## 土壤全钾的测定方法——NaOH熔融，火焰光度法

全钾 火焰光度法 FP6410-火焰光度计，上海仪电分析仪器有限公司

**一、方法原理**

用NaOH熔融土壤与Na2CO3熔融土壤原理是一样的，即增加盐基成分，促进硅酸盐的分解，以利于各种元素的溶解。NaOH熔点（321℃）比Na2CO3（853℃）低，可以在比较低的温度下分解土样，缩短熔化所需要的时间。样品经碱熔后，使难溶的硅酸盐分解成可溶性化合物，用酸溶解后可不经脱硅和去铁、铝等手续，稀释后即可直接用火焰光度法测定。

火焰光度法的基本原理。当样品溶液喷成雾状以气—液溶胶形式进入火焰后，溶剂蒸发掉而留下气—固溶胶，气—固溶胶中的固体颗粒在火焰中被熔化、蒸发为气体分子，继续加热即又分解为中性原子（基态），进一步供给处于基态原子以足够能量，即可使基态原子的一个外层电子移至更高的能级（激发态），当这种电子回到低能级时，即有特定波长的光发射出来，成为该元素的特征之一。例如，钾原子线波长是766.4 nm、769.8 nm；钠原子线波长是589 nm。用单色器或干涉型滤光片把元素所发射的特定波长的光从其余辐射谱线中分离出来，直接照射到光电池或光电管上，把光能变为光电流，再由检流计量出电流的强度。用火焰光度法进行定量分析时，若激发的条件（可燃气体和压缩空气的供给速度，样品溶液的流速，溶液中其它物质的含量等）保持一定，则光电流的强度与被测元素的浓度成正比。即可用下式表示，即I=acb，由于用火焰作为激发光源时较为稳定，式中a是个常数，当浓度很低时，自吸收现象可忽略不计，此时b=1，于是谱线强度是试样中欲测元素的浓度成正比关系：I=ac。

把测定的强度与一种标准或一系列标准的强度比较，即可直接确定待测元素的浓度而计算出未知溶液含钾量（有关仪器的构造及仪器使用方法详见仪器说明书）。

**二、主要仪器**

高温电炉、银或镍坩埚或铁坩埚、火焰光度计或原子吸收分光光度计。

**三、试剂**

1．无水酒精（分析纯）。

2．H2SO4（1:3）溶液**：**取浓H2SO4（分析纯）1体积缓缓注入3体积水中混合。

3．HCl（1:1）溶液**：**盐酸（HCl，*ρ*≈1.19 g·mL-1，分析纯）与水等体积混合。

4．0.2 mol·L-1H2SO4溶液。

5．100 μg·mL-1 K标准溶液**：**准确称取KCl（分析纯，110℃烘2 h）0.1907 g溶解于水中，在容量瓶中定容至1 L，贮于塑料瓶中。

吸取100 μg·mL-1 K标准溶液0、2.5、5.0、7.5、10、15、20 mL，分别放入50 mL容量瓶中，加入与待测液中等量试剂成分，使标准溶液中离子成分与待测液相近（即各加入5.00 mL或10.00 mL 空白溶液），用水定容至100 mL。此为含钾*ρ*(K)分别为0、5、10、15、20、30、40 μg·mL-1系列标准溶液。

**四、操作步骤**

**1．待测液制备：**称取过0.15 mm筛的烘干土样约0.25 g（精确到0.0001 g）于银（或镍）坩埚底部，用无水酒精湿润样品，然后加固体NaOH 2.0 g（注1），同时做空白实验，平铺于土样的表面，暂放在大干燥器中，以防吸湿。

将坩埚加盖留一小缝放在高温电炉内，先以低温加热，然后逐渐升高温度至450℃（这样可以避免坩埚内NaOH和样品溢出），保持此温度15 min，熔融完毕（注2）。如在普通电炉上加热时则待熔融物全部熔成流体时，摇动坩埚然后开始计算时间，15 min后熔融物均匀流体时，即可停止加热，转动坩埚，使熔融物均匀地附在坩埚壁上。

将坩埚稍冷却后，加入10 mL水，加热至80℃左右（注3），待熔块溶解后，再煮5 min，用漏斗转入50 mL容量瓶中，然后用少量2mol·L-1H2SO4溶液清洗数次，一起倒入容量瓶内，使总体积至约40 mL，再加HCl(1:1)5滴和H2SO4（1:3）5 mL（注3），用水定容，过滤。此待测液可供磷和钾的测定用。

**2．测定：**吸取待测液5.0 mL或10.00 mL于50 mL容量瓶中（K的浓度控制在10~30 μg·mL-1），用水定容，直接在火焰光度计上测定，记录读数，然后从工作曲线上求得待测液的K浓度（μg·mL-1）。注意在测定完毕之后，用蒸馏水在喷雾器下继续喷雾5 min，洗去多余的盐或酸，使喷雾器保持良好的使用状态。

**3．标准曲线的绘制：**将配制的钾标准系列溶液，以浓度最大的一个定到火焰光度计上的满度（100），然后从稀到浓依序进行测定，记录检流计的读数。以检流计读数为纵坐标，μg·mL-1 K为横坐标，绘制标准曲线。

**五、计算**

土壤全钾量（K，g·kg-1）=

式中 *ρ*——从标准曲线上查得待测液中K的质量浓度（μg·mL-1）；

*m*——烘干样品质量（g）；

106——将μg换算成g的除数。

样品含钾量等于10 g·kg-1时，两次平行测定结果允许差为0.5 g·kg-1。

**参考文献**

鲍士旦主编. 土壤农化分析 ( 第三版 ) . 北京 : 中国农业出版社 , 2000 : 101~103.