

F-HZ-DZ-TR-0059

土壤—有效磷的测定—氟化铵盐酸浸提法

1 范围

本方法适用于风化程度中等的酸性土壤有效磷的测定。

2 原理

土样以氟化铵和盐酸溶液浸提，利用氟离子在酸性溶液中络合铁和铝离子的能力，使土样中较活性的铁、铝盐溶解释出，然后以钼锑抗光度法测定磷。

3 试剂

3.1 氟化铵-盐酸浸提剂：0.03mol/L 氟化铵-0.025mol/L 盐酸，称取 1.11g 氟化铵溶于 400mL 水中，加入 2.1mL 盐酸 (ρ 1.19g/mL)，用水稀释至 1000mL，贮于聚乙烯瓶中。

3.2 硼酸溶液：0.06mol/L，称取 3.7g 硼酸 (H_3BO_3) 溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.3 氢氧化铵：2mol/L，量取 15mL 氢氧化铵 (ρ 0.90g/mL)，加水稀释至 1000mL。

3.4 盐酸溶液：2mol/L，量取 16.4mL 盐酸 (ρ 1.19g/mL)，加水稀释至 100mL。

3.5 对硝基酚指示剂：称取 0.2g 对硝基酚，溶于 100mL 水中。

3.6 无磷活性炭。

3.7 钼锑贮存液：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 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 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 酒石酸锑钾 ($KSbOC_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O$) 溶液，最后用水稀释至 1000mL，避光贮存。

3.8 钼锑抗显色剂：称取 1.50g 抗坏血酸 ($C_6H_8O_6$)，溶于 100mL 钼锑贮存液中，随用随配。

3.9 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 μ g 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 μ g 磷，不宜久存。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 振荡机。

4.3 塑料瓶，200mL。

4.4 容量瓶，50mL，100mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取通过 2mm 筛孔的风干土样 5.0000g (精确至 0.0001g) 置于 200mL 塑料瓶中，加入 50mL 氟化铵-盐酸浸提剂，加塞，放在振荡机上振荡 5min。用慢速滤纸过滤于 100mL 容量瓶中，用水洗涤，再加水稀释至刻度，摇匀。如滤液有颜色，可加少量无磷活性炭作脱色处理。滤液移入塑料瓶中备用。同时做空白试验。

5.2 测定吸光度：吸取 5.00mL~10.00mL 溶液置于 50mL 容量瓶中，加入 5mL 硼酸溶液，加水至 20mL，加 1 滴对硝基酚指示剂，用 2mol/L 氢氧化铵调节溶液至黄色，再用 2mol/L 盐酸溶液调节溶液至微黄色，加入 5mL 钼锑抗显色剂，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 μ g 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。

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 ——有效磷量，g/kg；

C ——从工作曲线上查得有效磷量， 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 有效磷测定允许差

有效磷量 (mg/kg)	允许差(mg/kg)
>25	>2.5
10~25	1.0~2.5
2.5~10	0.5~1.0
<2.5	<0.5

8 参考文献

- [1] LY/T1233-1999.森林土壤有效磷的测定.
- [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, 40.
- [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, 181.