

**F-HZ-DZ-TR-0098**

**土壤—矿质全量元素(磷)的测定—光度法**

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素(磷)的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的溶液,调节 pH,用钼锑抗显色剂显色,光度法测定。测定时下列离子含量范围内无干扰( $\mu\text{g/mL}$ ):铁 400~800、氯 130000、钾 16000、钠 10000、钙 8000、镁 16000、铵 10000、硅 200、钛 500、硝酸根 100、氟化物 100。

3 试剂

3.1 钼锑贮存液:量取 180.6mL 硫酸( $\rho 1.84\text{g/mL}$ ),缓慢地加入 400mL 水中,不断搅拌,冷却。另称取 20g 钼酸铵,溶于 300mL 60℃水中,冷却。然后将硫酸溶液缓慢地加入钼酸铵溶液中,不断搅拌。再加入 100mL 酒石酸锑钾溶液,冷却后用水稀释至 1000mL,贮于棕色中。

3.2 酒石酸锑钾溶液:称取 5g 酒石酸锑钾,溶于 1000mL 水中。

3.3 钼锑抗混合显色剂:取 100mL 钼锑贮存液,加入 1.5g 抗坏血酸,溶解混匀。现用现配,有效期 24h。

3.4 碳酸钠溶液:称取 10g 无水碳酸钠溶于 100mL 水中。

3.5 硫酸溶液:5+95,量取 5.0mL 硫酸( $\rho 1.84\text{g/mL}$ ),缓慢地加至 95mL 水中。

3.6 对硝基酚指示剂:称取 0.2g 对硝基酚,溶于 100mL 水中。

3.7 磷标准溶液:称取已在 105℃烘 2h 的磷酸二氢钾 1.9174g( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),精确至 0.0001g,置于 250mL 烧杯中,加入 50mL 水溶解,再加入 5mL 硫酸( $\rho 1.84\text{g/mL}$ ),移入 1000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 1000 $\mu\text{g}$  五氧化二磷。再吸取 10.00mL 溶液置于 1000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 10 $\mu\text{g}$  五氧化二磷。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 容量瓶,50mL。

5 操作步骤

5.1 试样测定:吸取 5.00mL 碱熔脱硅后的系统分析待测液[F-HZ-DZ-TR-0085 土壤矿质全量元素(硅)的测定(动物胶凝聚质量法)6.4 或 F-HZ-DZ-TR-0086 土壤矿质全量元素(硅)的测定(聚环氧乙烷凝聚质量法)6.3]置于 50mL 容量瓶中,加水至约 20mL,加 2 滴对硝基酚指示剂,用碳酸钠溶液和硫酸溶液调节 pH 至溶液呈微黄色。加入 5.00mL 钼锑抗混合显色剂,充分摇匀排出二氧化碳后,再加水稀释至刻度,摇匀。放置 30min(室温低于 25℃时放置 1h)后,在分光光度计上,于 660nm 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。同时做空白试验。

5.2 工作曲线:分别取 0、10、30、50、70、90 $\mu\text{g}$  磷标准溶液置于 50mL 容量瓶中,加入 5.00mL 钼锑抗混合显色剂,再加水稀释至刻度,摇匀。放置 30min(室温低于 25℃时放置 1h)后,按 5.1 操作步骤操作,绘制工作曲线。

注 1:显色时酸度大一些为好,可以防止硅钼蓝的生成。因此,当待测液加至 50mL 容量瓶时,先不要用水将溶液体积稀释太大,控制在 15mL~20mL 为宜。加指示剂后,用碱和酸调节 pH,即可加入钼锑抗混合显色剂,这时溶液酸度达到 0.8~1.1mol/L,使硅失去形成硅钼蓝的条件。然后加水稀释至刻度,使最后溶液酸度为 0.325mol/L。

注 2:钼锑抗混合显色剂的加入量要准确一致,特别是钼酸铵量对显色的深浅和稳定性都有影响。

注 3:室温低于 20℃时,显色后的磷钼蓝将有蓝色沉淀发生(0.8 $\mu\text{gP}_2\text{O}_5/\text{mL}$  以上),此时可将容量瓶放在 40℃~50℃的热水中加热 20min,冷却后立即测定。

注 4:显色适宜温度 20℃~60℃,显色时间 30min~60min,稳定性 24h。

## 6 结果计算

土壤矿质全量元素(磷)量按(1)式或(2)式计算:

$$w_{P_2O_5} \text{ (g/kg)} = \frac{m_1 \times t}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_P \text{ (g/kg)} = w_{P_2O_5} \text{ (g/kg)} \times 0.4364 \dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得五氧化二磷量,  $\mu\text{g}$ ;

$t$ ——分取倍数(脱硅后系统分析待测液体积 250mL/吸取溶液体积 mL);

$m$ ——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;

0.4364——五氧化二磷换算成磷的系数。

## 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(大于 5g/kg 取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素(磷)测定允许差

磷量(g/kg)	允许差(g/kg)
>500	>2.5
50~500	1~2.5
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

## 8 参考文献

- [1] LY/T1253-1999. 森林土壤矿质全量元素(硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量)的测定。
- [2] 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, 52.
- [3] 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, 56.