

SMT法和酸溶-全消解法测定土壤全磷的比较

贺阳¹, 郭劲松¹, 付川²

(1. 重庆大学 城市建设与环境工程学院, 重庆 400045; 2. 重庆三峡学院 化学与环境工程学院, 重庆 万州 404000)

摘要:采用 SMT 法和酸溶全消解方法测定三峡库区典型消落区土壤和淹没区底泥, 发现两者的测定结果高度正相关, 相关系数达到 0.924 (Sig. < 0.01)。两种测试方法测定结果之间的比值在 62.8%~96.8%之间, 平均为 79.7%, 由此可见使用 SMT 法可浸提出土壤中绝大多数磷素。由于使用 SMT 法操作简单, 实验环境要求低, 因此适用于三峡库区野外站点和小型实验室采用。

关键词:土壤全磷; SMT 法; 酸溶全消解

中图分类号: X833

文献标识码: A

文章编号: 1674-2842(2009)04-0010-03

Comparison of SMT and Acid-soluble Digestion for Determining Soil Total Phosphorus

HE Yang¹, GUO Jin-song¹, FU Chuan²

(1. Faculty of Urban Construction and Environmental Engineering, Chongqing University, Chongqing 400045, China;

2. Faculty of Chemistry and Environmental Engineering, Chongqing Three Gorges University, Wanzhou 404000, China)

Abstract: Total phosphorus of soil in typical hydro-fluctuation belt and sediments in submerged area was determined in this paper through SMT and acid-soluble digestion. It is found that determination results from two methods shows characteristics of high positive correlation, and its correlation coefficient reach to 0.924 (Sig. < 0.01). The ratio of determination results between two methods is in 62.8%~96.8%, and its mean value is 79.7%. This shows that extraction of phosphorus from soil through SMT could obtain most of phosphorus in soil. The method of SMT has advantages of simple operation and low requirements of experimental environment, so it is suitable for some field observation stations and small laboratories.

Key words: soil total phosphorus; method of SMT; acid-soluble digestion

样品的前处理方法是土壤中全磷测定的一个重要环节。目前, 测定土壤全磷的前处理方法一般选用全消解法^[1], 可分为酸溶 ($H_2SO_4 - HClO_4$) 全消解和碱溶 Na_2CO_3 全消解法。全消解法分解最为完全, 准确度较高, 但其实验过程冗长繁杂, 消解时需要通风良好的消解室, 碱溶法还需要昂贵的铂坩埚, 这对土壤全磷测定的实验室条件有了一定的限制。

三峡库区蓄水后, 消落区的土壤氮和磷等营养物质有向上覆水体释放的风险。要了解其释放潜力, 首先要测定消落区土壤中的氮磷含量。但在库区腹地, 一般的野外观察站点和县级实验室并不具备全消解法所需要的条件。另一种可选用的方法是

欧洲标准测试测量组织 (The Standards of Measurements and Testing Programme of the European Commission) 所建立的 SMT 法^[2-3]。该方法是欧洲标准测试测量组织为改变磷形态测试中方法繁多不统一的情况, 于 1996 年发起的一个联合项目所建立的, 称为 SMT 协议, 现多称为 SMT 法。SMT 法测定全磷采用高温灰化后强酸浸提的方法, 不需强毒性的 $HClO_4$ 和强腐蚀性的 H_2SO_4 , 避免了实验过程中酸挥发对操作人员的影响, 对实验室环境的要求较低。本文选择酸溶全消解法和 SMT 法两种方法, 测定三峡库区腹心地带的消落区土壤全磷, 并对上述方法的优缺点以及对测定结果做一比较分析, 以为类似研究提供参考。

1 供试土壤的选取

本研究选取三峡库区腹心地带五条典型的支

收稿日期: 2009-05-04

作者简介: 贺阳 (1984-), 男, 陕西商洛人, 重庆大学研究生, 研究方向为废水处理理论与技术, 水体富营养化。

流,分别是汝溪河、小江、汤溪河、朱衣河和大宁河,采集消落区土壤样 18 个和淹没区底泥样 11 个作为研究对象。将土壤自然风干后,过 100 目不锈钢筛,收集备用。

2 仪器与试剂

两种实验方法所需仪器和药品如表 1 所示。

表 1 两种方法所需仪器和药品对照		
测试方法	酸溶全消解法	SMT 法
所需仪器	722E 分光光度计 可调电炉、凯氏烧瓶	722E 分光光度计 马弗炉、恒温振荡器、坩埚
所需药品	钼锑抗储备液 ^[1] 、抗坏 浓 H ₂ SO ₄ 、HClO ₄ 二硝基酚指示剂	钼锑抗储备液 ^[4] 、抗坏 3.5mol/L HCl

3 实验步骤

3.1 酸溶—钼锑抗比色法测定

称取过 100 目的烘干土壤样品 1g (精确到 0.0001 g)置于 100 mg 凯氏烧瓶中,以少量水湿润,加入浓 H₂SO₄ (98 %) 8 ml,摇动后 (最好放置过夜)再加入 70 % - 72 % 的 HClO₄ 10 滴,摇匀,再加热消煮。缓慢升温,HClO₄ 烟雾消失后,再提高温度,使 H₂SO₄ 发烟回流,待瓶内溶液开始转白后继续消煮 20 min,全部消煮时间为 45 - 60 min。将冷却后的消煮液用去离子水小心地冲入 100 ml 容量瓶中,冲洗时用水应量少次多,轻轻摇动容量瓶,待完全冷却后,以水定容,用干燥漏斗和无磷滤纸将溶液滤入干燥的 100 ml 三角瓶中。同时做空白试验。

取上述待测液 2 - 10 ml 于 50 ml 容量瓶中,用水稀释至约 30 ml,加二硝基酚指示剂 2 滴,用稀 NaOH 溶液和稀 H₂SO₄ 溶液调节 pH 值至溶液刚呈微黄色。然后加入钼锑抗显色剂 5 ml,摇匀,用水定容。在室温高于 15 的条件下放置 30 min 后,在分光光度计上用波长 700 nm 比色,以空白试验溶液为参比液调零点,读取扣除了空白值的吸光度。在工作曲线上查出显色液的 Pppm 数。颜色在 8 h 内可保持稳定。

3.2 SMT 法测定

称取过 100 目的烘干土壤样品 0.2000 g,转移至瓷坩埚中,放置于马弗炉中在 450 下灰化 2 h,冷却后转移至聚乙烯离心管中,在室温下振荡 16h,离心,移取上清液 2~5 ml 移至 50 ml 比色管中,采用钼锑抗比色法测定。同时做空白实验。

将上述待测液转移至 50 ml 比色管中后,稀释至标线,加入 8 ml 显色剂,在波长 880 nm 比色,以空白试验溶液为参比液调零点,读取扣除了空白值的吸光度。

4 结果与讨论

4.1 实际样品的测定及结果对比

样品测定的结果如图 1 所示,样品特征如表 2 所示:

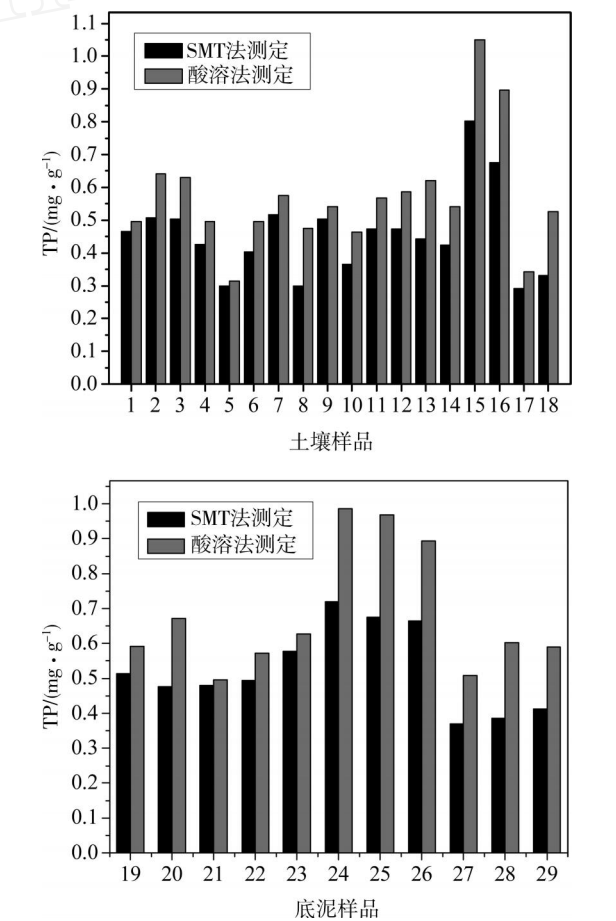


图 1 两种不同方法测定样品 TP 的结果

表 2 使用酸溶和 SMT 法测定样品对比 mg/g				
测定方法	消落区土壤样品		淹没区底泥样品	
	范围	均值	范围	均值
酸溶全消解	0.314 ~ 1.050	0.682	0.496 ~ 0.987	0.524
SMT	0.292 ~ 0.803	0.570	0.369 ~ 0.719	0.456

如图 1 和表 2 所示,两种方法测定的土壤 TP 结果呈现出明显规律,采用酸溶全消解法测定的 TP 值明显高于使用 SMT 法测定的结果。酸溶全消解法可将土壤完全消解,凯氏烧瓶内仅存白色的

二氧化硅晶体颗粒,而 SMT 法灰化浸提不能达到此效果,一些闭蓄态的磷可能无法通过此方法提取。

从图 1 也可以看出,使用 SMT 法可浸提绝大多数的磷素。在三峡库区,研究消落区土壤的最主要目的是为了研究库区在高水位时,消落区土壤在淹没状态下对上覆水体的释放潜力。而使用 SMT 法仍无法提取的磷素,在自然环境中一般也不会释放到水体,对自然环境的危害有限。实验结果表明,两种方法测定的 TP 比值在 62.8%~96.8%之间,平均为 79.7%,由此可见使用 SMT 法可浸提出土壤中绝大多数磷素。

4.2 两种方法的相关性分析

由图 1 可以看出总体趋势上,随着酸溶法所测结果的增大或减少,SMT 法测定的结果也随之增大或减少,说明两者之间存在着一定的关系。为分析两者之间的相关性,将数据收录于 SPSS 中,使用 Pearson 方法对两种方法测试得到的磷素进行相关性分析,可见两种方法测得的磷含量高度线性正相关,两者之间的相关性达到了 0.924 (Sig. < 0.01),其回归公式可表示如下:

$$Y = 1.302 \cdot X - 0.015 \quad (1)$$

式中:Y 表示采用酸溶全消解法测定的 TP 值,X 表示采用 SMT 法测定的 TP 值。

以 SMT 法所测 TP 为横坐标,以酸溶全消解法所测 TP 为纵坐标作图如图 2 所示。

如图 2 所示,两种测试方法得到的数据统计学上具有较好的相关性,因此采用两种方法测定的 TP

结果具有较强的可比性。若没有良好通风设备的消解室或通风橱时,可采用 SMT 法测定土壤中的 TP,并且以公式(1)进行计算,换算得出土壤中以酸溶全消解法表征的 TP 含量的近似值,得出土壤的全磷含量。

5 结 论

本实验通过两种测定土壤 TP 的方法对比,得出以下结论:

5.1 采用酸溶全消解法测定的土壤 TP,消解完全彻底,但是实验需要良好通风条件的消解室,实验过程冗长繁杂,不利于在野外观察站点和一些小实验室进行。而 SMT 法仅需要灰化后强酸浸提,实验操作相对简单。

5.2 在所选取的样品中,使用 SMT 法测定的 TP 值均要小于使用酸溶全消解法测定的 TP 值,其原因是一些闭蓄态的磷可能无法通过 SMT 法浸提。两种方法测定的 TP 比值在 62.8%~96.8%之间,平均为 79.7%,说明 SMT 法可浸提绝大部分的磷素。

5.3 两种方法所测试的磷素满足 $Y = 1.302 \cdot X - 0.015$ 的关系,并达到了高度正相关,若没有条件采用酸溶全消解法测定土壤的 TP 值时,可选用 SMT 法测定,通过公式换算得到酸溶法全消解法土壤 TP 的近似值。

参考文献:

- [1] 劳家圣.土壤农化分析手册[M].北京:中国农业出版社,1988:266-271.
- [2] Ruban V, Brigault S, Demare D. An investigation of the origin and mobility of phosphorus in freshwater sediments from Bort-Les-Orgues Reservoir, France[J]. Journal of Environmental Monitoring, 1999, 1(4): 403-407.
- [3] Ruban V, L Ópez-S áchez J F, Pardo P, Rauret G, Muntau H, Quevauviller P. Harmonized protocol and certified reference material for the determination of extractable contents of phosphorus in freshwater sediments; A synthesis of recent works[J]. Fresenius Journal of Analytical Chemistry, 2001, 3(2): 224-228.
- [4] 孟凡德.长江中下游湖泊沉积物理化性质与磷及其形态的关系研究[D].北京:首都师范大学,2005:37-40.

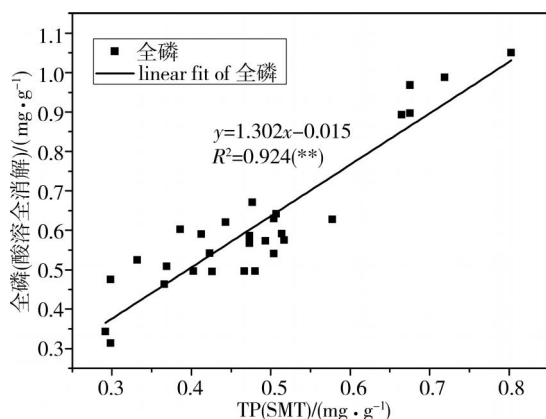


图 2 酸溶全消解法和 SMT 法测定全磷的比较