

土壤全钾测定法

Method for determination of total potassium in soils

1 主题内容与适用范围

本标准对土壤全钾测定的原理、仪器设备、样品制备、测定步骤等作了说明和规定。
本标准适用于测定土壤全钾含量。

2 引用标准

GB 7121 土壤水分测定法

3 测定原理

土壤中的有机物先用硝酸和高氯酸加热氧化，然后用氢氟酸分解硅酸盐等矿物，硅所氟形成四氟化硅逸去。继续加热至剩余的酸被赶走，使矿质元素变成金属氧化物或盐类。用盐酸溶液溶解残渣，使钾转变为钾离子。经适当稀释后用火焰光度法或原子吸收分光光度法测定溶液中的钾离子浓度，再换算为土壤全钾含量。

不具备氢氟酸消解法条件时，可采用氢氧化钠熔融法（见附录 A）。

4 仪器设备

- 4.1 分析天平：感量 0.000 1 g；
- 4.2 铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚：容积不小于 30 mL；
- 4.3 电热沙浴或铺有石棉板的电热板：温度可调；
- 4.4 火焰光度计或原子吸收分光光度计：应对仪器进行调试鉴定，性能指标合格；
- 4.5 塑料移液管：10 mL；
- 4.6 容量瓶：50、100、1 000 mL；
- 4.7 刻度吸管：1、5、10 mL；
- 4.8 玛瑙研钵：直径 8~12 cm；
- 4.9 通风厨；
- 4.10 土壤筛：孔径 1 mm，0.149 mm。

5 试剂

- 5.1 硝酸（GB 626）：分析纯；
- 5.2 高氯酸（GB 623）：分析纯；

5.3 氢氟酸 (GB 620): 分析纯;

5.4 3 mol/L 盐酸溶液: 一分盐酸 (GB 622, 分析纯) 与三份去离子水混匀;

5.5 氯化钠溶液 (NaCl 110 g/L): 25.4 g 氯化钠 (GB 1266, 优级纯) 溶于去离子水, 稀释至 1 L;

5.6 钾标准溶液 (K 1 000 mg/L): 准确称取在 110℃ 烘 2 h 的氯化钾 (GB 646, 基准纯) 1.907 g, 用去离子水溶解后定容至 1 L, 混匀, 贮于塑料瓶中;

5.7 2% (W/V) 硼酸溶液: 20.0 g 硼酸 (GB 628, 分析纯) 溶于去离子水, 稀释至 1 L。

6 土壤样品制备

将通过 1 mm 孔径筛 (3.10) 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约等量的土样 (总量不少于 20 g), 置于玛瑙研钵 (3.8) 中, 研磨致使全部通过 0.149 mm 孔径筛 (3.10), 混合均匀, 盛入磨口瓶中备用。

7 测定步骤

7.1 样品消解

称取通过 0.149 mm 孔径筛的风干土 0.1 g, 精确到 0.000 1 g, 盛入铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚 (4.2) 中, 加硝酸 (5.1) 3 mL, 高氯酸 (5.2) 0.5 mL。置于电热沙浴或铺有石棉布的电热板 (4.3) 上, 于通风厨 (4.9) 中加热至硝酸被赶走, 部分高氯酸分解出现大量的白烟, 样品成糊状时, 取下冷却。用塑料移液管 (4.5) 加氢氟酸 (5.3) 5 mL, 再加高氯酸 (5.2) 0.5 mL, 置于 200~225℃ 沙浴上加热使硅酸盐等矿物分解后, 继续加热至剩余的氢氟酸和高氯酸被赶走。停止冒白烟时, 取下冷却。加 3 mol/L 盐酸溶液 (5.4) 10 mL, 继续加热至残渣溶解。取下冷却, 加 2% 硼酸溶液 (5.7) 2 mL。用去离子水定量转入 100 mL 容量瓶中, 定容, 混匀。此为土壤消解液。

注: 若残渣溶解不完全, 应将溶液蒸干, 再加氢氟酸 (5.3) 3~5 mL, 高氯酸 (5.2) 0.5 mL, 继续消解。

同时按上述方法制备试剂空白溶液。

7.2 校准曲线绘制

准确吸取 1 000 mg/L 钾标准溶液 (5.6) 10 mL 于 100 mL 容量瓶 (4.6) 中, 用去离子水稀释定容, 混匀。此为 100 mg/L 钾标准液。根据所用仪器对钾的线性检测范围, 将 100 mg/L 钾标准液用去离子水稀释成不少于五种浓度的系列标准液。定容前加入适量的氯化钠溶液 (5.5) 和试剂空白溶液 (7.1), 使系列标准的钠离子浓度为 1 000 mg/L, 试剂空白溶液与土壤消解液等量。然后按仪器使用说明书进行测定, 用系列标准溶液中钾浓度为零的溶液调节仪器零点。用方格坐标纸绘制校准曲线, 或计算直线回归方程。

7.3 钾的定量测定

吸取一定量的土壤消解液, 用去离子水稀释至使钾离子浓度相当于钾系列标准溶液的浓度范围, 此为土壤待测液。定容前加入适量的氯化钠溶液 (5.5) 使钠离子浓度为 1 000 mg/L。然后按仪器使用说明书进行测定, 用系列标准溶液中钾浓度为零的溶液调节仪器零点。从校准曲线查出或从直线回归方程计算出待测液中钾的浓度。

7.4 另外称取土样按 GB 7172 测定土壤水分含量。

7.5 每份土样作不少于两次的平行测定。

8 分析结果的表述

8.1 土壤全钾量的百分数 (按烘干土计算) 由下式给出:

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

式中：C——从校准曲线查得的土壤待测液钾含量，mg/L；

V_1 ——消解液定容体积，mL；

V_2 ——消解液吸取量，mL；

V_3 ——待测液定容体积，mL；

m ——称样量，g；

10^{-4} ——由 mg/L 换算为百分数的系数；

$\frac{100}{100 - H}$ ——以风干土计换算成以烘干土计的系数。 H 为风干土水分含量百分数。

8.2 用平行测定的结果的算术平均值表示，保留小数点后两位。

8.3 两次平行测定允许绝对值差不超过 0.05%。

附录 A
氢氧化钠熔融法
(补充件)

A1 适用范围

本法适用于不具备氢氟酸消解法条件时土壤样品全钾含量测定。

A2 测定原理

土壤中的有机物和各种矿物在高温(720℃)及氢氧化钠熔剂的作用下被氧化和分解。用盐酸溶液溶解融块。使钾转化为钾离子。经适当稀释后用火焰光度法或原子吸收分光光度法测定溶液中的钾离子浓度,再换算为土壤全钾含量。

A3 仪器设备

- A3.1 分析天平:同正文 4.1;
- A3.2 银坩埚或镍坩埚:容积不少于 30 mL;
- A3.3 高温炉:室温至 900℃温度可调;
- A3.4 火焰光度计或原子吸收分光光度计:同正文 4.4;
- A3.5 电热板;
- A3.6 容量瓶:同正文 4.6;
- A3.7 刻度吸管:同正文 4.7;
- A3.8 玛瑙研钵:同正文 4.8。

A4 试剂

- A4.1 氢氧化钠(GB 629):优级纯;
- A4.2 无水乙醇(GB 678):分析纯;
- A4.3 盐酸溶液(6 mol/L):一份盐酸(GB 622,分析纯)与一份去离子水混合均匀;
- A4.4 钾标准溶液:同正文 5.6。

A5 土壤样品制备:

样品制备同正文 6。

A6 测定步骤**A6.1 样品熔融**

称取通过 0.149 mm 孔径筛的风干土 0.2 g,精确到 0.000 1 g,盛入银坩埚(A.3.2)中,加 5 滴无水乙醇(A.4.2)使土壤润湿。加 2 g 氢氧化钠(A.4.1)使之平铺于土壤表面,暂时放入干燥器中,以防吸湿。待一批样品加完氢氧化钠后,将坩埚放入高温炉(A.3.3)中,使炉温升至 400℃,关闭电源 15 min,以防坩埚内容物溢出。再继续升温至 720℃,保持 15 min,关闭高温炉,打开炉门,待炉温降至 400℃以下后,取出坩埚,稍冷观察熔块,应成淡蓝色或蓝绿色(若显棕黑色,表示分解不完全,应再熔一次)。加入温度约 80℃的去离子水约 10 mL,放置冷却,使融块分散。将分散物用去离子水转入

100 mL 容量瓶 (A.3.6) 中, 用 6 mol/L 盐酸溶液 (A.4.3) 20 mL 分两次洗涤坩埚。再用去离子水洗涤坩埚数次, 洗涤液全部转入容量瓶, 冷却, 再用去离子水定容, 混匀。放置澄清, 此为土壤融液。

同时按上述方法制备试剂空白溶液。

A6.2 校准曲线绘制

同正文 7.2, 但不加氯化钠溶液。

A6.3 钾的定量测定

同正文 7.3, 但不加氯化钠溶液, 用熔融液代替消解液。

A6.4 同正文 7.4。

A6.5 同正文 7.5。

A7 分析结果的表述

A7.1 同正文 8.1。用熔融液代替消解液。

A7.2 同正文 8.2。

A7.3 同正文 8.3。

附加说明:

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由四川省农业科学院中心实验室起草。

本标准主要起草人傅绍清、王永真、张汝英、赵明德、蒋于英。