

植物全磷的测定

——酸消解, 原子吸收分光光度法

植物全磷 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 消煮法 岛津 1900i

一、主要仪器

50ml 三角瓶、电砂浴、原子吸收分光光度计。

二、试剂

1. 高氯酸[$\rho(\text{HClO}_4) \approx 1.60 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, 质量 70%, 优级纯]。

2. 浓 HNO_3 (优级纯)。

3. 2, 6-二硝基酚或 2, 4-二硝基酚指示剂溶液: 溶解二硝基酚 0.25 g 于 100 mL 水中。此指示剂的变色点约为 pH 3, 酸性时无色, 碱性时呈黄色。

4. $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液: 溶解 NaOH 16 g 于 100 mL 水中。

5. $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 溶液: 吸取浓硫酸 6 mL, 缓缓加入 80 mL 水中, 边加边搅动, 冷却后加水至 100 mL。

6. 钼锑抗试剂: A. $5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 酒石酸氧锑钾溶液: 取酒石酸氧锑钾 $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6]$ 0.5 g, 溶解于 100 mL 水中。B. 钼酸铵-硫酸溶液: 称取钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 10 g, 溶于 450 mL 水中, 缓慢地加入 153 mL 浓 H_2SO_4 , 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 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_5$, 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 H_2SO_4 为 $5.5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}(\text{H}^+)$, 钼酸铵为 $10 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, 酒石酸氧锑钾为 $0.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, 抗坏血酸为 $15 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

7. 磷标准溶液。准确称取在 105°C 烘箱中烘干的 KH_2PO_4 (分析纯) 0.2195 g, 溶解在 400 mL 水中, 加浓 H_2SO_4 5 mL (加 H_2SO_4 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 $50 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\text{P}$ 标准溶液。吸取上述磷标准溶液 25 mL, 稀释至 250 mL, 即为 $5 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\text{P}$ 标准溶液 (此溶液不宜久存)。

三、操作步骤

称样约 1.00xxg 于 50mL 三角瓶中, 加硝酸-高氯酸混酸 15mL 静置于通风柜, 瓶口盖一弯颈小漏斗, 待棕色烟出现, 溶液上部出现大量白色气泡 消煮至溶液呈均匀淡黄色, 且棕色烟几乎消失, 稍冷滴加少量蒸馏水, 过滤后合并滤液于 25mL 容量瓶, 同时设置空白对照, 除不加待测样品外, 其他操作相同。

四、磷的测定

1. 测定: 吸取澄清液或滤液 5 mL (对含 P, $0.56 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 以下的样品可吸取 10 mL), 以含磷 (P) 在 $20\sim 30 \mu\text{g}$ 为最好注入 50 mL 容量瓶中, 用水冲稀至 30 mL, 加二硝基酚指示剂 2 滴, 滴加 $4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液直至溶液变为黄色, 再加 $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 1 滴, 使溶液的黄色刚刚褪去 (这里不用 NH_4OH 调节酸度, 因消煮液酸浓度较大, 需要较多减去中和, 而 NH_4OH 浓度如超过 $10 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 就会使钼蓝色迅速消退)。然后加钼锑抗试剂 5mL, 再加水定容 50 mL,

摇匀。30 min 后，用 880 nm 或 700 nm 波长进行比色^(注 2)，以空白液的透光率为 100（或吸光度为 0），读出测定液的透光度或吸收值。

2. 标准曲线：准确吸取 5 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ P 标准溶液 0、1、2、4、6、8、10 mL，分别放入 50 mL 容量瓶中，加水至约 30 mL，再加空白试验定容后的消煮液 5 mL，调节溶液 pH 为 3，然后加钼锑抗试剂 5 mL，最后用水定容至 50 mL。30 min 后进行比色。各瓶比色液磷的浓度分别为 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}\text{P}$ 。

四、结果计算

从标准曲线上查得待测液的磷含量后，可按下式进行计算：

$$\text{全磷含量 (g}\cdot\text{kg}^{-1}) = \rho \times \frac{V}{m} \times \frac{V_2}{V_1} \times 10^{-3} \times (1 + W\%)$$

式中： ρ ——待测液中磷的质量浓度 ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)；

V ——样品制备溶液的 mL 数；

m ——称样质量 (g)；

V_1 ——吸取滤液 mL 数；

V_2 ——显色的溶液体积 (mL)；

10^{-3} ——将 μg 数换算成每 kg 土壤中含磷的 g 数；

(1+W%)——将风干土换算成烘干土的换算系数；

W%——烘干土样含水量。