

土壤全磷测定法

GB 9837—88

Method for determination of
soil total phosphorus

改为 NY 88-88

1 主题内容与适用范围

本标准对土壤全磷测定的原理、仪器、设备、样品制备、操作步骤等做了说明和规定。
本标准适用于测定各类土壤全磷含量。

2 测定原理

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与钼锑抗显色剂反应，生成磷钼蓝，用分光光度法定量测定。

3 仪器、设备

- 3.1 土壤样品粉碎机；
- 3.2 土壤筛：孔径1 mm 和0.149 mm；
- 3.3 分析天平：感量为0.0001 g；
- 3.4 镍(或银)坩埚：容量≥30 mL；
- 3.5 高温电炉：温度可调(0~1000℃)；
- 3.6 分光光度计：要求包括700 nm 波长；
- 3.7 容量瓶：50、100、1000 mL；
- 3.8 移液管：5、10、15、20 mL；
- 3.9 漏斗：直径7 cm；
- 3.10 烧杯：150、1000 mL；
- 3.11 玛瑙研钵。

4 试剂

所有试剂，除注明者外，皆为分析纯，水均指蒸馏水或去离子水。

- 4.1 氢氧化钠(GB 629)；
- 4.2 无水乙醇(GB 678)；
- 4.3 10%(M/V)碳酸钠溶液：10 g 无水碳酸钠(GB 639)溶于水后，稀释至100 mL，摇匀；
- 4.4 5%(V/V)硫酸溶液：吸取5 mL 浓硫酸(GB 625, 95.0~98.0%，比重1.84)缓缓加入90 mL 水中，冷却后加水至100 mL；
- 4.5 3 mol/L 硫酸溶液：量取168 mL 浓硫酸缓缓加入到盛有800 mL 左右水的大烧杯中，不断搅拌，冷却后，再加水至1000 mL；
- 4.6 二硝基酚指示剂：称取0.2 g 2,6-二硝基酚溶于100 mL 水中；
- 4.7 0.5% 酒石酸锑钾溶液：称取化学纯酒石酸锑钾0.5 g 溶于100 mL 水中；

4.8 硫酸钼锑贮备液:量取126 mL浓硫酸,缓缓加入到400 mL水中,不断搅拌,冷却。另称取经磨细的钼酸铵(GB 657)10 g溶于温度约60℃300 mL水中,冷却。然后将硫酸溶液缓缓倒入钼酸铵溶液中。再加入0.5%酒石酸锑钾溶液(4.7)100 mL,冷却后,加水稀释至1000 mL,摇匀,贮于棕色试剂瓶中,此贮备液含钼酸铵1%,硫酸2.25 mol/L;

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

4.10 磷标准贮备液:准确称取经105℃下烘干2 h的磷酸二氢钾(GB 1274,优级纯)0.4390 g,用水溶解后,加入5 mL浓硫酸,然后加水定容至1000 mL。该溶液含磷100 mg/L,放入冰箱可供长期使用;

4.11 5 mg/L磷标准溶液:吸取5 mL磷贮备液(4.10),放入100 mL容量瓶中,加水定容。该溶液用时现配;

4.12 无磷定性滤纸。

5 土壤样品制备

取通过1 mm孔径筛的风干土样在牛皮纸上铺成薄层,划分成许多小方格。用小勺在每个方格中取出等量土样(总量不少于20 g)于玛瑙研钵中进一步研磨,使其全部通过0.149 mm孔径筛。混匀后装入磨口瓶中备用。

6 操作步骤

6.1 熔样

准确称取风干样品0.25 g,精确到0.0001 g,小心放入镍(或银)坩埚(3.4)底部,切勿粘在壁上。加入无水乙醇(4.2)3~4滴,润湿样品,在样品上平铺2 g氢氧化钠(4.1)。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(3.5),升温。当温度升至400℃左右时,切断电源,暂停15 min。然后继续升温至720℃,并保持15 min,取出冷却。加入约80℃的水10 mL,待熔块溶解后,将溶液无损失地转入100 mL容量瓶(3.7)内,同时用3 mol/L硫酸溶液(4.5)10 mL和水多次洗坩埚,洗涤液也一并移入该容量瓶。冷却,定容。用无磷定性滤纸(4.12)过滤或离心澄清。同时做空白试验。

6.2 绘制校准曲线

分别吸取5 mg/L磷标准溶液(4.11)0、2、4、6、8、10 mL于50 mL容量瓶(3.7)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(4.6)2~3滴。并用10%碳酸钠溶液(4.3)或5%硫酸溶液(4.4)调节溶液至刚呈微黄色。准确加入钼锑抗显色剂(4.9)5 mL,摇匀,加水定容,即得含磷量分别为0.0、0.2、0.4、0.8 mg/L的标准溶液系列。摇匀,于15℃以上温度放置30 min后,在波长700 nm处,测定其吸光度。在方格坐标纸上以吸光度为纵坐标,磷浓度(mg/L)为横坐标,绘制校准曲线。

6.3 样品溶液中磷的定量

6.3.1 显色

吸取待测样品溶液(6.1)2~10 mL(含磷0.04~1.0 μg)于50 mL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(4.6)2~3滴,并用10%碳酸钠溶液(4.3)或5%硫酸溶液(4.4)调节溶液至刚呈微黄色。准确加入5 mL钼锑抗显色剂(4.9),摇匀,加水定容。在室温15℃以上条件下,放置30 min。

6.3.2 比色

显色的样品溶液在分光光度计(3.6)上,用700 nm、1 cm光径比色皿,以空白试验为参比液调节仪器零点,进行比色测定,读取吸光度。从校准曲线上查得相应的含磷量。

7 分析结果的表述

7.1 土壤全磷量的百分数(按烘干土计算),由下式给出:

$$C \times \frac{V_1}{m} \times \frac{V_2}{V_3} \times 10^{-4} \times \frac{100}{100 - H}$$

式中： C ——从校准曲线上查得待测样品溶液中磷的含量，mg/L；

m ——称样量，g；

V_1 ——样品熔融后的定容体积，mL；

V_2 ——显色时溶液定容的体积，mL；

V_3 ——从熔样定容后分取的体积，mL；

10^{-4} ——将mg/L浓度单位换算为百分含量的换算因数；

$\frac{100}{100 - H}$ ——将风干土变换为烘干土的转换因数；

H ——风干土中水分含量百分数。

7.2 用两平行测定的结果的算术平均值表示，小数点后保留三位。

7.3 允许差

平行测定结果的绝对相差，不得超过0.005%。

附加说明：

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由中国农业科学院分析测试中心负责起草。

本标准主要起草人肖国壮、张辉、苏方康、杨杰。