

F-HZ-DZ-TR-0060

土壤—有效磷的测定—碳酸氢钠浸提法

1 范围

本方法适用于石灰性土壤有效磷的测定。

2 原理

土样以碳酸氢钠溶液浸提，可以抑制钙离子的活性，使其以碳酸钙的形式沉淀，同时使活性较大的磷酸钙得以溶解浸提，部分较活性的磷酸铁、铝盐起水解作用而浸出，然后以钼锑抗光度法测定磷。

3 试剂

3.1 碳酸氢钠浸提剂：0.5mol/L，称取 42.0g 碳酸氢钠，加水溶解并稀释至近 1000mL，如溶液 pH 不在 8.5，则用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 8.5，再加水稀释至 1000mL。

3.2 硫酸溶液：1mol/L，量取 56.0mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，缓慢加入水中，再加水稀释至 1000 mL。

3.3 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。

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

3.5 无磷活性炭。

3.6 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[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]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 (KSbOC₄H₄O₆· $\frac{1}{2}$ H₂O) 溶液，最后用水稀释至 1000mL，避光贮存。

3.7 钼锑抗显色剂：称取 1.50g 抗坏血酸 (C₆H₈O₆)，溶于 100mL 钼锑贮存液中，随用随配。

3.8 磷标准溶液：称取在 105℃烘 2h 的磷酸二氢钾 (KH₂PO₄) 0.4394g(精确至 0.0001g)溶于水，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 锥形瓶，200mL。

4.4 容量瓶，50mL，200mL。

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 锥形瓶中，加入 100mL 碳酸氢钠浸提剂，加塞，放在振荡机上振荡 30min(室温 25℃ \pm 1℃)。用慢速滤纸过滤于 200mL 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。同时做空白试验。

5.2 测量吸光度：吸取 5.00mL~20.00mL 溶液置于 50mL 容量瓶中，加水至 20mL，加 1 滴对硝基酚指示剂，用 1mol/L 硫酸溶液调节溶液至微黄色(中和有强烈气泡发生，要一滴一滴边加边摇，勿使气泡逸出瓶口)，待气泡不再发生后，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

按下式计算土壤有效磷量:

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

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, 94.