

F-HZ-DZ-TR-0057

土壤—全磷的测定—酸溶光度法

1 范围

本方法适用于土壤全磷的测定。

2 原理

土样用硫酸-高氯酸溶解，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 高氯酸 (ρ 1.67g/mL)。

3.2 硫酸 (ρ 1.84g/mL)。

3.3 氢氧化钠溶液：4mol/L，称取 16.0g 氢氧化钠溶于水，再加水稀释至 100mL。

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

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。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 凯氏烧瓶，100mL。

4.3 容量瓶，50mL，100mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取通过 0.149mm 筛孔的风干土样 0.2000g (精确至 0.0001g) 置于凯氏烧瓶中，加数滴水使土样湿润，再加入 3mL 硫酸和 10 滴高氯酸，摇匀。在瓶口放一小漏斗，放在电炉上加热消煮至溶液颜色转白并显透明，再继续煮沸 20min。冷却后，将凯氏烧瓶中的溶液用水洗入 100mL 容量瓶中，反复用水洗净凯氏烧瓶，再用水稀释至刻度，摇匀，静置澄清。同时做空白试验。

5.2 测定吸光度：吸取 5.00mL~10.00mL 溶液 (含磷不超过 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 4mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液至黄色，再用 0.5mol/L 硫酸溶液调节溶液至微黄色，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：钼铈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。

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, 168.
- [3] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京：中国标准出版社. 1996, 38.