

团体标准

T/ NAIA XXX-XXXX

土壤全磷、全钾同时测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Method for determination of soil total phosphorus and total potassium —

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏中科精科检测技术有限公司、宁夏农业勘查设计院、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

土壤全磷、全钾同时测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了土壤全磷、全钾的电感耦合等离子体发射光谱法的测定。

本文件适用于各种土壤全磷、全钾的测定。

当取样量为 0.2 g，消解后定容体积为 50 mL 时，全磷、全钾的方法检出限分别为 10 mg/kg、30 mg/kg，测定下限分别为 40 mg/kg 和 120 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 实验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

土壤中有机物与硝酸和高氯酸在较低的温度（120 °C）下加热氧化，同时随着温度的升高（150 °C），氢氟酸开始分解硅酸盐等矿物，硅与氟形成四氟化硅逸去。提高温度至 170 °C 继续加热至剩余的酸被赶尽，使土壤中含磷矿物及有机磷化合物完全分解转化为正磷酸盐而进入溶液，矿物中的钾转化为可溶性钾离子。

样品经酸消解后，待测液通过蠕动泵注入电感耦合等离子体发射光谱仪，目标元素在等离子体炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线。在一定的浓度范围内，其特征谱线的强度与元素的浓度成正比。

5 试剂与材料

除非另有规定外，所有试剂均为优级纯，实验用水符合GB/T 6682中规定的一级水。实验中所需标准滴定液、试剂及制品，在没有指明其他要求时均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

5.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

5.2 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.76 \text{ g/mL}$ 。

5.3 氢氟酸： $\rho(\text{HF})=1.49\text{ g/mL}$ 。

5.4 (1+5) 硝酸溶液 (V/V)：量取 10 mL 硝酸 (5.1) 加入 50 mL 水中，混匀待用。

5.5 (1+99) 硝酸溶液 (V/V)：量取 5 mL 硝酸 (5.1) 用水定容至 500 mL，混匀待用。

5.6 磷标准贮备液 (1000 mg/L)：购买市售有证磷标准贮备液。

5.7 钾标准贮备液 (1000 mg/L)：购买市售有证钾标准贮备液。

5.8 磷标准中间液 (100 mg/L)：准确吸取 10.00 mL 磷标准贮备液 (5.6) 于 100 mL 容量瓶中，加 (1+99) 硝酸溶液 (5.5) 定容至刻度，此溶液在 4℃ 下可保存 3 个月。

5.9 氩气：纯度不低于 99.995 %。

6 仪器与设备

6.1 电子天平 (感量 0.0001 g)。

6.2 自动控温石墨消解炉。

6.3 配有回流盖的聚四氟乙烯消解管。

6.4 一般实验室常用仪器和设备。

7 分析步骤

称取过 0.149 mm 孔径筛的土壤样品 0.2 g (精确至 0.0001g) 于聚四氟乙烯消解管中，加入 10 mL 硝酸 (5.1)，0.8mL 高氯酸 (5.2) 和 3mL 氢氟酸 (5.3)，摇匀后盖上回流盖，置于石墨消解炉中 120℃ 低温消解 30min，逐渐升温至 150℃，保持 2h，最后升温至 170℃，30min 后取下回流盖，期间调整消解管位置，使消解液尽量保持一致，此时会有大量浓白烟冒出，不断摇动消解管，直至消解管内残渣呈浅黄色或灰白色，并消解残渣呈现接近固态后，即可取出冷却。若消解残渣颜色较深，需再加入 5 mL 硝酸 (5.1)、1 mL 氢氟酸 (5.3) 并再加 2 d 高氯酸 (5.2)，加热至近干，取下冷却。

向消解管中加入大约 2 mL (1+5) 硝酸溶液，放置于消解炉中加热溶解残渣，用水转移至 50 mL 具塞比色管中，摇匀后静置过夜，上清液可供上机测试。

同时按上述步骤制备空白溶液。

8 测定

8.1 仪器操作参考条件

不同型号仪器的最佳工作条件不同，气体流量按照仪器使用说明书进行设置，观察模式

为径向。

8.2 混合标准曲线的建立

分别吸取 100 mg/L 磷标准使用液（5.8）0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL，再分别吸取 1000 mg/L 钾标准贮备液（5.7）0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用（1+99）硝酸溶液（5.5）定容至刻度，使曲线系列配制成磷为 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mg/L 和钾为 0.0、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0、100.0 mg/L 的混合标准曲线系列，用 ICP 进行测试，以各元素的质量浓度为横坐标，以响应值为纵坐标，建立校准曲线，校准曲线的质量浓度范围可根据测量需要进行调整。

8.3 试样测试

每个试样测试前，用（1+99）硝酸溶液（5.5）冲洗系统直到信号降至最低，待分析信号稳定后才可开始测定，将试样与校准曲线在相同的仪器分析条件下进行测定。若样品中的待测元素浓度超出校准曲线范围，需经过稀释后重新测定，稀释液用（1+99）硝酸溶液（5.5）。

8.3 空白试样测试

按照与试样相同的测定条件测定空白试样。

9 结果计算和表达

土壤样品中全磷（P）的含量 X_1 （g/kg），按照式（1）进行计算。

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \cdot D \cdot V}{m \times \omega_{dm}} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X_1 ——磷元素的质量浓度，g/kg；
- c ——试样中待测元素的质量浓度，mg/L；
- c_0 ——空白试样中待测元素的质量浓度，mg/L；
- D ——稀释倍数；
- V ——试样的定容体积，50 mL；
- m ——称取试样质量，g；
- ω_{dm} ——土壤样品中干物质含量，%。

土壤样品中全钾（以 K_2O 计）的含量 X_2 （%），按照式（2）进行计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \cdot D \cdot V}{m \times \omega_{dm}} \times \frac{M_{K_2O}}{2M_K} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X_2 ——钾元素的质量浓度, %;
- c ——试样中待测元素的质量浓度, mg/L;
- c_0 ——空白试样中待测元素的质量浓度, mg/L;
- D ——稀释倍数;
- V ——试样的定容体积, 50 mL;
- m ——称取试样质量, g;
- ω_{dm} ——土壤样品中干物质含量, %。
- M_{K_2O} ——氧化钾的摩尔质量, 94.2 g/mol;
- M_K ——钾的摩尔质量, 39.1 g/mol;

注: 测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留两位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

实验室分别对含磷 0.70 g/kg 的盐碱土、0.68 g/kg 的冲积土和 1.28 g/kg 的壤土进行了 7 次重复测定, 实验室相对标准偏差范围分别为 0.23%~0.89%。

实验室分别对含钾 1.99% 的盐碱土、2.64% 的冲积土和 2.46% 的壤土进行了 7 次重复测定, 实验室相对标准偏差范围分别为 0.14%~0.45%。

9.2 准确度

实验室分别对有证标准物质 GSS-20、GSS-23、GSS-40 中的磷进行了 7 次重复测定, 相对误差范围分别为 2.31%~2.64%。

实验室分别对有证标准物质 GSS-20、GSS-23、GSS-40 中的钾进行了 7 次重复测定, 相对误差范围分别为-3.08%~ -1.74%。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品至少做两个实验室空白, 空白试样的元素测定结果应低于方法检出限。

10.2 每次分析应建立标准曲线, 其相关系数应 ≥ 0.999 。

10.3 每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 分析结束后, 需进行标准中间浓度点核查, 其测定值与浓度值的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

10.4 每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应分析一个平行样, 平行样测定结果相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

10.5 每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应同时测定 1 个有证标准土壤样品, 其测定结果与保证值的相对误差应在 $\pm 15\%$ 以内, 或每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应分析一个基体加标样品, 加标回收率应在 80%~120%之间。

11 注意事项

11.1 样品消解时应注意高氯酸应在加了硝酸的情况下进行加入，以使高氯酸在硝酸的保护下进行加热，否则会引起爆燃。

11.2 为使酸度保持一致，赶酸程度均需达到近干，使消解残渣呈现半固态状，

11.3 注意严格控制高氯酸的加入量，以降低检测背景。
