

土壤缓效钾的测定

硝酸提取——火焰光度计法或原子吸收分光光度计法

1 方法提要

土壤以 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 热硝酸浸提的钾多为黑云母、伊利石、含水云母分解的中间体以及粘土矿物晶格所固定的钾离子，用火焰光度计或原子吸收分光光度计测定，减去速效钾含量即为缓效钾含量。

2 适用范围

本方法适用于各种土壤缓效钾含量的测定。

3 主要仪器设备

3.1 火焰光度计或原子吸收分光光度计；

3.2 消煮管；

3.3 油浴或磷酸浴。

4 试剂和材料

4.1 硝酸溶液 [$c(\text{HNO}_3) = 1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$]：量取 62.5mL 浓硝酸 (HNO_3 , $\rho \approx 1.42\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 稀释至 1L。

4.2 硝酸溶液 [$c(\text{HNO}_3) = 0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$]：量取 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸溶液 100.0mL 稀释至 1L。

4.3 钾标准溶液 [$\rho(\text{K}) = 100\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$]：称取在 110°C 烘 2h 的氯化钾（优级纯）0.1907g，用水溶解后定容至 1L，贮于塑料瓶中保存。

5 分析步骤

称取通过 2mm 孔径筛的风干试样 2.50g 于消煮管中，加入 25.0mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸溶液（土液比为 10:1），轻轻摇匀，在瓶口插入弯颈小漏斗，可将多个消煮管置于铁丝笼中，放入温度为 $130^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ 的油浴（或磷酸浴）中，于 $120^\circ\text{C} \sim 130^\circ\text{C}$ 煮沸（从沸腾开始准确计时）10min 取下，稍冷，趁热干过滤于 100mL 容量瓶中，用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸溶液洗涤消煮管 4 次，每次 15mL，冷却后定容，用火焰光度计测定或经适当稀释后采用原子吸收分光光度计测定。

校准曲线的绘制：分别吸取 $100\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 钾标准溶液 0、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00mL

于 50mL 容量瓶中，加入 15.5mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸溶液，定容，即为浓度：0、6、12、18、24、 $30 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的钾标准系列溶液。以钾浓度为零的溶液调节仪器零点，火焰光度计或原子吸收分光光度计测定，绘制校准曲线或求回归方程。

按照《土壤速效钾的测定》测定速效钾含量 ω_1 。

6 结果计算

$$\text{缓效钾 (K), } \text{mg} \cdot \text{kg}^{-1} = \frac{\rho \cdot V \cdot D}{m \times 10^3} \times 1000 - \omega_1$$

式中

ρ ——查校准曲线或求回归方程而得测定液中 K 的质量浓度， $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ；

V ——试样的定容体积，100mL；

D ——稀释倍数，若不稀释则 $D=1$ ；

m ——风干试样质量，g；

10^3 和 1000——分别将 μg 换算成 mg 和将 g 换算为 kg ；

ω_1 ——测定的速效钾含量， $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ；

平行测定结果以算术平均值表示，结果取整数。

7 精密度

平行测定结果的相对相差不大于 8%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 15%。

8 注释

1) 对某些富含有机质或碳酸钙的土壤，煮沸时应注意避免悬液溢出，可考虑改用 200mL 高型烧杯。

2) 加热时温度要均匀，不要忽高忽低。煮沸时间要严格掌握，煮沸 10min 是从开始沸腾起计算时间。碳酸盐土壤消煮时有大量 CO_2 气泡发生，不要误认为是沸腾。