施肥时期。

9.4 施肥方法

应根据作物种类、栽培方式、灌溉方式、肥料性质、施肥设备等确定适宜的施肥方法。常用的施肥方式有撒施后耕翻、条施、穴施等。推荐采用水肥一体化、机械深施、种肥同播等先进施肥方式。

钾肥施用按 NY/T 1869 的规定执行。有机肥料施用按 NY/T 1868 的规定执行。微生物肥料施用按 NY/T 1535 的规定执行。

10 测土配方施肥效果评价

10.1 评价指标

测土配方施肥技术应用效果可以选用增产、提质、节肥、增效、化肥利用率、技术覆盖率等指标进行评价。

10.2 计算方法

10.2.1 化肥利用率

计算见公式(6)。

10.2.2 测土配方施肥技术覆盖率

计算见公式(7)。

$$CR = \frac{S}{P} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- CR ——测土配方施肥技术覆盖率，单位为百分号(%)；
- S ——主要农作物测土配方施肥面积，单位为 10<sup>3</sup>公顷(10<sup>3</sup> hm<sup>2</sup>)；
- P ——主要农作物播种面积，单位为 10<sup>3</sup>公顷(10<sup>3</sup> hm<sup>2</sup>)。

10.3 评价要求

增产、提质、节肥、增效等可按年度进行评价。化肥利用率一般 2 年～3 年测算 1 次，用于省级(含)以上区域粮食作物测土配方施肥效果评价，省级以下不测算化肥利用率。

主要农作物测土配方施肥面积包括配方肥施用面积和农户按方施肥面积等；农户按方施肥面积基于取土化验、施肥建议卡发放、宣传培训等活动的累计覆盖面积计算。



表 A.3 试验设计与结果

|                                                                                                                                                |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|----|----|----|----|
| 处理<br><br>亩产<br>kg                                                                                                                             | 序号     | 1                                            | 2                                            | 3                                            | 4                                            | 5                                            | 6                                            | 7                                            | 8                                            | 9                                            | 10                                           | 11                                           | 12                                           | 13                                           | 14                                           | 15 | 16 | 17 | 18 |
|                                                                                                                                                | 代码     | N <sub>0</sub> P <sub>0</sub> K <sub>0</sub> | N <sub>0</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>0</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>1</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>3</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>0</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>1</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>2</sub> K <sub>3</sub> | N <sub>3</sub> P <sub>2</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>1</sub> P <sub>1</sub> K <sub>2</sub> | N <sub>1</sub> P <sub>2</sub> K <sub>1</sub> | N <sub>2</sub> P <sub>1</sub> K <sub>1</sub> |    |    |    |    |
|                                                                                                                                                | 重复 I   |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
|                                                                                                                                                | 重复 II  |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
|                                                                                                                                                | 重复 III |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
| 注：1. 处理序号应与方案中的编号一致                                                                                                                            |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
| 2. 本次试验是否代表常年情况：                                                                                                                               |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
| 3. 前季作物：名称：      品种：      产量(kg)：      施肥量(kg/667 m <sup>2</sup> )：N：      P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ：      K <sub>2</sub> O：      是否代表常年： |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
| 4. 试验 2 水平处理的施肥量(kg/667 m <sup>2</sup> )：N：      P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ：      K <sub>2</sub> O：      其他(注明元素及用量)：                      |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |
| 填报单位：      邮编：      电话：      传真：      联系人：      填报时间：                                                                                          |        |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |                                              |    |    |    |    |

附 录 B  
(资料性)  
土壤采样标签(式样)

统一编号: \_\_\_\_\_  
邮编: \_\_\_\_\_  
采样时间: \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日 \_\_\_\_\_ 时  
采样地点: \_\_\_\_\_ 省(自治区、直辖市) \_\_\_\_\_ 地市 \_\_\_\_\_ 县(区) \_\_\_\_\_ 乡(镇)  
\_\_\_\_\_ 村  
\_\_\_\_\_ (农户地块名)  
地块在村的(中部、东部、南部、西部、北部、东南、西南、东北、西北)  
采样深度: ① 0 cm~20 cm ② \_\_\_\_\_ cm(不是①的,在②填写),该土样由点混合(规范要求 15 点~20 点)  
经度: \_\_\_\_\_ 度 \_\_\_\_\_ 分 \_\_\_\_\_ 秒 纬度: \_\_\_\_\_ 度 \_\_\_\_\_ 分 \_\_\_\_\_ 秒  
采样人: \_\_\_\_\_  
联系电话: \_\_\_\_\_

附 录 C  
(资料性)

测土配方施肥采样地块基本情况调查表

统一编号：

调查组号：

采样序号：

采样目的：

采样日期：

上次采样日期：

|                |                  |     |           |     |                  |      |  |
|----------------|------------------|-----|-----------|-----|------------------|------|--|
| 地理<br>位置       | 省(自治区、<br>直辖市)名称 |     | 地(市)名称    |     | 县(旗)名称           |      |  |
|                | 乡(镇)名称           |     | 村组名称      |     | 邮政编码             |      |  |
|                | 农户名称             |     | 地块名称      |     | 电话号码             |      |  |
|                | 地块位置             |     | 距村部距离(m)  |     | /                | /    |  |
|                | 纬度(度:分:秒)        |     | 经度(度:分:秒) |     | 海拔(m)            |      |  |
| 自然<br>条件       | 地貌类型             |     | 地形部位      |     | /                | /    |  |
|                | 地面坡度(°)          |     | 田面坡度(°)   |     | 坡向               |      |  |
|                | 通常地下水位(m)        |     | 最高地下水位(m) |     | 最深地下水位(m)        |      |  |
|                | 常年降水量(mm)        |     | 常年有效积温(℃) |     | 常年无霜期(d)         |      |  |
| 生产<br>条件       | 农田基础设施           |     | 排水能力      |     | 灌溉能力             |      |  |
|                | 水源条件             |     | 输水方式      |     | 灌溉方式             |      |  |
|                | 熟制               |     | 典型种植制度    |     | 常年产量水平<br>(kg/亩) | 作物 1 |  |
|                |                  |     |           |     |                  | 作物 2 |  |
| 作物 3           |                  |     |           |     |                  |      |  |
| 土壤<br>情况       | 土类               |     | 亚类        |     | 土属               |      |  |
|                | 土种               |     | 俗名        |     | /                | /    |  |
|                | 成土母质             |     | 剖面构型      |     | 土壤质地(手测)         |      |  |
|                | 土壤结构             |     | 障碍因素      |     | 侵蚀程度             |      |  |
|                | 耕层厚度(cm)         |     | 采样深度(cm)  |     | /                | /    |  |
|                | 田块面积(亩)          |     | 代表面积(亩)   |     | /                | /    |  |
| 来年<br>种植<br>意向 | 茬口               | 第一季 | 第二季       | 第三季 | 第四季              | 第五季  |  |
|                | 作物名称             |     |           |     |                  |      |  |
|                | 品种名称             |     |           |     |                  |      |  |
|                | 目标产量             |     |           |     |                  |      |  |
| 采样<br>调查<br>单位 | 单位名称             |     |           |     | 联系人              |      |  |
|                | 地址               |     |           |     | 邮政编码             |      |  |
|                | 电话               |     | 传真        |     | 采样调查人            |      |  |
|                | E-Mail           |     |           |     |                  |      |  |

说明:每一取样地块一张表。

**附 录 D**  
(资料性)  
**植物样品测定方法**

**D.1 水分(常压恒温干燥法)**

**D.1.1 范围**

本方法适用于不含易热解和易挥发成分的植物样品中的水分测定。

**D.1.2 测定原理**

将植物样品放置于 100℃~105℃烘箱中进行烘干,通过样品的烘干失重(即为水分重)计算出样品中的水分含量。

**D.1.3 主要仪器和设备**

**D.1.3.1** 植物样品粉碎机。

**D.1.3.2** 电热恒温鼓风烘干箱,能自动控制温度±2℃。

**D.1.3.3** 铝盒:高 2 cm、直径 4.6 cm。

**D.1.3.4** 干燥器及硅胶。

**D.1.3.5** 分析天平:感量 0.001 g。

**D.1.4 分析步骤**

**D.1.4.1 风干植物样品水分的测定**

取洁净铝盒,打开盒盖,放入 100℃~105℃烘箱中烘 30 min,取出,盖好,移入盛有硅胶的干燥器中冷至室温(约需 30 min),立即迅速称量。再烘 30 min,称量,两次称量之差小于 1 mg 可算作达恒重( $m_0$ )。将粉碎(1 mm)、混匀的风干植物试样约 3 g,平铺在已达恒重的铝盒中,准确称量后( $m_3$ ),将盖子放在盒底下,移入已预热至约 115℃的烘箱中,关好箱门,调整温度为 100℃~105℃,烘干 4 h~5 h 取出,盖好盒盖,移入干燥器中冷却至室温后称量。再同法烘干约 2 h,再称量( $m_4$ ),直到前后两次质量之差小于 2 mg 为止。

**D.1.4.2 新鲜植物样品水分的测定**

取一小烧杯,放入约 5 g 干净的纯砂和一支小玻棒(水分不多可不加),移入 100℃~105℃烘箱中烘至恒重( $m'_0$ )。将剪碎、混匀的新鲜植物样品约 5 g 于小烧杯中,与砂拌匀后再称重( $m'_3$ )。将杯和样品先在 50℃~60℃鼓风烘干箱中鼓风烘 3 h~4 h,样品烘脆后用玻棒轻轻压碎,然后再为 100℃~105℃不鼓风烘 3 h~4 h,冷却、称重。再同法烘约 2 h,再称重,至恒重为止( $m'_4$ )。

**D.1.5 结果计算**

**D.1.5.1** 风干植物样品的水分  $\omega$ ,以风干基质量分数表示,单位为%,按公式(D.1)计算。

$$\omega = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_0} \times 100 \quad \text{..... (D.1)}$$

式中:

$m_0$ ——空铝盒质量的数值,单位为克(g);

$m_3$ ——风干植物试样及铝盒质量的数值,单位为克(g);

$m_4$ ——烘干植物试样及铝盒质量的数值,单位为克(g)。

平行测定结果,用算术平均值表示,保留小数点后 2 位数字。

**D.1.5.2** 新鲜植物样品的水分  $\omega_1$ ,以质量分数表示,单位为%,按公式(D.2)计算。

$$\omega_1 = \frac{m'_3 - m'_4}{m'_3 - m'_0} \times 100 \quad \text{..... (D.2)}$$

式中:

$m'_0$ ——小烧杯和砂、玻棒质量的数值,单位为克(g);

$m'_3$ ——新鲜植物试样及烧杯和海砂、玻棒质量的数值,单位为克(g);

$m'_4$ ——烘干植物试样及烧杯和海砂、玻棒质量的数值,单位为克(g);

平行测定结果,用算术平均值表示,保留小数点后2位数字。

**D.1.6 精密度**

2次平行测定结果的允许误差:风干样小于0.2%,新鲜样小于0.5%。

**D.1.7 注意事项**

新鲜植物组织水分较多,不宜直接在100℃烘干,因为高温下外部组织容易形成干壳,以致内部组织中水分不易逐出。因此,应先在较低温度下初步烘干,再升温至100℃~105℃烘干。

**D.2 粗灰分(干灰化法)**

**D.2.1 范围**

本方法适用于植株样品粗灰分的测定。

**D.2.2 测定原理**

植株样品经低温炭化和高温灼烧,除尽水分和有机质,剩下不可燃部分为灰分元素的氧化物等,称量后即可计算粗灰分质量分数。

**D.2.3 主要仪器和设备**

D.2.3.1 瓷坩埚。

D.2.3.2 长柄坩埚钳。

D.2.3.3 附有调压器的电炉。

D.2.3.4 附有温度控制器的高温电炉。

**D.2.4 试剂**

乙醇溶液(95%),分析纯。

**D.2.5 粗灰分测定**

将标有号码的瓷坩埚在600℃高温电炉中灼烧15 min~30 min,移至炉门口稍冷,置于干燥器中冷却至室温(20 min~30 min),称量,再次灼烧、冷却、称量,至恒重为止。

在已知质量的坩埚中,称取2.000 g~3.000 g研碎(1 mm)的风干植物试样,加1 mL~2 mL乙醇溶液(D.2.4),使样品湿润。然后把坩埚放在调压电炉上,坩埚盖斜放,调节电炉温度使缓缓加热炭化,烧至烟冒尽时,移入高温电炉中,加热至525℃,保持约1 h,烧至灰分近于白色为止。将坩埚移到炉门口,待冷至200℃以下,再移入干燥器中冷却至室温(约30 min),立即称量。随后再次灼烧30 min,冷却、称量。直至前后两次重量相差不超过0.5 mg。

在测定植物粗灰分的同时,按照D.1.4.1步骤测定风干植物试样中水分含量( $\omega_1$ )。

**D.2.6 结果计算**

风干植物样品的粗灰分 $\omega_2$ ,以质量分数表示,单位为%,按公式(D.3)计算。

$$\omega_2 = \frac{(M_1 - M_0)}{Mk} \times 100 \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

$M_1$ ——坩埚及粗灰分质量的数值,单位为克(g);

$M_0$ ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$k$ ——水分系数( $1 - \omega_1$ ),单位为%;

$\omega_1$ ——风干植物水分含量,单位为%。

**D.2.7 注意事项**

**D.2.7.1** 含磷较高的样品(种子),可先加入 3 mL 乙酸镁乙醇溶液(15 g/L)润湿全部样品,然后炭化和灰化,温度高达 800 °C 也不致引起磷的损失。含硫、氯较高的样品则可用碳酸钠或石灰溶液浸透后再灰化。为防止灰化时硼的挥失,植物样品应先加 NaOH 溶液后再行灰化。加入量都要做空白校正。

**D.2.7.2** 坩埚和盖可用三氯化铁溶液(5 g/L)与蓝黑墨水混合液编写号码,置于 600 °C 高温电炉灼烧 30 min,即留有不易脱落的红色氧化铁痕迹号码。新坩埚应在稀盐酸中煮沸 1 h,而后用自来水和蒸馏水冲洗洁净,烘干,在 525 °C 灼烧至恒重。

**D.2.7.3** 植物样品不宜磨得太细,以免高温灼烧时微粒飞失。样品应疏松地放在坩埚中,容易氧化完全。

**D.2.7.4** 样品经高温灼烧后,灰分中可能仍有炭粒遗留,其原因是钠、钾的硅酸盐或磷酸盐等熔融包裹炭粒表面,使其与氧隔绝,妨碍了炭的完全氧化。可在冷却后滴加几滴热蒸馏水,溶解盐膜,使炭粒浮在上面,然后用水浴蒸干,重新灼烧。

### **D.3 全钙、全镁**

#### **D.3.1 范围**

本方法适用于各类植株样品中全量钙、镁含量的测定。

#### **D.3.2 测定原理**

采用干灰化或湿灰化将植物样品中的有机物氧化成二氧化碳和水等挥失,钙、镁等灰分元素进入待测溶液,用原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测液中钙、镁的含量。

#### **D.3.3 主要仪器和设备**

**D.3.3.1** 分析天平:感量为 0.000 1 g。

**D.3.3.2** 石英坩埚或瓷坩埚(30 mL)。

**D.3.3.3** 锥形瓶(150 mL)。

**D.3.3.4** 弯颈漏斗。

**D.3.3.5** 高温电炉。

**D.3.3.6** 电热板(温度可调节)。

**D.3.3.7** 电炉。

**D.3.3.8** 原子吸收分光光度计。

**D.3.3.9** 电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### **D.3.4 试剂**

**D.3.4.1** 盐酸:优级纯。

**D.3.4.2** 硝酸:优级纯。

**D.3.4.3** 高氯酸:优级纯。

**D.3.4.4** 盐酸溶液(1+1):取 50 mL 盐酸(D.3.4.1)慢慢加入 50 mL 水中。

**D.3.4.5** 硝酸溶液(1+1):取 50 mL 硝酸(D.3.4.2)慢慢加入 50 mL 水中。

**D.3.4.6** 氯化镧溶液(50 g/L):称 13.40 g 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ),以水溶解稀释至 100 mL。

**D.3.4.7** 钙标准储备液(1 000 mg/L):称取碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ , 105 °C ~ 110 °C 干燥 6 h,高纯试剂)2.497 g 于 200 mL 高型烧杯内,盖上表面皿,小心加入 0.6 mol/L 盐酸溶液 20 mL 使之溶解,煮沸赶走二氧化碳,冷却后转移至 1 L 容量瓶中,定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

**D.3.4.8** 钙标准溶液(100 mg/L):吸取 10 mL 钙标准储备液(D.3.4.7)于 100 mL 容量瓶中,用 0.6 mol/L 盐酸溶液定容。

**D.3.4.9** 镁标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 1.000 g 金属镁(光谱纯)溶于少量 6 mol/L 盐酸溶液中,用水洗入 1 000 mL 容量瓶中,定容。或称取经 1 000 °C 灼烧 1 h 的氧化镁(优级纯)1.658 2 g 于

200 mL高型烧杯内,盖上表面皿,加入 0.6 mol/L 盐酸溶液 20 mL,加热使之全部溶解,冷却后转移至 1 L 容量瓶中,定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

**D.3.4.10 镁标准溶液(10 mg/L):**吸取 5 mL 镁标准储备液(D.3.4.9)于 50 mL 容量瓶中,用 0.6 mol/L 盐酸溶液定容。

### **D.3.5 分析步骤**

#### **D.3.5.1 样品前处理**

##### **D.3.5.1.1 干灰化法**

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于石英坩埚(或瓷坩埚)中,先在电炉上进行低温炭化至无烟,再移入高温电炉中于 500 °C 灰化 2 h~6 h,若此时灰化不完全,炭粒较多,可待冷却后,滴加硝酸(D.3.4.5)润湿灰分,蒸发至干后,置高温电炉中继续完成灰化,反复多次直至近白色,冷却,用 2 mL 盐酸溶液(D.3.4.4)溶解灰分,将试样消化液转入 25 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,冷却,定容,静置备用;同时作试剂空白。

##### **D.3.5.1.2 湿灰化法**

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(D.3.4.2),加弯颈漏斗,放置过夜,于电热板上消解至溶液呈淡黄色,若溶液混浊或有炭化,补加硝酸继续消解至溶液呈淡黄色,取下锥形瓶稍冷,加 2 mL 高氯酸(D.3.4.3)继续消解,直至白烟下沉,用少许水冲洗弯颈漏斗并取下,继续消解至高氯酸白烟基本冒尽,消化液呈白色或清亮,用 2 mL 盐酸溶液(D.3.4.4)溶解灰分,将试样消化液转入 25 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,冷却,定容,静置备用;同时作试剂空白。

#### **D.3.5.2 试液中钙、镁的测定**

##### **D.3.5.2.1 原子吸收分光光度计法**

###### **D.3.5.2.1.1 标准工作曲线绘制**

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钙、镁标准溶液(D.3.4.8、D.3.4.10)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 氯化镧溶液(D.3.4.6),用水定容,即为 0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L 和 10.0 mg/L 的钙和 0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L 和 1.0 mg/L 的镁混合标准系列溶液。标准工作曲线的浓度可根据试液中待测元素的含量和仪器的灵敏度适当调整。

测定前,根据元素性质,参照仪器说明书,对波长、灯电流、狭缝、燃烧头高度等仪器工作条件进行优化。以标准空白校正仪器零点,分别测得标准溶液的吸光值,建立吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。

###### **D.3.5.2.1.2 试液的测定**

吸取试液(D.3.5.1)2.00 mL~5.00 mL(含 Ca 0.2 mg~0.8 mg, Mg 0.02 mg~0.08 mg)于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氯化镧溶液(D.3.4.6),用水定容。在与标准工作曲线绘制相同仪器条件下,分别测得试剂空白和样品样液溶液的吸光值,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得样液中钙、镁含量。

##### **D.3.5.2.2 电感耦合等离子发射光谱法**

###### **D.3.5.2.2.1 标准工作曲线绘制**

分别吸取 0 mL、1 mL、5 mL、20 mL 和 50 mL 钙标准储备液(D.3.4.7)和 0 mL、0.5 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 镁标准储备液(D.3.4.9)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 8 mL 盐酸溶液(D.3.4.4),定容,即为钙浓度为 0 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、200.0 mg/L 和 500.0 mg/L 和镁浓度为 0 mg/L、5.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100.0 mg/L 的混合标准系列溶液。

测定前,根据元素性质,参照仪器说明书,对波长、功率、工作气体流量、积分时间等仪器工作条件进行优化。分别测得标准溶液的发射强度,建立发射强度与浓度关系的一元线性回归方程。

###### **D.3.5.2.2.2 试液的测定**

在与标准工作曲线绘制相同仪器条件下,分别测得试剂空白和样品试液的发射强度,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得样液中钙、镁含量。

### D.3.6 结果计算

植株全量钙、镁含量,以质量分数表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(D.4)计算。

$$w(Ca, Mg) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times D_1 \times 1\,000}{m_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

$\rho_1$  ——测定试液中钙、镁的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$  ——空白液中钙、镁的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V_1$  ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$D_1$  ——稀释倍数;

$m_1$  ——试样质量,单位为克(g)。

平行测定结果,用算术平均值表示,结果保留整数。

### D.3.7 精密度

在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

### D.3.8 注意事项

D.3.8.1 不同植株样品干灰化时间差异较大。一般幼嫩植株和叶片需1.5 h~2 h,木质化程度高的茎秆及含脂肪高的种子样品较难灰化,需4 h~6 h。

D.3.8.2 湿灰化时,高氯酸易爆炸,应先用硝酸充分浸泡样品后再加入高氯酸,切忌先加高氯酸进行消煮。

D.3.8.3 为避免样品中的沉淀等杂质堵塞仪器进样管,必要时可将试液过滤后在进行上机测定。

D.3.8.4 在进行大批量样品测试时应注意仪器的漂移,应定期用空白调节仪器零点或用标准工作曲线对仪器进行校正。

D.3.8.5 当试液中的浓度超过标准工作曲线最高浓度时,应稀释后再上机测定。若采用原子吸收分光光度法测定,稀释时要加入氯化镧溶液,以保持标准溶液和样品中的氯化镧浓度一致。

D.3.8.6 镧溶液作掩蔽剂,可用铈盐代替。方法为每50 mL待测液中加入5 mL铈盐溶液(60.9 g/L),标准溶液和样品的加入量需一致。

## D.4 全硫

### D.4.1 范围

本方法适用于各类植株样品中全量硫含量的测定。

### D.4.2 测定原理

植株样品经硝酸-高氯酸样品充分分解,使有机硫氧化成硫酸根。或将植物样品与硝酸镁反应,固定其中的硫,然后把样品高温氧化分解有机物,用HCl溶解残渣中的硫酸盐。待测液中硫酸根在酸性条件下与氯化钡反应生成硫酸钡沉淀,于440 nm处采用比浊法测定,或采用电感耦合等离子体发射光谱仪直接测定待测液中硫含量。

### D.4.3 主要仪器和设备

D.4.3.1 分析天平:感量为0.000 1 g。

D.4.3.2 瓷坩埚(30 mL)。

D.4.3.3 玻璃珠。

D.4.3.4 高温电炉。

D.4.3.5 电热板(温度可调节)。

D.4.3.6 磁力搅拌器。

D.4.3.7 分光光度计。

D.4.3.8 电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### D.4.4 试剂

D.4.4.1 硝酸:分析纯。

D.4.4.2 高氯酸:分析纯。

D.4.4.3 盐酸溶液(20%):将 200 mL 盐酸加入 500 mL 水中,定容至 1 L。

D.4.4.4 缓冲溶液:将 40 g 氯化镁( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )、4.1 g 乙酸钠( $\text{NaOAc}$ )、0.83 g 硝酸钾( $\text{KNO}_3$ )和 28 mL 95%乙醇,用水溶解后稀释至 1 L。

D.4.4.5 硝酸镁溶液(950 g/L):将 950 g 六水硝酸镁[ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ]溶于水,定容至 1 L。

D.4.4.6  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  晶粒:将氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )磨细过筛,取粒度为 0.25 mm~0.5 mm 的晶粒备用。

D.4.4.7 硫标准储备液(1 000 mg/L):称取 5.436 g 硫酸钾( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,优级纯)溶于水,用水稀释至 1 L;或购买有证标准溶液。

D.4.4.8 硫标准溶液(100 mg/L):吸取硫标准储备液(D.4.4.7)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,定容。

#### D.4.5 分析步骤

##### D.4.5.1 样品前处理

###### D.4.5.1.1 硝酸-高氯酸消煮法

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于 150 mL 锥形瓶中,加入玻璃珠 2 个和 10 mL 硝酸(D.4.4.1),加盖弯颈漏斗,放置过夜。于电热板上消解至溶液呈淡黄色,若溶液混浊或有炭化,补加少许硝酸继续消解至溶液呈淡黄色,取下锥形瓶稍冷,加 2 mL 高氯酸(D.4.4.2)继续消解,直至消化液呈白色或清亮。将锥形瓶取下稍冷,用少许水冲洗弯颈漏斗并取下,加 4 mL 盐酸溶液(D.4.4.3),在 150 °C 下加热 20 min。取下锥形瓶,冷却,过滤并充分洗涤至 100 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,定容,摇匀。同时作试剂空白。

###### D.4.5.1.2 干灰化法

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于 30 mL 瓷坩埚中,加入 7.5 mL 硝酸镁溶液(D.4.4.5),使溶液与样品充分接触,混合均匀。放到电热板(180 °C)上小心加热炭化后,趁热移入马弗炉,于不大于 500 °C 温度下灰化 2 h~3 h,直到样品完全氧化,灰分中没有黑色颗粒,取出坩埚,冷却后加约 10 mL 水,4 mL 盐酸溶液(D.4.4.3)煮沸,过滤并充分洗涤至 100 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,定容,摇匀。同时作试剂空白。

##### D.4.5.2 试液中硫的测定

###### D.4.5.2.1 比浊法

###### D.4.5.2.1.1 标准工作曲线绘制

分别吸取 100 mg/L 硫标准溶液(D.4.4.8)0 mL、2 mL、4 mL、8 mL、12 mL、16 mL、20 mL 于 50 mL 容量瓶,加水至约 30 mL,加 10 mL 缓冲溶液(D.4.4.4)和 2 mL 盐酸溶液(D.4.4.3),定容至 50 mL,得到 0 mg/L、4 mg/L、8 mg/L、16 mg/L、24 mg/L、32 mg/L、40 mg/L 的标准系列。倒入 150 mL 烧杯中,加 1.0 g  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  晶粒(D.4.4.6),于电磁搅拌器上搅拌 1 min,取下,静置 1 min 后,在分光光度计上用波长 440 nm,1 cm 比色皿比浊,分别测得标准溶液的吸光值,建立吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。

###### D.4.5.2.1.2 试液的测定

准确吸取制备的试液(D.4.5.1)40 mL 于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 缓冲溶液(D.4.4.4),加 1.0 g  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  晶粒(D.4.4.6),于电磁搅拌器上搅拌 1 min。取下,静置 1 min 后,在分光光度计上用波长 440 nm,1 cm 比色皿比浊。分别测得试剂空白和样品试液的吸光值,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得试液中硫含量。

###### D.4.5.2.2 电感耦合等离子发射光谱法:

###### D.4.5.2.2.1 标准工作曲线绘制

分别吸取硫标准储备液(D.4.4.7)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于一组100 mL容量瓶中,加4 mL盐酸溶液(D.4.4.3),用水定容,即得含硫量分别为0 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L的标准系列溶液。

测定前,根据元素性质,参照仪器说明书,对波长、功率、工作气体流量、积分时间等仪器工作条件进行优化。分别测得标准溶液的发射光谱强度,建立发射光谱强度与浓度关系的一元线性回归方程。

#### D.4.5.2.2 试液的测定

在与标准工作曲线绘制相同仪器条件下,分别测得试剂空白和样品试液的发射光谱强度,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得试液中硫含量。

#### D.4.6 结果计算

植株全量硫含量,以质量分数表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(D.5)计算。

$$\omega(S) = \frac{(\rho_2 - \rho_{02} \times V_2 \times D_2 \times 1\,000)}{m_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots (D.5)$$

式中:

$\rho_2$ ——测定试液中硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_{02}$ ——空白液中硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V_2$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$D_2$ ——稀释倍数;

$m_2$ ——试样质量,单位为克(g)。

平行测定结果,用算术平均值表示,结果保留3位有效数字。

#### D.4.7 精密度

在重复性条件下获得的2次独立测定结果的相对相差不超过10%。

#### D.4.8 注意事项

D.4.8.1 湿灰化时,高氯酸易爆炸,应先用硝酸充分浸泡样品后再加入高氯酸,切忌先加高氯酸进行消煮。

D.4.8.2 用 $Mg(NO_3)_2$ 灰化样品时,如果样品含硫高时,要适当增加 $Mg(NO_3)_2$ 溶液的加入量,以确保植物中硫完全氧化和固定。

D.4.8.3 比浊法测定待测液中的硫,搅拌器的转速需预先调节好,以搅拌时溶液不溅出,并能使氯化钡晶体在10 s~30 s内溶解为宜。每批样品和标准溶液的搅拌速度应一致,搅拌时间误差不超过5 s。搅拌时一次批量不宜太大,保证搅拌后的样品尽可能在相同的静置时间内比浊并在30 min内比浊完毕。

D.4.8.4 为尽量保持基体一致,用电感耦合等离子发射光谱法测定待测液中硫时,如果待测液是用 $Mg(NO_3)_2$ 灰化法(D.4.5.1.2)制备,标准系列溶液配制时,每个标准系列溶液中可加入7.5 mL  $Mg(NO_3)_2$ 溶液。

D.4.8.5 在进行大批量样品测试时应注意仪器的漂移,应定期用空白调节仪器零点或用标准工作曲线对仪器进行校正。

### D.5 全钼

#### D.5.1 硫氰酸钾比色法

##### D.5.1.1 范围

本方法适用于植株中全钼含量的测定。

##### D.5.1.2 原理

植物样品经干灰化法分解,用盐酸溶解灰分。在酸性溶液中,六价钼被还原剂氯化亚锡还原成五价钼,与硫氰根离子形成橙黄色的络合物,颜色深度与钼含量成正比,用有机溶剂萃取后浓缩,进行比色测定。

##### D.5.1.3 主要仪器和设备

D.5.1.3.1 电阻炉。

D.5.1.3.2 分光光度计。

D.5.1.3.3 石英或瓷蒸发皿:体积为 100 mL。

D.5.1.3.4 一般实验室常用仪器和设备。

#### D.5.1.4 试剂和溶液

本方法中所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

D.5.1.4.1 盐酸( $\text{HCl}$ ,  $\rho \approx 1.19 \text{ g/cm}^3$ ):优级纯。

D.5.1.4.2 盐酸溶液[ $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$ ]:盐酸(D.5.1.4.1)与水等体积混合。

D.5.1.4.3 硫氰酸钾溶液( $\rho = 200 \text{ g/L}$ ):称取硫氰酸钾(KCNS,分析纯)20 g,溶于水,稀释至 100 mL。

D.5.1.4.4 三氯化铁溶液( $\rho = 0.5 \text{ g/L}$ ):称取氯化铁( $\text{FeCl}_3$ ,分析纯)0.5 g,溶于 1 L 6 mol/L 盐酸溶液(D.5.1.4.2)中。

D.5.1.4.5 钼标准储备溶液( $\rho = 100 \text{ mg/L}$ ):准确称取 0.252 2 g 钼酸钠( $\text{NaMoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,分析纯)溶于少量水中,加入 1 mL 盐酸(D.5.1.4.1),用水稀释定容至 1 L。

D.5.1.4.6 钼标准溶液( $\rho = 1 \text{ mg/L}$ ):吸取 5 mL 钼标准储备溶液(D.5.1.4.5),定容至 500 mL。也可购买有证钼标准溶液稀释配制。

D.5.1.4.7 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,分析纯)。

D.5.1.4.8 二氯化锡溶液:称取 10 g 二氯化锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,分析纯)溶解在 50 mL 浓盐酸(D.5.1.4.1)中,加水稀释至 100 mL,二氯化锡不稳定,应当天配制使用。

D.5.1.4.9 异戊醇-四氯化碳混合液:异戊醇[( $\text{CH}_3$ )<sub>2</sub>CHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH,分析纯]加等体积四氯化碳( $\text{CCl}_4$ ,分析纯)作为增重剂,使密度大于 1 g/mL,加少许硫氰酸钾溶液(D.5.1.4.3)和二氯化锡溶液(D.5.1.4.8),振荡几分钟,静置分层后弃去水相。

#### D.5.1.5 分析步骤

##### D.5.1.5.1 试样制备

称取烘干磨碎(过 0.5 mm 孔径标准筛)植物试样 5.000 g~10.000 g(依据植物含钼量而定此处应写明试样中含钼量范围),置于石英或瓷蒸发皿(D.5.1.3.3),在电炉上缓缓加热炭化,至不冒烟时,移入电阻炉(D.5.1.3.1)中,逐渐升温至 500 ℃,灰化 3 h。冷却后,滴加少量水润湿灰分,加盖表面皿,小心地分次加入 30 mL 盐酸溶液(D.5.1.4.2)溶解灰分,加 20 mL 水,加热煮沸 5 min 促使其溶解。用定量滤纸过滤至 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤蒸发皿和滤纸上残渣,冷却后用水定容(如灰化不完全,可将残渣和滤纸烘干,重新灰化,经盐酸溶液(D.5.1.4.2)溶解后一并测定,或不定容,全部试液均用于测定)。

##### D.5.1.5.2 KCNS 显色

吸取 50.0 mL 试液(含 Mo 1 μg~3 μg)于 125 mL 分液漏斗中,加 10 mL 三氯化铁溶液(D.5.1.4.4),摇匀。加入 1g 柠檬酸(D.5.1.4.7)和 2 mL~3 mL 异戊醇-四氯化碳混合液(D.5.1.4.9),摇动 2 min。静置分层后弃去异戊醇-四氯化碳层。加入 3 mL 硫氰酸钾溶液(D.5.1.4.3),混合均匀,溶液呈现硫氰化铁的血红色。加 2 mL 二氯化锡溶液(D.5.1.4.8),混合均匀,红色逐渐消失。

##### D.5.1.5.3 测定

准确加入 10.0 mL 异戊醇-四氯化碳混合液(D.5.1.4.9),振荡 2 min~3 min,静置分层后,用干滤纸将异戊醇-四氯化碳层过滤到比色槽中,在波长 470 nm 处比色测定。

##### D.5.1.5.4 标准曲线的绘制

分别吸取钼标准溶液(D.5.1.4.6)0 mL、0.1 mL、0.3 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL,分别放入 125 mL 分液漏斗中,各加 10 mL 三氯化铁溶液(D.5.1.4.4),按照 D.5.1.5.2 进行显色,按 D.5.1.5.3 进行测定,绘制标准曲线。

##### D.5.1.6 结果计算

植株中全钼含量用  $\omega$  表示,单位为毫克每千克(mg/kg)。按公式(D.6)计算。

$$\omega = \frac{\rho_3 \times V_3 \times ts_1}{m_3} \dots\dots\dots (D.6)$$

式中:

$\rho_3$  ——测得显色液中钼的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_3$  ——定容体积,单位为毫升(mL);

$ts_1$  ——分取倍数  $\frac{100}{50}$ ;

$m_3$  ——试样质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后2位。

#### D.5.1.7 精密度

在重复性条件下获得的2次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

### D.5.2 极谱(催化波)法

#### D.5.2.1 适用范围

本方法适用于植株中全钼含量的测定。

#### D.5.2.2 测定原理

植物样品经干灰化法分解,用盐酸溶解灰分。蒸干后,加支持电解质苯羟乙酸-氯酸盐-硫酸溶液,采用极谱仪测定试液波峰电流值,钼含量与波峰电流值的标准曲线计算试液中钼的含量。

#### D.5.2.3 主要仪器和设备

##### D.5.2.3.1 极谱仪。

##### D.5.2.3.2 石英或瓷坩埚:30 mL。

##### D.5.2.3.3 分液漏斗:125 mL。

##### D.5.2.3.4 电阻炉。

##### D.5.2.3.5 电砂浴。

##### D.5.2.3.6 一般实验室常用仪器和设备。

#### D.5.2.4 试剂和溶液

本方法中所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

##### D.5.2.4.1 盐酸(HCl, $\rho \approx 1.19$ g/mL,优级纯)。

##### D.5.2.4.2 盐酸溶液(1+5):1 体积盐酸(D.5.2.4.1)与4 体积水混合。

##### D.5.2.4.3 硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, $\rho \approx 1.84$ g/mL,优级纯)。

##### D.5.2.4.4 硫酸溶液( $c = 2.5$ mol/L):量取 140 mL 硫酸(D.5.2.4.3)缓缓注入水中,置于 1 L 容量瓶中,用水定容。

##### D.5.2.4.5 苯羟乙酸溶液( $c = 0.5$ mol/L):用苯羟乙酸(C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>,分析纯)和水配制,新配制的可连续使用 1 周。

##### D.5.2.4.6 饱和氯酸钠溶液(NaClO<sub>3</sub>):称取 6.7 g 氯酸钠用少量水溶解,置于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

##### D.5.2.4.7 氢氧化钠溶液( $c = 1$ mol/L):称取 4 g 氢氧化钠(NaOH,分析纯),用少量水溶解,冷却后,置于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

##### D.5.2.4.8 钼标准储备溶液( $\rho = 100$ mg/L):准确称取 0.150 0 g 三氧化钼(MoO<sub>3</sub>,光谱纯)溶于 10 mL 氢氧化钠溶液(D.5.2.4.7)中,加盐酸溶液(D.5.2.4.2)酸化,置于 1 L 容量瓶中,用水定容。

##### D.5.2.4.9 钼标准溶液( $\rho = 1$ mg/L):吸取钼标准储备溶液(D.5.2.4.8)5 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水定容。

**D.5.2.5 分析步骤****D.5.2.5.1 试液制备**

称取烘干磨碎(过 0.5 mm 孔径标准筛)植物试样 1.000 g,置于石英或瓷坩埚(D.5.2.3.2),在电炉上缓缓加热炭化,至不冒烟时,移入电阻炉(D.5.2.3.4)中,于 525 ℃灰化 2 h。若有黑色炭粒,可将坩埚取出冷却,滴加硝酸铵溶液(300 g/L),湿润后,先于低温蒸干,再灼烧 1 h。冷却后,用水湿润,加入 10 mL 盐酸溶液(D.5.2.4.2)溶解灰分,用少量水洗涤残渣及坩埚,溶解液和洗涤液过滤于 100 mL 容量瓶,用水定容。

**D.5.2.5.2 测定**

吸取 1.00 mL 定容试液于 25 mL 烧杯中,在电砂浴上小心蒸干。冷却后,加入 1 mL 硫酸溶液(D.5.2.4.4)、1 mL 苯羟乙酸(D.5.2.4.5)、10 mL 饱和氯酸钠溶液(D.5.2.4.6),摇匀,静置 0.5 h 后,用极谱仪(D.5.2.3.1)测定。

**D.5.2.5.3 空白试验**

除不加试样外,其他步骤同 D.5.2.5.1 和 D.5.2.5.2。

**D.5.2.5.4 标准曲线绘制**

分别吸取钼标准溶液(D.5.2.4.9)0 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。即为含钼(Mo)0 mg/L、0.004 mg/L、0.008 mg/L、0.012 mg/L、0.016 mg/L、0.020 mg/L 的标准系列溶液。

分别吸取含钼(Mo)0 mg/L、0.004 mg/L、0.008 mg/L、0.012 mg/L、0.016 mg/L、0.020 mg/L 的标准系列溶液各 1.00 mL 于 25 mL 烧杯,各加 1.00 mL 空白液,在电砂浴(D.5.2.3.5)上小心蒸干后进行测试,按照 D.5.2.5.2 步骤测定。以测得的峰电流值与对应的钼浓度作标准曲线或计算回归直线方程。

**D.5.2.6 结果计算**

植株全钼(Mo)含量  $\omega$  以质量分数(mg/kg)表示,按公式(D.7)计算。

$$\omega = \frac{\rho_4 \times V_4 \times ts_2}{m_4} \dots\dots\dots (D.7)$$

式中:

$\rho_4$ ——测得显色液中钼的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_4$ ——定容体积,单位为毫升(mL);

$ts_2$ ——分取倍数  $\frac{100}{50}$ ;

$m_4$ ——试样质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后 2 位。

**D.5.2.7 精密度**

在重复性条件下获得的 2 次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

**D.6 全硼****D.6.1 姜黄素比色法****D.6.1.1 范围**

本方法适用于植株中全硼含量的测定。

**D.6.1.2 原理**

植物样品经干灰化法分解,用盐酸溶解灰分。在酸性溶液中,姜黄素与硼结合成玫瑰红色的络合物,脱水蒸干后,进行显色,颜色深度与硼含量成正比,进行比色测定。

**D.6.1.3 主要仪器和设备****D.6.1.3.1 电阻炉。****D.6.1.3.2 分光光度计。**

D.6.1.3.3 恒温水浴。

D.6.1.3.4 离心机。配 10 mL 离心管。

D.6.1.3.5 石英或瓷坩埚：体积为 30 mL。

D.6.1.3.6 一般实验室常用仪器和设备。

D.6.1.4 试剂和溶液

本方法中所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。所述溶液如未指明溶剂，均系水溶液。

D.6.1.4.1 盐酸溶液( $c=0.1\text{ mol/L}$ )：量取盐酸( $\text{HCl}$ ,  $\rho\approx 1.19\text{ g/mL}$ , 分析纯)8.3 mL，稀释至 1 L。

D.6.1.4.2 盐酸溶液( $c=6\text{ mol/L}$ )：盐酸( $\text{HCl}$ ,  $\rho\approx 1.19\text{ g/mL}$ , 分析纯)与水等体积混合。

D.6.1.4.3 氢氧化钙 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ 饱和溶液。

D.6.1.4.4 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ , 分析纯)。

D.6.1.4.5 姜黄素-草酸溶液：称取 0.04 g 姜黄素( $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_6$ )和 5 g 草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于无水乙醇(D.6.1.4.4)中，加入 4.2 mL 盐酸溶液(D.6.1.4.2)，移入 100 mL 容量瓶中，用无水乙醇(D.6.1.4.4)定容。储存在冰箱中可使用 5 d~7 d。

D.6.1.4.6 硼标准储备溶液( $\rho=100\text{ mg/L}$ )：将 0.571 6 g 干燥的硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 优级纯)溶于水中，置于 1 L 容量瓶中，用水定容，储存于塑料瓶中备用。

D.6.1.4.7 硼标准溶液( $\rho=10\text{ mg/L}$ )：吸取 10 mL 硼标准储备溶液(D.6.1.4.6)至 100 mL 容量瓶中，用水定容。此标准溶液宜现配现用。

D.6.1.5 分析步骤

D.6.1.5.1 试样制备

称取烘干磨碎(过 0.5 mm 孔径标准筛)的植物试样 0.500 0 g，置于石英或瓷坩埚(D.6.1.3.5)中[籽粒样品应加少量氢氧化钙饱和溶液(D.6.1.4.3)防止硼逸失]，在电炉上低温加热炭化，至不冒烟时，移入电阻炉(D.6.1.3.1)中，逐渐升温至 500 ℃，灰化 2 h~3 h。冷却后，用 10 mL~20 mL 盐酸溶液(D.6.1.4.1)溶解灰分，置于 20 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(D.6.1.4.1)定容。摇匀，采用静置、过滤、离心方法使滤液澄清。

注：灰化温度不宜超过 500 ℃，灰化时间不宜过长，防止样品污染或挥发损失。

D.6.1.5.2 姜黄素显色

吸取 1.00 mL 试液(含硼小于 1  $\mu\text{g}$ )，放入瓷蒸发皿中，加入 4 mL 姜黄素-草酸溶液(D.6.1.4.5)，在  $(55\pm 3)$  ℃ 水浴上蒸发至干，并且继续在水浴上烘干 15 min，去除残存水分，在蒸发和烘干的过程中显红色。加 20.00 mL 乙醇(95%)溶解，干过滤后，用 1 cm 比色管，于 550 nm 波长比色，以乙醇调节光度计零点。

注：显色测定过程中，不宜中途停止；显色后不应将蒸发皿长时间暴露在空气中，以免玫瑰花青苷水解。乙醇溶解后应尽快比色，防止挥发影响吸收值。

D.6.1.5.3 标准曲线的绘制

分别吸取硼标准溶液(D.6.1.4.7)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，用水定容，配成浓度为 0 mL、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L 的硼标准系列溶液。再分别吸取上述硼标准系列溶液各 1 mL，放入瓷蒸发皿中，加 4 mL 姜黄素-草酸溶液(D.6.1.4.5)，按 D.6.1.5.2 步骤进行显色、比色。以硼标准系列溶液的浓度对吸收值绘制工作曲线。

D.6.1.6 结果计算

植株中全硼含量用  $\omega$  表示，单位为毫克每千克( $\text{mg/kg}$ )。按公式(D.8)计算。

$$\omega = \frac{\rho_5 \times V_5 \times ts_3}{m_5} \dots\dots\dots \text{(D.8)}$$

式中：

$\rho_5$  ——测得显色液中硼的质量浓度，单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ )；

$V_5$ ——定容体积,单位为毫升(mL);

$ts_3$ ——分取倍数 $\frac{25}{1}$ ;

$m_5$ ——烘干试样质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后 2 位。

#### D.6.1.7 精密度

在重复性条件下获得的 2 次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

#### D.6.2 甲亚胺比色法

##### D.6.2.1 范围

本方法适用于植株中全硼含量的测定。

##### D.6.2.2 原理

植物样品经干灰化法分解,用盐酸溶解灰分,去除干扰离子后。滤液中硼用甲亚胺显色后,显色深度和硼含量成正比,用比色法测定。

##### D.6.2.3 主要仪器和设备

D.6.2.3.1 电阻炉。

D.6.2.3.2 分光光度计。

D.6.2.3.3 恒温水浴。

D.6.2.3.4 离心机。配 10 mL 离心管。

D.6.2.3.5 石英或瓷坩埚:体积为 30 mL。

D.6.2.3.6 一般实验室常用仪器和设备。

##### D.6.2.4 试剂和溶液

本方法中所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

D.6.2.4.1 盐酸溶液(1+1):同体积盐酸(HCl,  $\rho \approx 1.19$  g/mL)和水混匀。

D.6.2.4.2 碳酸钡( $\text{BaCO}_3$ )饱和溶液。

D.6.2.4.3 甲亚胺显色溶液:称取 0.9 g 甲亚胺( $\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$ )和 2 g 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ),加入 100 mL 水,微热溶解,使用当日配制。

D.6.2.4.4 硼标准贮备溶液(100 mg/L):将 0.5716 g 干燥的硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,优级纯)溶于水中,置于 1 L 容量瓶中,用水定容,贮存于塑料瓶中备用。

D.6.2.4.5 硼标准溶液(10 mg/L):吸取 10 mL 硼标准贮备溶液(D.6.2.4.4),置于 100 mL 容量瓶中,用水定容。此标准溶液宜现配现用。

##### D.6.2.5 分析步骤

###### D.6.2.5.1 试样制备

称取烘干磨碎(过 0.5 mm 孔径标准筛)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g,置于石英或瓷坩埚(D.6.2.3.5)中,在电炉上加热炭化,至不冒烟时,移入电阻炉(D.6.2.3.1)中,于 500 °C 灰化 2 h。冷却后,用 5 mL 盐酸溶液(D.6.2.4.1)溶解灰分,加水 20 mL,小心加入碳酸钡饱和溶液(D.6.2.4.2)至沉淀产生,再加 1 滴~2 滴,移入 50 mL 容量瓶,用水定容,用干滤纸过滤于干燥塑料瓶中。

注:滤液中 Fe、Al、Si 等会影响甲亚胺与 B 的显色,用碳酸钡饱和溶液中和,使之沉淀,硅酸与钡形成沉淀而去除。

###### D.6.2.5.2 甲亚胺显色

吸取滤液 5.00 mL~10.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加 1 mL 甲亚胺溶液,摇匀,用水定容。于避光处放置 2 h,完成显色反应。

注:甲亚胺试剂见光易分解,应在暗处保存。加显色剂后可将溶液置于 23 °C 恒温箱中,显色达稳定需 2 h。

###### D.6.2.5.3 测定

用试剂空白液调节分光光度计吸收值到零,在 420 nm~430 nm 波长处对显色液进行比色测试。

#### D.6.2.5.4 标准曲线的绘制

分别吸取硼标准溶液(D.6.2.4.5)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 容量瓶中,用水定容,配成浓度为 0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L 的硼标准系列溶液。再分别吸取上述硼标准系列溶液各 4 mL,于不同试管中,按 D.6.2.5.2、D.6.2.5.3 进行显色和测试吸收值,以吸收值为纵坐标,以硼标准系列溶液含量为横坐标,绘制工作曲线。

#### D.6.2.6 结果计算

植株中全硼含量用  $\omega$  表示,单位为毫克每千克(mg/kg)。按公式(D.9)计算。

$$\omega = \frac{\rho_6 \times V_6 \times ts_4}{m_6} \dots\dots\dots (D.9)$$

式中:

$\rho_6$  ——测得显色液中硼的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_6$  ——定容体积,单位为毫升(mL);

$ts_4$  ——分取倍数;

$m_6$  ——烘干试样质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后 2 位。

#### D.6.2.7 精密度

在重复性条件下获得的 2 次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

#### D.6.2.8 注意事项

甲亚胺制备:将 H 酸一钠盐[C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>OH(SO<sub>3</sub>HNa)<sub>2</sub>,1 氨基-8 萘酚-3,6-二磺酸氢钠]18 g 溶于 1 000 mL 水中,稍加热使溶解完全,必要时过滤。在酸度计上边搅拌边用 100 g/L 氢氧化钾(KOH)溶液中和至 pH 为 7,然后边搅拌边滴加盐酸溶液(1+1),使酸度为 pH 1.5(用标准 pH 试纸测试)。小心加热至 60 ℃,然后边激烈搅拌边徐徐加入水杨醛(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>OH·CHO)20 mL,继续保温搅拌 1 h,取出置于冷暗处放置 24 h 以上。用大号布氏漏斗过滤,收集橙红色沉淀,用无水乙醇洗涤沉淀 5 次~6 次,收集合成的甲亚胺在 100 ℃干燥 3 h,冷却后,在玛瑙研钵中磨细,放在塑料器皿中,储于干燥器中保存。

### D.7 全量铜、锌、铁、锰

#### D.7.1 适用范围

本方法适用于各类植株样品中全量铜、锌、铁、锰含量的测定。

#### D.7.2 测定原理

采用干灰化或湿灰化将植物样品中的有机物氧化成二氧化碳和水等挥发,铜、锌、铁、锰等灰分元素进入待测溶液,用原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测液中铜、锌、铁、锰的含量。

#### D.7.3 主要仪器和设备

D.7.3.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。

D.7.3.2 石英坩埚或瓷坩埚(30 mL)。

D.7.3.3 锥形瓶(150 mL)。

D.7.3.4 弯颈漏斗。

D.7.3.5 高温电炉

D.7.3.6 电热板(温度可调节)。

D.7.3.7 电炉。

D.7.3.8 原子吸收分光光度计。

D.7.3.9 电感耦合等离子体发射光谱仪。

#### D.7.4 试剂

D.7.4.1 盐酸:优级纯。

D.7.4.2 硝酸:优级纯。

D.7.4.3 高氯酸:优级纯。

D.7.4.4 盐酸溶液(1+1):取 50 mL 盐酸(D.7.4.1)慢慢加入 50 mL 水中。

D.7.4.5 硝酸溶液(1+1):取 50 mL 硝酸(D.7.4.2)慢慢加入 50 mL 水中。

D.7.4.6 铜标准储备液(1 000 mg/L):称取 1.000 g 金属铜(99.9%以上)于烧杯中,用 20 mL 硝酸(1+1)加热溶解,冷却后,转移至 1 L 容量瓶中,定容,储存于聚乙烯瓶中。或称取 3.928 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,优级纯,未风化的)溶于水中,转移至 1 L 容量瓶中,定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

D.7.4.7 铜标准溶液(50 mg/L):吸取铜标准储备液(D.7.4.6)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,定容。

D.7.4.8 锌标准储备液(1 000 mg/L):称取 1.000 g 金属锌(99.9%以上)于烧杯中,用 30 mL 盐酸溶液(1+1)加热溶解,冷却后,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或称取 4.398 g 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,优级纯,未风化的)溶于水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

D.7.4.9 锌标准溶液(50 mg/L):吸取锌标准储备液(D.7.4.8)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

D.7.4.10 铁标准储备液(1 000 mg/L):称取 1.000 g 金属铁(99.9%以上)于烧杯中,用 30 mL 盐酸(1+1)加热溶解,冷却后,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或称取 8.634 g 硫酸铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ,优级纯,未风化的]溶于水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

D.7.4.11 铁标准溶液(100 mg/L):吸取铁标准储备液(D.7.4.10)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

D.7.4.12 锰标准储备液(1 000 mg/L):称取 1.000 g 金属锰(99.9%以上)于烧杯中,用 20 mL 硝酸溶液(1+1)加热溶解,冷却后,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或称取 2.749 g 已于 400 °C~500 °C 灼烧至恒重的无水硫酸锰( $\text{MnSO}_4$ ,优级纯)溶于水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水定容,储存于聚乙烯瓶中。或购买有证标准溶液。

D.7.4.13 锰标准溶液(100 mg/L):吸取锰标准储备液(D.7.4.12)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

## D.7.5 分析步骤

### D.7.5.1 样品前处理

#### D.7.5.1.1 干灰化法

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于石英坩埚(或瓷坩埚)中,先在电炉上进行低温炭化至无烟,再移入高温电炉中于 500 °C 灰化 2 h~6 h,若此时灰化不完全,炭粒较多,可待冷却后,滴加硝酸(D.7.4.5)润湿灰分,蒸发至干后,置高温电炉中继续完成灰化,反复多次直至近白色,冷却,用 2 mL 盐酸溶液(D.7.4.4)溶解灰分,将试样消化液转入 25 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,冷却,定容,静置备用;同时作试剂空白。

#### D.7.5.1.2 湿灰化法

称取烘干磨细(0.5 mm)的植物试样 0.500 0 g~1.000 0 g 于锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(D.7.4.5.4.2),加弯颈漏斗,放置过夜,于电热板上消解至溶液呈淡黄色,若溶液混浊或有炭化,补加硝酸继续消解至溶液呈淡黄色,取下锥形瓶稍冷,加 2 mL 高氯酸(D.7.4.3)继续消解,直至冒白烟,用少许水冲洗弯颈漏斗并取下,继续消解至高氯酸白烟基本冒尽,消化液呈白色或清亮,用 2 mL 盐酸溶液(D.7.4.4)溶解灰分,将试样消化液转入 25 mL 具塞比色管(或容量瓶)中,冷却,定容,静置备用;同时作试剂空白。

### D.7.5.2 试液中铜、锌、铁、锰的测定

**D.7.5.2.1 原子吸收分光光度法****D.7.5.2.1.1 标准工作曲线绘制**

分别吸取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铜、锌、铁、锰标准溶液(D.7.4.7、D.7.4.9、D.7.4.11、D.7.4.13)于一组 100 mL 容量瓶中,再分别加入 8 mL 盐酸溶液(D.7.4.4),定容,即为 0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.0 mg/L、2.5 mg/L 的铜、锌和 0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L、5.0 mg/L 的铁、锰混合标准系列溶液。标准工作曲线的浓度可根据试液中待测元素的含量和仪器的灵敏度适当调整。

测定前,根据元素性质,参照仪器说明书,对波长、灯电流、狭缝、燃烧头高度等仪器工作条件进行优化。以标准空白校正仪器零点,分别测得标准溶液的吸光值,建立吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。

**D.7.5.2.1.2 试液的测定**

在与标准工作曲线绘制相同仪器条件下,分别测得试剂空白和样品试液的吸光值,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得样液中铜、锌、铁、锰含量。

**D.7.5.2.2 电感耦合等离子发射光谱法****D.7.5.2.2.1 标准工作曲线绘制**

分别吸取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铜、锌标准溶液(D.7.4.7、D.7.4.9)和铁、锰标准储备液(D.7.4.10、D.7.4.12)于一组 100 mL 容量瓶中,再分别加入 8 mL 盐酸溶液(D.7.4.4),定容,即为铜、锌浓度为 0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 和铁、锰浓度为 0.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L 的混合标准系列溶液。

测定前,根据元素性质,参照仪器说明书,对波长、功率、工作气体流量、积分时间等仪器工作条件进行优化。分别测得标准溶液的发射光谱强度,建立发射光谱强度与浓度关系的一元线性回归方程。

**D.7.5.2.2.2 试液的测定**

在与标准工作曲线绘制相同仪器条件下,分别测得试剂空白和样品试液的发射光谱强度,代入标准工作曲线的一元线性回归方程中求得样液中铜、锌、铁、锰含量。

**D.7.6 结果计算**

植株全量铜、锌、铁、锰含量,以质量分数表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(D.10)计算。

$$\omega(\text{Cu, Zn, Fe, Mn}) = \frac{(\rho_7 - \rho_{02}) \times V_5 \times D_3 \times 1\,000}{m_7 \times 1\,000} \dots\dots\dots (\text{D.10})$$

式中:

$\rho_7$ ——测定试液中铜、锌、铁、锰的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_{02}$ ——空白液中铜、锌、铁、锰的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V_5$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$D_3$ ——稀释倍数;

$m_7$ ——试样质量,单位为克(g)。

平行测定结果,用算术平均值表示。铜和锌的计算结果保留小数点后 2 位,铁和锰的计算结果保留小数点后 1 位,但有效位数最多不超过 3 位。

**D.7.7 精密度**

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

**D.7.8 注意事项**

**D.7.8.1** 不同植株样品干灰化时间差异较大。一般幼嫩植株和叶片需 1.5 h~2 h,木质化程度高的茎秆及含脂肪高的种子样品较难灰化,需 4 h~6 h。

**D.7.8.2** 湿灰化时,高氯酸易爆炸,应先用硝酸充分浸泡样品后再加入高氯酸,切忌先加高氯酸进行消煮。

- D.7.8.3** 为避免样品中的沉淀等杂质堵塞仪器进样管,必要时可将试样消化液过滤后再进行上机测定。
- D.7.8.4** 在进行大批量样品测试时应注意仪器的漂移,应定期用空白调节仪器零点或用标准工作曲线对仪器进行校正。
- D.7.8.5** 当试液中的浓度超过标准工作曲线最高浓度时,应稀释后再上机测定。
-