## 土壤全磷的测定——NaOH熔融

全磷 NaOH熔融法-钼锑抗比色 岛津，紫外UV-1900i

**一、方法原理**

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，溶液中磷的测定用钼锑抗比色法。

**二、主要仪器**

分析天平、容量≥30 mL镍（或银）坩埚、玛瑙研钵、高温电炉、分光光度计。

**三、试剂**

所有试剂，除注明外，皆为分析纯，水均指蒸馏水或去离子水。

1．氢氧化钠（GB629）。

2．无水乙醇（GB678）。

3．4 mol·L-1氢氧化钠溶液：溶解NaOH 16 g于100 mL水中。

4．50 mL·L-1硫酸溶液：另取5 mL浓硫酸（GB625，95.0%~98.0%，比重1.84）缓缓加入90 mL水中，冷却后加水至100 mL。

5．2 mol·L-1（1/2H2SO4）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。

6．二硝基酚指示剂：称取0.2 g的2,6-二硝基酚溶于100 mL水中。

7．5 g·L-1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。

8．钼酸铵一硫酸溶液：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。

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。

10．磷标准贮备液：准确称取经105℃下烘干2 h的磷酸二氢钾（GB1274，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-1，放水冰箱可供长期使用。

11．5 mg·L-1磷（P）标准溶液：准确吸取5 mL磷贮备液，放入100 mL容量瓶中，加水定容。该溶液用时现配。

12．无磷定量滤纸。

13．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提出等量土样（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。

**四、操作步骤**

**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）坩埚底部，切勿粘在壁上，加入无水乙醇3~4滴，润湿样品，在样品上平铺2 g氢氧化钠，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，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和用水多次洗坩埚，洗涤液也一并移入该容量瓶，冷却，定容，同时做空白试验。

**2**．**绘制标准曲线：**分别准确吸取5 mg·L-1磷标准溶液0、2、4、6、8、10 mL于50 mL容量瓶中，同时加入与显色测定所用的样品溶液等体积的空白溶液二硝基酚指示剂2~3滴，并用100 g·L-1碳酸钠溶液或50 mL·L-1硫酸溶液调节溶液至刚呈微黄色，准确加入钼锑抗显色剂5 mL，摇匀，加水定容，即得含磷（P）量分别为0.0、0.2、0.4、0.8、1.0 mg·L-1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-1）为横坐标，绘制校准曲线。

**3．样品溶液中磷的定量：**

（1）显色：准确吸取待测样品溶液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2~3滴，并用氢氧化钠（试剂3）和硫酸溶液（试剂4）调节溶液至刚呈微黄色，准确加入5 mL钼锑抗显色剂，摇匀，加水定容，室温15℃以上，放置30 min。

（2）比色：显色的样品溶液在分光光度计上，用700 nm波长、1 cm光径比色皿，以空白实验为参比液调节仪器零点，进行比色测定，读取吸光度，从标准曲线上求得相应的含磷量。

**五、结果计算**

土壤全磷（P）量（g · kg-1）

式中：——从校准曲线上查得待测样品溶液中 磷的质量浓度（mg·L-1）；

*m*——烘干土样质量（g）；

*V*1——样品熔后的定容的体积（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）；

10-3——将mg·L-1浓度单位换算为kg质量的换算因素。

**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 : 76~78.