

土壤全磷全钾同时测定方法研究

朱波^{1,2}, 倪俊^{1*}, 高丽^{1,2}, 陆国兴¹

(1. 中国科学院南京土壤研究所土壤与环境分析测试中心, 江苏南京 210008; 2. 江苏新宇人力资源服务有限公司, 江苏南京 210008)

摘要 [目的] 研究同时测定土壤中全磷全钾的方法。[方法] 土壤消解后, 按照仪器的标准曲线范围, 选择合适的稀释倍数, 测定消解液的磷钾含量, 完成土壤样品全磷全钾的测定。[结果] 磷和钾的线性系数分别达 0.999 9 和 1.000 0; 土壤标准样品含量均在标准值范围内。该方法的测定结果与国标法无显著差异。[结论] 该研究为土壤中全磷、全钾的检测提供了一种快速、高效的检测分析方法, 对土壤中全磷、全钾大量样品的检测和快速指导生产具有现实意义。

关键词 土壤; 全磷; 全钾; 测定方法

中图分类号 S153 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2018)15-0110-02

Study on Simultaneous Determination of Total Phosphorus and Total Potassium in Soil

ZHU Bo^{1,2}, NI Jun¹, GAO Li^{1,2} et al (1. Soil and Environmental Analysis and Testing Center, Nanjing Soil Institute, Chinese Academy of Sciences, Nanjing, Jiangsu 210008; 2. Jiangsu Province Xinyu Human Resources Service Co., Ltd., Nanjing, Jiangsu 210008)

Abstract [Objective] To study a method for simultaneous determination of total phosphorus and total potassium in soil. [Method] According to the range of the standard curve of the instrument, choosing the appropriate dilution multiple, the phosphorus and potassium content in the digestion solution were determined to complete the determination of total phosphorus and potassium in soil samples. [Result] The linear coefficients of phosphorus and potassium were 0.999 9 and 1.000 0, respectively. The standard soil samples could be accurately within the standard value range, and there was no significant difference between the study and national standard method. [Conclusion] The study provides a rapid and efficient method for the detection and analysis of total phosphorus and total potassium in soil, and it is of practical significance to detect the content of and total phosphorus total potassium in soil and quickly guide the production.

Key words Soil; Total phosphorus; Total potassium; Determination method

土壤中磷的形态非常复杂, 测定土壤全磷含量对于了解土壤的供磷容量、指导磷肥的合理施用具有重要意义^[1-6]。对于耕地土壤而言, 在一定的农业生态条件下, 土壤钾供应状况是影响作物生长发育和产量水平的因素之一^[7-11]。土壤中的磷钾养分含量是土壤肥力的重要指标, 由于受自然因素和人为因素的影响, 具有明显的时空动态变化特征, 是非稳定性肥力因素^[12-14]。

森林土壤磷的测定 LY/T 1232—2015 中介绍了土壤全磷的测试方法^[15]; 森林土壤钾的测定 LY/T 1234—2015 中介绍了土壤全钾的测试方法^[16]; 但按照此方法, 同一土壤需要消解 2 次后, 分别使用紫外分光光度计和火焰光度计测定磷和钾含量, 费时费力, 迫切需要一种方法, 能够同时测定土壤磷钾含量。笔者使用同一消解液, 分别测定溶液中的磷钾含量, 提高了土壤中全磷、全钾的检测效率, 有效降低了劳动力和检测成本, 适应目前检测工作的要求, 能更好地满足现代农业生产的需求。

1 材料与与方法

1.1 仪器与试剂 铂坩锅 (30 mL); 火焰光度计 (BWB XP, 英国), 紫外分光光度计 (WFZ UV 2000, 上海尤尼柯)。

氢氟酸、高氯酸、盐酸、浓盐酸、2,4-二硝基酚、钼酸铵、抗坏血酸、酒石酸锑钾均为分析纯。磷标准溶液、钾标准溶液均购置于国家环境标准研究院。土壤标准来自地球物理地球化学勘查研究院。

1.2 消解方法 称取通过 100 目的土样 (精确到 0.000 1 g) 置于 30 mL 铂坩内, 加入 2 mL 高氯酸, 再加入 8 mL 氢氟酸溶液。小心摇动, 使之均匀混合。将坩锅放在电炉上低温加热, 使氢氟酸和样品充分作用, 并防止其迅速挥发或溅失。逐渐提高温度, 待高氯酸冒白烟时, 高温消化至溶液呈糊状, 取下坩锅稍冷, 再沿壁加 2 mL 高氯酸, 继续加热消煮, 并蒸发至近干。沿壁加入 4 mL 6 mol/L 盐酸溶液, 置电炉上低温加热, 使残渣溶解。然后全部洗入 50 mL 容量瓶中, 定容, 摇匀, 供测全磷、全钾用。同时做空白试验。

1.3 磷钾标准曲线的绘制 吸取待测液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加 2 滴 2,4-二硝基酚指示剂, 用 1 mol/L 硫酸溶液和 10% 碳酸钠溶液调 pH 至溶液刚呈微黄色, 开始加碱中和时有气泡发生, 一滴一滴的边加边摇, 勿使二氧化碳气泡溢出瓶口, 等气泡不再发生时加 5 mL 钼锑抗溶液, 用蒸馏水定容, 摇匀, 显色 30 min, 在紫外分光光度计上 700 nm 处比色。分别吸取 5 mg/L 磷标准使用液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中, 调 pH 和显色步骤同样品测定。此标准曲线的浓度分别为 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/L。

吸取待测液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中, 定容摇匀, 火焰光度计测定。吸取 100 mg/L 钾标准溶液 0、2.5、5.0、7.5、10.0、20.0 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液稀释至标度, 得 0、2.5、7.5、10.0、20.0 mg/L 钾标准系列溶液, 与样品同时测定。

1.4 土壤标准样品含量测定 选取土壤标准样品为研究对象, 按照消解方法进行消解样品, 消解后定容至 50 mL。土壤全磷含量的测定: 移取 5 mL 消解溶液, 按照标准曲线的测定方法, 添加钼锑抗溶液, 定容至 50 mL。在 25 °C 条件下显色 30 min 后, 使用紫外分光光度计测定溶液的吸光度。土壤全钾含量的测定: 移取 5 mL 消解溶液, 定容至 25 mL。按照标

基金项目 南京土壤研究所“一三五”计划和领域前沿项目 (ISSASIP1644)。

作者简介 朱波 (1984—), 女, 江苏淮安人, 助理实验师, 从事实验室分析与管理工作。* 通讯作者, 工程师, 从事土壤与环境样品分析与管理工作。

收稿日期 2018-03-22; **修回日期** 2018-03-27

准曲线的测定方法测定稀释后的溶液。

2 结果与分析

2.1 磷钾标准曲线 磷线性标准曲线为 $y = 1.0549x + 0.0007$, $R^2 = 0.9999$ (图 1)。钾线性标准曲线为 $y = 1770.3x + 707.66$, $R^2 = 1.0000$ (图 2)。

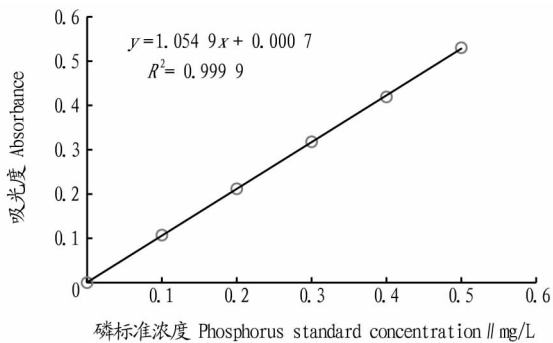


图 1 磷标准曲线

Fig. 1 Phosphorus standard curve

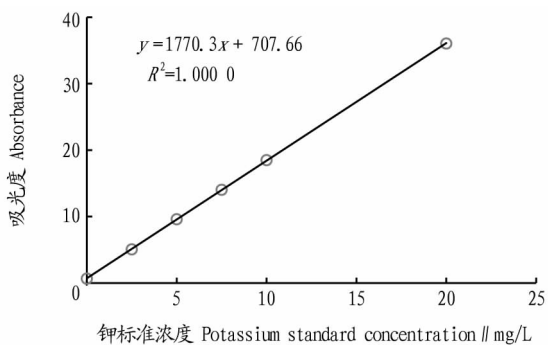


图 2 钾标准曲线

Fig. 2 Potassium standard curve

2.2 土壤标准样品含量 从表 1 可以看出,磷含量测定结果在标准值范围内,与国标无显著差异。从表 2 可以看出,钾含量测定结果在标准值范围内,与国标无显著差异。

表 1 磷标准样品测定结果

Table 1 Determination of phosphorus standard samples mg/kg

标准样品 Standard samples	磷平均含量 Phosphorus content	标准差 Standard deviation	标准值 Standard values
GSS-2	435	4.7	446 ± 25
GSS-4	689	6.4	695 ± 28
GSS-5	402	6.9	390 ± 34
GSS-6	293	15.4	303 ± 30

表 2 钾标准样品测定结果

Table 2 Determination of potassium standard samples g/kg

标准样品 Standard samples	钾平均含量 Potassium content	标准差 Standard deviation	标准值 Standard values
GSS-2	25.1	0.2	25.4 ± 0.5
GSS-4	10.3	0.1	10.3 ± 0.6
GSS-5	15.0	0.1	15.0 ± 0.4
GSS-6	16.7	0.3	17.0 ± 0.6

3 讨论

消煮过程要在通风柜内进行,土壤样品应先加高氯酸,

再加氢氟酸,若先加氢氟酸,由于它易与样品强烈作用,会引起溅失。消化完全的标准是当第 2 次加入高氯酸,刚冒白烟时,坩埚内容物应清澈见底。若有沉淀物,应再加氢氟酸-高氯酸重新处理。待测液中不能有氟离子存在,否则影响测定结果。因此,当第 2 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。定容后的待测液,可以吸取上部清或过滤后的滤液用。土壤样品在消化前应先冷消化,可以在前 1 d 的晚上将土样称好,加入高氯酸和氢氟酸,盖上铂金坩埚盖,放置过夜,第 2 天上午消化。高温消化时,对于有机质含量高的样品,应适当调节坩埚的位置,加速有机质的分解,使消化程度基本一致。

在测定全磷过程中,待测液用碱中和酸时,宜采用碳酸钠。溶液显色后,可以用目测法看一遍,对于个别颜色特别深和浅的样品调整吸取量,立即重新吸取,调 pH,显色,这样即能一次比色完。50 mL 容量瓶要挑选白色,在调节 pH 时便于观察,能更好地将颜色调一致。

4 结论

为了提高土壤样品中全磷和全钾含量的检测效率,研究一次消解完成土壤全磷、全钾含量的测定。土壤消解后,按照仪器的标准曲线范围,选择合适的稀释倍数,测定消解液的磷和钾含量,完成土壤样品全磷和全钾含量的测定。磷和钾的线性系数分别达 0.9999 和 1.0000;土壤标准样品含量均在标准值范围。该方法的测定结果与国标法无显著差异。该研究为土壤中全磷、全钾的检测提供了一种快速、高效的检测分析方法,对土壤中全磷、全钾大量样品的检测和快速指导生产具有现实意义。

参考文献

- [1] 杨艳. 不同耕作措施对农田土壤理化性质和作物产量的影响[D]. 杨凌:西北农林科技大学,2017.
- [2] 张国辉,王莹,武巍,等. 土壤有效磷测定方法概述[J]. 黑龙江农业科学,2017(1):160-162.
- [3] 韩晓飞. 三峡库区农田土壤无机磷动态变化及其迁移特征[D]. 重庆:西南大学,2016.
- [4] 陈新萍. 土壤中全磷测定方法的改进试验[J]. 塔里木大学学报,2005,17(2):96-98.
- [5] 相里炳铨. 土壤全磷全钾四种联合测定方法的比较[J]. 北京农业科学,1992(4):39-40.
- [6] 叶祥盛,吴晓荣,赵竹青. 流动注射仪法与传统方法测定土壤全磷的比较[J]. 实验室研究与探索,2010,29(3):50-53.
- [7] 王勇,赵斌,王文娟,等. 土壤不同形态钾与土壤质地的关系[J]. 辽宁农业科学,2001(5):9-14.
- [8] 汪德成. 土壤全钾测定中的几点经验[J]. 湖北农业科学,1959(6):204-205.
- [9] 戴万国. 土壤中全钾测定方法改进的初报[J]. 土壤通报,1959(2):45-46,52.
- [10] 王敏. 碱熔-火焰光度法测定土壤全钾应注意的问题[J]. 辽宁林业科技,2016(6):75-76.
- [11] 彭莹,邓小华,田峰,等. 湘西州植烟土壤全钾含量分布特征[J]. 中国农学通报,2014,30(9):165-169.
- [12] 段媛媛,李凤姣. 不同林龄阔叶厚朴群落土壤有机碳与氮磷钾分布特征[J]. 安徽农业科学,2017,45(35):122-123.
- [13] 冯秀伟. 庐山土壤有机质及氮磷钾含量与海拔关系研究[J]. 安徽农业科学,2017,45(28):118-121.
- [14] 周可金,孙永玲,郭高,等. 双低油菜施硼对土壤氮磷钾含量的影响[J]. 安徽农业科学,1997,25(2):142-144.
- [15] 国家林业局. 森林土壤磷的测定:LY/T 1232—2015[S]. 北京:中国标准出版社,2016.
- [16] 国家林业局. 森林土壤钾的测定:LY/T 1234—2015[S]. 北京:中国标准出版社,2016.