

## F-HZ-DZ-TR-0100

### 土壤—矿质全量元素(钾、钠)的测定—原子发射光度法

#### 1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素(钾、钠)的测定。

#### 2 原理

用氢氟酸-高氯酸消煮分解土样,然后在盐酸溶液中,以硫酸铝作抑制剂,原子发射光度法进行测定。

#### 3 试剂

3.1 氢氟酸( $\rho$  1.15g/mL)。

3.2 高氯酸( $\rho$  1.67g/mL)。

3.3 硫酸铝溶液:称取 34g 无水硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]$ 或 66g 硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4) \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水,再加水稀释至 1000mL。

3.4 钠标准溶液:称取已在 105℃烘 2h 的氯化钠 1.8859g(NaCl),精确至 0.0001g,置于 150mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,再加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 1000 $\mu\text{g}$  氧化钠。再用水稀释 4 倍得 1mL 含 250 $\mu\text{g}$  氧化钠标准溶液,贮于塑料瓶中。

3.5 钾标准溶液:称取已在 105℃烘 2h 的氯化钾 1.5829g(KCl),精确至 0.0001g,置于 150mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,再加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 1000 $\mu\text{g}$  氧化钾。再用水稀释 4 倍得 1mL 含 250 $\mu\text{g}$  氧化钾标准溶液,贮于塑料瓶中。

3.6 盐酸溶液, 1+5。

#### 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 铂坩埚。

4.3 容量瓶, 50mL, 100mL。

#### 5 试样制备

风干粉末土样,粒度小于 149 $\mu\text{m}$ ;称样测定时,另称取一份试样测定吸附水,最后换算成烘干样计算结果。

#### 6 操作步骤

6.1 称取通过 0.149mm 筛孔的风干土样 0.3000g(精确至 0.0001g)置于铂坩埚中,加几滴水湿润土样,加入 5mL 高氯酸,再加入 5mL 氢氟酸,小心摇动使之混合均匀。先低温加热使土样充分消煮分解,待高氯酸冒白烟时,取下稍冷后,再加入 5mL 氢氟酸,继续加热消煮,并蒸发至近干。稍冷后再加入 3mL 高氯酸,继续加热至白烟冒尽。加入 4mL 盐酸(1+5)溶液,低温加热使干涸物全部溶解,然后移入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。

6.2 吸取 10mL~20mL 溶液置于 50mL 容量瓶中,加入 5mL 硫酸铝溶液,再加水稀释至刻度,摇匀。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(钾)和 589.0nm(钠)波长处(火焰光度计用钾滤光片和钠滤光片),分别测定钾和钠的发射强度,从工作曲线上查得相应的钾量和钠量。

6.3 工作曲线:分别取 0、250、500、750、1000、1500、2000、2500 $\mu\text{g}$  氧化钾标准溶液置于 50mL 容量瓶中,加入 5mL 硫酸铝溶液,再加水稀释至刻度,摇匀。在相同工作条件下测定发射强度,绘制氧化钾工作曲线。另分别取 0、250、500、750、1000、1500、2000、2500 $\mu\text{g}$  氧化钠标准溶液置于 50mL 容量瓶中,与氧化钾工作曲线同样操作,测定发射强度,绘制氧化钠工作曲线。

#### 7 结果计算

土壤矿质全量元素(钾)量按(1)式或(2)式计算, 土壤矿质全量元素(钠)量按(3)式或(4)式计算:

$$w_{K_2O}(\text{g/kg}) = \frac{m_1 \times t}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_K(\text{g/kg}) = w_{K_2O}(\text{g/kg}) \times 0.8302 \dots\dots(2)$$

$$w_{Na_2O}(\text{g/kg}) = \frac{m_2 \times t}{m \times K \times 10^6} \dots\dots(3)$$

$$w_{Na}(\text{g/kg}) = w_{Na_2O}(\text{g/kg}) \times 0.7419 \dots\dots(4)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得氧化钾量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_2$ ——从工作曲线上查得氧化钠量,  $\mu\text{g}$ ;

$t$ ——分取倍数(待测液体积 100mL/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;

0.8302——氧化钾换算成钾的系数;

0.7419——氧化钠换算成钠的系数。

## 8 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取两位小数(大于 5g/kg 取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素(钾、钠)测定允许差

钾、钠量(g/kg)	允许差(g/kg)
>500	>2.5
50~500	1~2.5
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

## 9 参考文献

- [1] LY/T1254-1999. 森林土壤矿质全量元素(硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量)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, 52.
- [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, 57.