

F-HZ-DZ-TR-0062

土壤—全钾的测定—酸溶原子发射光度法

1 范围

本方法适用于土壤全钾的测定。

2 原理

土样以氢氟酸-高氯酸分解，制成盐酸溶液，原子发射光度法测定钾量。

3 试剂

3.1 氢氟酸 (ρ 1.15g/mL)。

3.2 高氯酸 (ρ 1.67g/mL)。

3.3 盐酸溶液：3mol/L，与水按 1+3 体积比例混合。

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，再加入 25mL 盐酸(ρ 1.19g/mL)，加水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 含 100 μ g K。

3.5 盐酸溶液：0.3mol/L，以 3mol/L 盐酸溶液稀释 10 倍配制。

4 仪器

4.1 铂坩埚或聚四氟乙烯塑料坩埚，30mL。

4.2 原子吸收分光光度计（发射部分）或火焰光度计。

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)置于铂坩埚或聚四氟乙烯塑料坩埚中，加数滴水湿润样品，加入 5mL 高氯酸和 5mL 氢氟酸，摇动混和。低温加热分解，待冒白烟时，取下坩埚稍冷，再加 5mL 氢氟酸继续加热消煮，并蒸发至近干。取下坩埚稍冷，再加 3mL 高氯酸，继续加热至白烟冒尽。加入 5mL 3mol/L 盐酸溶液，加热溶解后移入 50mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，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，用 0.3mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，在相同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, 190.