

土壤有效磷的测定

——0.5 mol·L⁻¹ NaHCO₃ 浸提，钼锑抗比色法

有效磷 （碱性）碳酸氢钠浸提法-钼锑抗比色 岛津，紫外 UV-1900i

一、方法原理

石灰性土壤由于大量游离碳酸钙存在，不能用酸溶液来提取有效磷。一般用碳酸盐的碱溶液。由于碳酸根的同离子效应，碳酸盐的碱溶液能降低碳酸钙的溶解度，也就降低了溶液中钙的浓度，这样就有利于磷酸钙盐的提取。同时由于碳酸盐的碱溶液，也降低了铝和铁离子的活性，有利于磷酸铝和磷酸铁的提取。此外，碳酸氢钠碱溶液中存在着 OH⁻、HCO₃⁻、CO₃²⁻等阴离子，有利于吸附态磷的置换，因此 NaHCO₃ 不仅适用石灰性土壤，也适应于中性和酸性土壤中速效磷的提取。待测液中的磷用钼锑抗试剂显色，进行比色测定。

二、主要仪器

恒温振荡机、分光光度计。

三、试剂

1. 0.5 mol·L⁻¹ NaHCO₃ 浸提液溶液：称取 NaHCO₃ 42.0 g 于 800 mL 水中，以 0.5 mol·L⁻¹ NaOH 溶液调节浸提液的 pH 至 8.5，用蒸馏水定容至 1000 mL。此溶液曝于空气中可能因失去 CO₂ 而使 pH 增高，可于液面加一矿物油保存之。此溶液贮存于塑料瓶中比在玻璃中容易保存，若贮存超过 1 个月，应检查 pH 值是否改变。

2. 无磷活性炭：活性炭常含有磷，应做空白试验，检验有无磷存在。如含磷较多，须先用 2 mol·L⁻¹ HCl 浸泡过夜，用蒸馏水冲洗多次后，再用 0.5 mol·L⁻¹ NaHCO₃ 浸泡过夜，在平瓷漏斗上抽气过滤，每次用少量蒸馏水洗多次，并检查到无磷为止。如含磷较少，则直接用 NaHCO₃ 处理即可。

3. 其他钼锑抗试剂、磷标准溶液。钼锑抗试剂：A. 5 g·L⁻¹ 酒石酸氧钼钾溶液：取酒石酸氧钼钾 [K(SbO)C₄H₄O₆] 0.5 g，溶解于 100 mL 水中。B. 钼酸铵—硫酸溶液：称取钼酸铵 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] 10 g，溶于 450 mL 水中，缓慢地加入 153 mL 浓 H₂SO₄，边加边搅。再将上述 A 溶液加入到 B 溶液中，最后加水至 1 L。充分摇匀，贮于棕色瓶中，此为钼锑混合液。

临用前（当天），称取左旋抗坏血酸（C₆H₈O₅，化学纯）1.5 g，溶于 100 mL 钼锑混合液中，混匀，此即钼锑抗试剂。有效期 24 h，如藏于冰箱中则有效期较长。此试剂中 H₂SO₄ 为 5.5 mol·L⁻¹ (H⁺)，钼酸铵为 10 g·L⁻¹，酒石酸氧钼钾为 0.5 g·L⁻¹，抗坏血酸为 15 g·L⁻¹。

4. 磷标准溶液。准确称取在 105℃ 烘箱中烘干的 KH₂PO₄（分析纯）0.2195 g，溶解在 400 mL 水中，加浓 H₂SO₄ 5 mL（加 H₂SO₄ 防长霉菌，可使溶液长期保存），转入 1 L 容量瓶中，加水至刻度。此溶液为 50 μg·mL⁻¹ P 标准溶液。吸取上述磷标准溶液 25 mL，稀释至 250 mL，即为 5 μg·mL⁻¹ P 标准溶液（此溶液不宜久存）。

四、操作步骤

称取通过 1.0 mm 筛子的风干土样 2.5 g（精确到 0.001 g）于 150 mL 三角瓶（或大试管）中，加入 0.5 mol·L⁻¹ NaHCO₃ 溶液 50 mL，再加一角勺无磷活性炭^{（注1）}，塞紧瓶塞，在振荡机上振荡 30 min^{（注2）}，立即用无磷滤纸过滤，滤液承接于 100 mL 三角瓶中，吸取滤液 10 mL（含

磷量高时吸以 2.5~5.0 mL)，同时应补加 0.5 mol·L⁻¹ NaHCO₃ 溶液 10 mL) 于 50 mL 容量瓶或 150 mL 三角瓶中^(注4)，加入钼锑抗试剂 5 mL，先缓慢摇动，以免反应剧烈使溶液溢出，然后充分摇匀，赶净二氧化碳气泡，然后用去离子水定容至 50 mL，放置 30 min 后，用 880 nm 或 700 nm 波长进行比色。以空白液的吸收值为 0，读出待测液的吸收值 (A)。

标准曲线绘制：分别准确吸取 5 mg·L⁻¹P 磷标准溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中，再加入 0.5 mol·L⁻¹NaHCO₃ 10 mL，加水使各瓶的总体积约达到 25 mL，摇匀；最后加入钼锑抗试剂 5 mL，先缓慢摇动，以免反应剧烈使溶液溢出，然后充分摇动赶净二氧化碳气泡，然后用去离子水定容显色，溶液中磷的浓度分别为 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg·L⁻¹。同待测液一样进行比色，绘制标准曲线。

五、结果计算

$$\text{土壤中有效磷 (P) 含量 (mg·kg}^{-1}\text{)} = \frac{\rho \times V \times ts}{m \times 10^3 \times k} \times 1000$$

式中：ρ——从工作曲线上查得 P 的质量浓度 (mg·L⁻¹)；

V——显色时定容体积 (mL)；

ts——为分取倍数 (即浸提液总体积与显色时吸取浸提液体积之比)；

m——风干土质量 (g)；

k——将风干土换算成烘干土质量的系数；

10³——将 μg 换算成 mg；

1000——换算成每 kg 含 P 量。

土壤速效磷 mg·kg ⁻¹ P	等级
<5	低
5~10	中
>10	高

参考文献

鲍士旦主编. 土壤农化分析 (第三版). 北京：中国农业出版社, 2000：81~83.