

F-HZ-DZ-TR-0061

土壤—全钾的测定—碱熔原子发射光度法

1 范围

本方法适用于土壤全钾的测定。

2 原理

土样以氢氧化钠熔融分解，水提取后制成硫酸溶液，原子发射光度法测定钾量。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 盐酸溶液，1+1。

3.3 硫酸溶液：4.5mol/L，量取 250mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，缓慢加入 750mL 水中，再加水至 1000mL。

3.4 钾标准溶液：称取在 105℃烘 2h 的 0.1907g 氯化钾 (KCl)，精确至 0.0001g，溶于水中，再加水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 含 100 μ g K。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计（发射部分）或火焰光度计。

4.2 银坩埚。

4.3 容量瓶，50mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取通过 0.149mm 筛孔的风干土样 0.2000g(精确至 0.0001g)置于银坩埚中，加入 2g 固体氢氧化钠。将银坩埚放入高温炉内，由室温升至 300℃，保温 10min；再升高温度至 750℃，保温 15min，取出冷却。在银坩埚中加入 10mL 水，微热使熔块溶解，然后将溶液移入 50mL 容量瓶中，用热水和 2mL 4.5mol/L 硫酸溶液多次洗涤银坩埚并倒入容量瓶内，溶液体积控制约 40mL。加入 5 滴盐酸（1+1）溶液和 5mL 4.5mol/L 硫酸溶液，摇动后冷却至室温，再加水稀释至刻度，摇匀后静置澄清或用慢速滤纸过滤，溶液作测钾用。同时做空白试验。

5.2 测定发射强度：吸取 5.00mL~10.00mL 溶液置于 50mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。直接在选定工作条件的原子吸收分光光度计（发射部分）或火焰光度计上，于 766.5nm 波长处（火焰光度计用钾滤光片）测定发射强度，从工作曲线上查得相应的钾量。

5.3 工作曲线：分别取 0、250、500、1000、2000、3000 μ g 钾标准溶液置于 50mL 容量瓶中，加入与待测液中等量的氢氧化钠和硫酸量（如吸取 5.00mL 待测液，应加入 0.2g 氢氧化钠和 0.7mL 4.5mol/L 硫酸溶液），再加水稀释至刻度，摇匀，在相同工作条件下测定发射强度，绘制工作曲线。

6 结果计算

按下式计算土壤全钾量：

$$W_K = \frac{C \times t}{m \times K \times 10^3}$$

式中：

W_K —全钾量，g/kg；

C ——从工作曲线上查得全钾量， μ g；

t ——分取倍数（溶液总体积 50mL/吸取溶液体积 mL）；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取一位小数。两份平行测定结果允许差按表1规定。

表1 全钾测定允许差

全钾量 (g/kg)	允许差 (g/kg)
>20	>0.8
10~20	0.4~0.8
<10	<0.4

8 参考文献

- [1] LY/T1234-1999.森林土壤全钾的测定.
- [2] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 40.
- [3] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京: 中国农业科技出版社. 1999, 188.