

F-HZ-DZ-TR-0056

土壤—全磷的测定—碱熔光度法

1 范围

本方法适用于土壤全磷的测定。

2 原理

磷是植物必需的营养元素之一。土样用氢氧化钠熔融分解，然后在一定酸度和三价铈离子存在下，磷与钼酸铵形成铈磷钼混合杂多酸，以抗坏血酸还原为磷钼蓝进行光度法测定。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 对硝基酚指示剂：称取 0.20g 对硝基酚，溶于 100mL 水中。

3.3 硫酸溶液：4.5mol/L，量取 250mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，缓慢加入 750mL 水中，再加水至 1000mL。

3.4 氢氧化钠溶液：2mol/L，称取 80.0g 氢氧化钠溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.5 硫酸溶液：0.5mol/L，量取 28.0mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，缓慢加入水中，再加水稀释至 1000mL。

3.6 钼铈贮存液：量取 153mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，缓慢地加入 400mL 水中，搅拌，冷却。另取 10g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于约 60℃的 300mL 水中，冷却。然后将硫酸溶液缓慢倒入钼酸铵溶液中，再加入 100mL 5g/L 酒石酸铈钾 ($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) 溶液，最后用水稀释至 1000mL，避光贮存。

3.7 钼铈抗显色剂：称取 1.50g 抗坏血酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)，溶于 100mL 钼铈贮存液中，随用随配。

3.8 磷标准溶液：称取在 105℃烘 2h 的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 0.4394g(精确至 0.0001g)溶于水中，加 5mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，再加水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 含 100 μg 磷。吸取 10.00mL 上述标准溶液置于 200mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含 5 μg 磷，不宜久存。

3.9 盐酸溶液，1+1。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 银坩埚。

4.3 容量瓶，50mL。

5 操作步骤

5.1 称取通过 0.149mm 筛孔的风干土样 0.2000g(精确至 0.0001g)置于银坩埚中，加入 2 g 固体氢氧化钠。将银坩埚放入高温炉内，由室温升至 300℃，保温 10min；再升高温度至 750℃，保温 15min，取出冷却。在银坩埚中加入 10mL 水，微热使熔块溶解，然后将溶液移入 50mL 容量瓶中，用热水和 2mL 4.5mol/L 硫酸溶液多次洗涤银坩埚并倒入容量瓶内，溶液体积控制约 40mL。加入 5 滴盐酸溶液 (1+1) 和 5mL 4.5mol/L 硫酸溶液，摇动后冷却至室温，再加水稀释至刻度，摇匀后静置澄清或用慢速滤纸过滤，溶液作测磷用。同时做空白试验。

5.2 吸取 2.00mL~10.00mL 溶液(含磷 5 μg ~30 μg)置于 50mL 容量瓶中，加水至 15mL~20mL，加 1 滴对硝基酚指示剂，用 2mol/L 氢氧化钠溶液和 0.5mol/L 硫酸溶液调节至溶液刚呈微黄色，加入 5mL 钼铈抗显色剂，加水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 后，在分光光度计上，于 700nm 波长处，用 1cm~2cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的磷量。

5.3 工作曲线：分别取 0、5、10、15、20、25、30 μg 磷标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.2 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注 1: 钼锑抗光度法要求显色液中硫酸浓度为 0.23mol/L~0.33mol/L。如酸度小于 0.23mol/L, 虽然显色加快, 但稳定时间较短。如酸度大于 0.33mol/L, 则显色变慢。本法要求显色温度为 15℃以上, 如室温低于 15℃, 可放置在 30℃~40℃的恒温箱中保持 30min, 冷却后测定吸光度。

注 2: 熔块先用水提取, 后用 4.5mol/L 硫酸溶液处理, 目的是将磷全部提取出来, 同时使大部分硅酸脱水及钙元素形成沉淀, 留在溶液中的量降低至无干扰的程度。

6 结果计算

按下式计算土壤全磷量:

$$W_p = \frac{C \times t}{m \times K \times 10^3}$$

式中:

W_p ——全磷量, g/kg;

C ——从工作曲线上查得全磷量, μg ;

t ——分取倍数 (溶液总体积 50mL/吸取溶液体积);

m ——风干土样质量, g;

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取两位小数。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 全磷测定允许差

全磷量 (g/kg)	允许差(g/kg)
>2	>0.06
1~2	0.03~0.06
<1	0.03

8 参考文献

[1] LY/T1232-1999.森林土壤全磷的测定.

[2] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京: 中国农业科技出版社. 1999, 166.