

前 言

本标准是对 GB/T 7874—1987《森林土壤全钾、全钠的测定》的修订。在修订中,对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改;在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

本标准采用酸溶-火焰光度法,既简便、快速,又准确,酸溶的提取也较完全,消煮在铂坩埚中进行,必须具有通风抽气设备。

自本标准实施之日起,原 GB/T 7874—1987 作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、黄钺、杨光滢、屠星南、张萍。



中华人民共和国林业行业标准

森林土壤全钾、全钠的测定

LY/T 1254—1999

Determination of total potassium and total sodium in forest soil

1 范围

本标准规定了采用火焰光度法测定森林土壤与粘粒矿质全量分析中钾、钠的方法。

本标准适用于森林土壤与粘粒矿质全量分析中钾、钠的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1253—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

3 方法要点

利用氢氟酸-高氯酸溶液消煮土壤样品,能使土壤样品中的钾、钠矿物分解成钙、镁、钾、钠、锰、铝等的高氯酸盐类,用盐酸溶解残渣,成为可溶性的氯化物,制成钾、钠的待测液,然后应用火焰光度计法测定钾和钠。

4 试剂

4.1 0.1 mol/L 硫酸铝溶液:称取 34 g 无水硫酸铝或 66 g 硫酸铝 $[Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O]$ 溶于水中,稀释至 1 L。

4.2 氧化钠标准溶液:准确称取 1.885 9 g 预先在 105℃ 烘过 4~6 h 的氯化钠(分析纯)溶于水中,定容至 1 L,摇匀,即得浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氧化钠(Na_2O)标准溶液。

4.3 氧化钾标准溶液:准确称取 1.582 9 g 氯化钾(分析纯,预先在 105℃ 烘 4~6 h)溶于水中,定容至 1 L,摇匀,即成浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氧化钾(K_2O)标准溶液。

将上述 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氧化钠和氧化钾标准溶液等体积混在一起,即得 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氧化钠和氧化钾混合溶液,贮于塑料瓶中。应用时配成 5,10,20,30,50,70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合氧化钠和氧化钾标准系列溶液。各个溶液里应加入相应的硫酸铝溶液使其同待测液条件一致。

4.4 浓高氯酸(分析纯)。

4.5 浓氢氟酸(分析纯)。

5 主要仪器

铂坩埚(或铂皿),塑料量筒,塑料洗瓶。

6 测定步骤

6.1 钾、钠待测液的制备:称取 0.3 g(精确到 0.000 1 g)通过 0.149 mm 筛孔的土壤样品,置于 30 mL 铂坩埚(或铂皿)内,稍加数滴水润湿样品。加入 5 mL 浓高氯酸溶液,再加入 5 mL 浓氢氟酸溶液。小心摇动,使之均匀混合。将坩埚放在电炉上低温加热,使氢氟酸与样品充分作用,并防止其迅速挥发或溅失。待高氯酸冒白烟时,取下坩埚稍冷,再加 5 mL 氢氟酸,继续加热消煮,并蒸发至近干。取下坩埚再加 3 mL 高氯酸,继续蒸干驱除多余氢氟酸,并慢慢加温蒸煮至有少量白烟冒出为止,基本除去多余的高氯酸。以 4 mL 2 mol/L 盐酸加入盛有消煮残渣的坩埚内,置电炉上低温加热,使残渣溶解。然后全部洗入 100 mL 量瓶中,定容,摇匀备用。

6.2 测定:吸取 5~10 mL 上述待测液于 25 mL 量瓶内,加 2~3 mL 0.1 mol/L 硫酸铝或氯化铝定容,用火焰光度计进行测定。

6.3 工作曲线的绘制:0, 5, 10, 20, 30, 50, 70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氧化钾、氧化钠标准系列溶液同样加入硫酸铝后定容,在火焰光度计上分别测定,分别绘制氧化钾和氧化钠的工作曲线。

7 结果计算

$$W_{\text{K}_2\text{O}}(\text{或 } W_{\text{Na}_2\text{O}}) = \frac{c \times V \times t_s}{m \times 10^6} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$W_{\text{K}} = W_{\text{K}_2\text{O}} \times 0.830 \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$W_{\text{Na}} = W_{\text{Na}_2\text{O}} \times 0.742 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: $W_{\text{K}_2\text{O}}$ (或 $W_{\text{Na}_2\text{O}}$)—— K_2O (或 Na_2O)含量, g/kg;

W_{K} ——K 含量, g/kg;

W_{Na} ——Na 含量, g/kg;

c ——由氧化钾(氧化钠)工作曲线上查得的氧化钾(氧化钠)的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——测读液体积, 25 mL;

t_s ——分取倍数 $\left[t_s = \frac{\text{消煮待测液定容体积}(\text{mL})}{\text{测定时吸取待测液体积}(\text{mL})} = \frac{100}{5 \sim 10} \right]$;

m ——烘干土样品质量, g;

0.830——将氧化钾换算成钾的系数;

0.742——将氧化钠换算成钠的系数。

8 允许偏差

按 LY/T 1253—1999 表 1 的规定。

注

- 1 土壤样品应先加高氯酸,再加氢氟酸。若先加氢氟酸,由于它易与样品激烈作用,会引起溅失。待测液中不能有氟离子存在,否则影响测定结果。因此,当第二次加高氯酸时,应沿坩埚四壁加入,以洗净坩埚壁上可能存在的氟离子。
- 2 在测定钾、钠时所用的试剂尽可能少接触玻璃器皿,特别是软质玻璃,以防止玻璃器皿上的杂质进入待测液中。若待测液因某些原因一时不能测定时,应将其保存在塑料瓶中。
- 3 消化完全的标准是当二次加入氢氟酸后,在高氯酸刚冒白烟时,坩埚内容物应清晰见底。若有沉淀物,应再加氢氟酸-高氯酸重新处理。
- 4 如果只需测定钾,也可吸取 10 mL 脱硅后的系统分析待测液,用水定容到 25 mL,直接在火焰光度计上测定。氧化钾标准系列溶液必须另配,内需含有相同数量的氯化钠和盐酸,加以内消。