

钾离子和钠离子的测定——火焰光度法

一、方法原理

K、Na 元素通过火焰燃烧容易激发而放出不同能量的谱线，用火焰光度计测示出来，以确定土壤溶液中的 K、Na 含量。为抵销 K、Na 二者的干扰，可把 K、Na 配成混合标准溶液，而待测液中 Ca 对于 K 干扰不大，但对 Na 影响较大。当 Ca 浓度达 $400 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 对 K 测定无影响，而 Ca 浓度在 $20 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时对 Na 就有干扰，可用 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 抑制 Ca 的激发减少干扰，其它 Fe^{3+} $200 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ， Mg^{2+} $500 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时对 K、Na 测定皆无干扰，在一般情况下（特别是水浸出液）上述元素均未达到此限。

二、仪器

火焰光度计或原子吸收分光光度计。

三、试剂

1. 约 $c=0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $1/6 \text{ Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液：称取 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 34 g 或 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 34 g 或 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3\cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 66 g 溶于水中，稀释至 1 L。

2. K 标准溶液：称取在 105°C 烘干 4~6 h 的分析纯 KCl 1.9069 g 溶于水中，定容或 1000 mL，则含 Na 为 $1000 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。吸取此液 100 mL，定容成 1000 mL，则得 $100 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ K 标准液。

3. Na 标准溶液：称取在 105°C 烘干 4~6 h 的分析纯 NaCl 2.542 g 溶于水中，定容或 1000 mL，则含 Na 为 $1000 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。吸取此液 250 mL 定容成 1000 mL 则得 $250 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ Na 标准液。

将 K、Na 两标准溶液按照需要可配成不同浓度和比例的混合标准溶液（如将 K $100 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和 Na $250 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 标准溶液等量混合则得 K $50 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和 Na $125 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合标准溶液，贮在塑料瓶中备用）。

四、操作步骤

吸取土壤浸出液 10~20 mL，放入 50 mL 量瓶中，加 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液 1 mL，定容。然后，在火焰光度计上测试（每测一个样品都要用水或被测液充分吸洗喷雾系统），记录检流计读数，在标准曲线上查出它们的浓度；也可利用带有回归功能的计算器算出待测液的浓度。

标准曲线的制作。吸取 K、Na 混合标准溶液 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 16, 20 mL，分别移入 9 个 50 mL 的量瓶中，加 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 1 mL，定容，则分别含 K 为 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 16, 20 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 和含 Na 为 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

用上述系列标准溶液，在火焰光度计或原子吸收分光光度计上，用各自的滤光片分别测出 K 和 Na 在检流计上的读数。以检流计读数作为纵坐标。以浓度作为横坐标，在直角坐标纸上绘出 K、Na 的标准曲线；或输入带有回归功能的计算器，求出回归方程。

五、结果计算

$$\text{土壤水溶性 } \text{K}^+, \text{Na}^+ \text{ 含量 } (\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}) = \rho(\text{K}^+, \text{Na}^+) \times 50 \times ts \times 10^{-3} / m$$

式中： $\rho(\text{K}^+, \text{Na}^+)$ ——钾或钠的质量浓度 ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)；

ts ——分取倍数；

50——待测液体积 (mL)；

m ——烘干样品质量 (g)。