

F-HZ-DZ-TR-0058

土壤—有效磷的测定—盐酸硫酸浸提法

1 范围

本方法适用于质地较轻的酸性土壤有效磷的测定。

2 原理

土样以盐酸和硫酸溶液浸提，使土样中较活性的磷酸铁、铝盐被溶解释出，然后以钼锑抗光度法测定磷。

3 试剂

3.1 盐酸-硫酸浸提剂：0.05mol/L 盐酸-0.025mol/L 硫酸，量取 4.0mL 盐酸 (ρ 1.19g/mL) 和 0.7mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，加入水中，再加水稀释至 1000mL。

3.2 无磷活性炭。

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

3.4 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。

3.5 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 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 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 酒石酸锑钾 ($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) 溶液，最后用水稀释至 1000mL，避光贮存。

3.7 钼锑抗显色剂：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 (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 振荡机。

4.3 容量瓶，50mL。

4.4 锥形瓶，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 25mL 盐酸-硫酸浸提剂，加塞，放在振荡机上振荡 5min。用慢速滤纸过滤于 50mL 容量瓶中，用水洗涤，再加水稀释至刻度，摇匀。同时做空白试验。如滤液有颜色，可加少量无磷活性炭作脱色处理。

5.2 测定吸光度：吸取 2.00mL~10.00mL 溶液置于 50mL 容量瓶中，加水至 15mL~20mL，加 1 滴对硝基酚指示剂，用 2mol/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 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：

$$W_p = \frac{C \times t}{m \times K \times 10^3} \times 1000$$

式中：

W_p ——有效磷量，mg/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，取一位小数。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.