

土壤全磷的测定

氢氧化钠熔融—钼锑抗比色法

1、方法提要

土壤样品与氢氧化钠熔融，使土壤中含磷矿物及有机磷化合物全部转化为可溶性的正磷酸盐，用水和稀硫酸溶解熔块，在规定条件下样品溶液中的磷酸根与钼锑抗显色剂反应，生成磷钼蓝，其颜色的深浅与磷的含量成正比，通过分光光度法定量测定。

2、适用范围

本方法适用于各类土壤全磷含量的测定。

3、主要仪器设备

3.1 美析分光光度计；

3.2 高温电炉：升温至 1200℃，温度可调；

3.3 镍(或银)坩埚：容量≥30mL；

3.4 具塞三角瓶：50mL。

4、试剂

4.1 氢氧化钠；

4.2 无水乙醇；

4.3 碳酸钠[$\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3)=100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$]溶液：称取 10.0g 无水碳酸钠溶于水，稀释至 100mL；

4.4 5%硫酸溶液：吸取 5mL 浓硫酸缓缓加入 90mL 水中，冷却后加水至 100mL；

4.5 硫酸溶液[$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]：量取 168mL 浓硫酸缓缓加入到盛有约 800mL 水的大烧杯中，不断搅拌，冷却后，稀释至 1L；

4.6 二硝基酚指示剂：称取 0.2g2，6-二硝基酚溶于 100mL 水中；

4.7 酒石酸锑钾溶液[$\rho(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O})=5\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$]：称取酒石酸锑钾 0.5g 溶于 100mL 水中；

4.8 硫酸钼锑贮备液：量取 126mL 浓硫酸，缓缓加入到 400mL 水中，不断搅拌，冷却。另称取钼酸铵[$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$]10.0g 溶于温度约 60℃的 300mL 水中，冷却。然后将硫酸溶液缓缓倒入钼酸铵溶液中。再加入 $5\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 酒石酸锑钾溶液 100mL，冷却后，加水稀释至 1L，摇匀，贮于棕色瓶中；

4.9 钼锑抗显色剂：称取 1.5g 抗坏血酸(左旋，旋光度+21~22°)溶于 100mL 钼锑贮备液中。此溶液有效期不长，须随配随用；

4.10 磷标准贮备液[$\rho(\text{P})=100\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$]：准确称取经 105℃下烘干 2h 的磷酸二氢钾(优级纯)0.4390g，用水溶解后，加入 5mL 浓硫酸，然后加水定容至 1L。该溶液放入冰箱可长期保存；

4.11 磷标准溶液[$\rho(\text{P})=5\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$]：吸取 5.00mL 磷标准贮备液于 100mL 容量瓶中，加水定容。该溶液用时现配。

5、分析步骤

称取过 0.149mm 孔径筛的风干试样 0.25g，精确到 0.0001g，小心放入镍(或银)坩埚底部，切勿粘在壁上。加入无水乙醇 3~4 滴，润湿样品，在样品上平铺

2.0g 氢氧化钠。将坩埚(处理大批样品时, 暂放入大干燥器中以防吸潮)放入高温电炉, 升温。当温度升至 400℃左右时, 切断电源, 暂停 15min。然后继续升温至 720℃, 并保持 15min, 取出稍冷。加入约 80℃的水 10mL 待熔块溶解后无损转入 100mL 容量瓶, 同时用 3 mol·L⁻¹ 硫酸溶液 10mL 和水多次洗坩埚, 洗涤液也一并移入容量瓶。冷却, 定容。用无磷定性滤纸干过滤或离心澄清。同时做空白试验。

吸取待测样品溶液 2~10mL(含磷 0.04~1.0 μg)于 50mL 容量瓶中, 用水稀释至总体积约 3/5 处。加入二硝基酚指示剂 2~3 滴, 并用 100 g·L⁻¹ 碳酸钠溶液或 5% 硫酸溶液调节溶液至刚呈微黄色。准确加入 5.0mL 钼锑抗显色剂, 摇匀, 加水定容。在室温 20℃以上条件下, 放置 30min。显色的样品溶液在美析分光光度计上, 用 700nm、1cm 光径比色皿, 进行比色测定, 以空白试验为参比液调节仪器零点。

分别吸取 5 μg·mL⁻¹ 磷标准溶液 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 于 50mL 容量瓶中, 同时加入与显色测定所用的样品溶液等体积的空白溶液及二硝基酚指示剂 2~3 滴。并用 100 g·L⁻¹ 碳酸钠溶液或 5% 硫酸溶液调节溶液至刚呈微黄色。准确加入钼锑抗显色剂 5mL, 摇匀, 加水定容, 即得含磷量分别为 0.0、0.2、0.4、0.8、1.0 μg·mL⁻¹ 的标准溶液系列, 摇匀。于 20℃以上温度放置 30min 后, 在波长 700nm 处, 测定其吸光度。绘制校准曲线或计算回归方程。

6、结果计算

$$\text{全磷(P), g} \cdot \text{kg}^{-1} = \frac{\rho(\text{P}) \cdot V \cdot D}{m \times 10^6} \times 1000$$

式中: ρ(P)—查标准曲线或求回归方程而得测定液中 P 的质量浓度, μg·mL⁻¹;

V—显色时溶液定容的体积, mL; 本试验为 50;

D—分取倍数, 熔融后定容体积/显色时分取的体积, 本试验为 100/(5~10);

m—风干试样质量, g;

10⁶—换算因数。

平行测定结果以算术平均值表示, 保留小数点后二位。

7、精密度

平行测定结果的绝对相差 ≤ 0.05 μg·mL⁻¹。

8、注释

(1)在本方法所规定的酸度及钼酸铵浓度下, 钼锑抗法显色以 20~40℃为宜, 如室温低于 20℃, 可放置在 30~40℃烘箱中保温 30min, 取出冷却后比色。

(2)如果需要提供烘干基含量, 可测定土壤水分后进行折算。