

T/XXX

团 体 标 准

T/XXX

土壤中缓效钾的测定 石墨电热消解法

Slow-release potassium determination of soil
Graphite electric heating digestion method

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

宁夏回族自治区化学分析协会 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁夏回族自治区农业勘查设计院（宁夏回族自治区农产品质量安全检测中心）提出。

本文件由宁夏回族自治区化学分析协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

土壤中缓效钾的测定 石墨电热消解法

1 范围

本文件规定了用石墨电热消解法测定土壤中缓效钾的方法。
本标准适用于土壤中缓效钾含量的测定。

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于本文件。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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

LY/T 1234-2015 森林土壤钾的测定

NY/T 889-2004 土壤速效钾和缓效钾含量的测定

HJ 613-2011 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

采用 1 mol/L 硝酸溶液在石墨消解仪中进行消解浸提，浸提液中的钾可直接用电感耦合等离子体发射光谱仪测定，再减去速效钾含量即得缓效钾含量。

5 试剂和材料

除非另有规定外，所有试剂均为分析纯，用水符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

5.1 试剂

5.1.1 1 mol/L 硝酸溶液：量取 62.5 mL 浓硝酸（ $\rho(\text{HNO}_3) \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ），用水稀释至 1 L，摇匀。

5.1.2 0.1 mol/L 硝酸溶液：量取 1 mol/L 硝酸（4.1）100 mL，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.2 标准溶液配置

钾标准溶液（1000 mg/L）：称取经 105 °C 烘干 2h 的氯化钾（KCl，基准试剂）0.1907 g，用水稀释至 100 mL，摇匀，贮于塑料瓶中，或可以使用满足溯源要求的商品化标准溶液。

5.3 材料

中速定性滤纸。

氩气：纯度不低于 99.99%。

6 仪器

- 6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）：耐高盐的雾化器，具有双向观测功能。
 6.2 天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g。
 6.3 石墨炉消解仪。

7 试样制备与保存

按 NY/T 1121.1 的规定抽取具有代表性的样品，将大块样品粉碎，用四分法缩减取样，制备成 2 mm 样品，充分混合均匀，装入聚乙烯瓶或袋中，阴凉干燥处保存。

8 分析步骤

8.1 试样消解

称取风干土样 2.50 g 于消解管中，加入 25.0 mL 1 mol/L 硝酸溶液(5.1.1)，轻轻摇匀，在瓶口插入弯颈小漏斗，置于温度为 130 °C-140 °C 的石墨消解仪中，于 120 °C-130 °C 消解 10min(从剧烈沸腾开始准确计时，煮沸时间要严格掌握，碳酸盐土壤加酸消解时有大量二氧化碳气泡产生，不要误认为沸腾)，取下，稍冷，趁热过滤于 100 mL 容量瓶中，用 0.1 mol/L 硝酸溶液(4.2)洗涤消解管 4 次，每次 15mL，冷却后定容。

8.2 测定

8.2.1 仪器参考条件

不同型号的仪器最佳测试条件不同，根据仪器说明书要求优化测试条件，仪器参考测试条件见表 1。

表1 仪器参考测试条件

元素	波长 (nm)	功率 (W)	冷却气 (L/min)	载气 (L/min)	辅助气 (L/min)	观测方式
K	766.490	1300	15	0.8	0.2	径向衰减

8.2.2 标准工作曲线

分别吸取 1000 mg/L 钾标准溶液 (4.3) 0.00mL、0.10mL、0.25mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL，于 50 mL 容量瓶中，加入 1mol/L 硝酸溶液 (5.1.1) 15.5 mL，用水定容，即为浓度为 0.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、30.00 mg/L、50.00 mg/L 的钾标准系列溶液。

8.3 试样的测定

用 0.00mg/L 的钾溶液调节仪器零点后，由低到高依次测定钾标准系列溶液，绘制钾标准系列曲线，再依次测定空白溶液和试样溶液，从标准曲线上获得空白溶液和试样的钾浓度。

8.4 平行试验

按 8.1~8.3 的规定对同一试样进行平行试验测定。

8.5 空白试验

除不加试料外，按照 8.1~8.3 的规定进行平行操作。

9 结果计算

试样中缓效钾含量用公式 (1) 计算。

$$W = \frac{(C - C_0) \times V \times f}{m \times W_{dm}} - W_{速} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- W —缓效钾含量,单位为毫克每千克 (mg/kg) ;
 - C —从标准曲线上获得的待测液的钾浓度, 单位为毫克每升 (mg/L) ;
 - C_0 —从标准曲线上获得的空白溶液的钾浓度, 单位为毫克每升 (mg/L) ;
 - V —待测液定容体积;
 - f —稀释倍数;
 - m —风干土样质量,单位为克 (g) ;
 - W_{dm} —土样中的干物质含量(%), 按 HJ 613 规定执行;
 - $W_{速}$ —速效钾含量,单位为毫克每千克 (mg/kg), 按 NY/T 889 测定。
- 计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示, 结果取整数。

10 精密度

在重复性条件下, 平行测定结果的相对相差不大于 8%。
在再现性条件下, 平行测定结果的相对相差不大于 10%。

11 质量保证和质量控制

- 11.1 试样以 2.5 g 定容至 100mL 计算, 缓效钾的方法检出限为 2.5 mg/kg, 测定下限为 10 mg/kg。
- 11.2 每批样品至少应分析 2 个空白试样, 空白值应低于方法检出限。
- 11.3 每次分析应建立标准曲线, 曲线的相关系数应大于 0.999。
- 11.4 每分析 10 个样品, 应分析一次校准曲线中间浓度点, 其测定结果与实际浓度值相对偏差应不大于 10%, 否则应查找原因或重新建立校准曲线。

12 注意事项

- 12.1 消解时需观察实际沸腾状态, 避免二氧化碳气泡干扰判断。
- 12.2 滤液若浑浊需重新过滤。
- 12.3 高含量样品需稀释后测定, 确保浓度在标准曲线范围内。
- 12.4 影响 ICP-OES 法分析特性的因素很多。实验室应根据仪器型号, 选择最优工作条件。
- 12.5 ICP-OES 测定钾的波长谱线也可根据仪器条件选用 769.90nm。