

FJA-1 型常规分析仪器工作站与火焰光度计联用测定土壤钾

张连第

(中科院南京土壤研究所)

一、分析意义与方法原理

钾素是植物生长三要素之一，土壤中钾主要存在于含钾矿物，亦有少量呈交换态或水溶态（如某些盐土）存在。分析土壤全钾可以了解土壤供钾潜力，还可以了解主要矿物类型及矿物风化分解的程度。不但是土壤肥力的参考指标，也是土壤发生分类研究的重要依据。

土壤全钾测定也和全磷测定一样，分为样品分解和测定两步，样品分解方法较多，一般也可分为碱熔和酸溶两大类，目前测定钾大部分用仪器分析（火焰光度法），尽量避免引入大量盐类，所以多采用 HF—HClO₄ 消化法。此法消化溶液可以测定多种元素，如 Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、P、Mn、Ti 及多种微量元素。

这里主要介绍 HF—HClO₄ 消化、火焰光度法（6400 型火焰光度计）测定土壤全钾。含钾硅酸盐矿物与 HF 作用，硅酸盐则被分解，硅成为 SiF₄ 挥发，蒸干赶走多余 HF，用 HCl 溶解，钾和其他元素一起成氯化物进入溶液，溶液中钾用火焰光度法进行定量测定，将待测液导入火焰光度计的火焰中燃烧；钾则被激发产生特征光谱，通过特制的滤光片照射到光电管上，产生电讯号，经过放大，在灵敏 mV 表上读出读数，在一定范围内，其读数与溶液中含钾浓度成正相关，这样可以在同样条件下测定的标准曲线上查得相应浓度，并计算样品含钾百分数。

$$K\% = \frac{\rho \times V \times ts}{m \times 10^6} \times 100$$

式中， ρ 为在标准曲线上查得的浓度， V 为测定时定容体积； ts 是吸取体积与原制备溶液体积之比； m 为样品重量(g)。10⁶ 将微克换算成克。

以往都是用手工一个个在火焰光度计上测定，从表头上读取读数，在手工划出的标准曲线上查出溶液浓度，再计算成含量百分数。现将 FJA-1 型常规分析仪器工作站与火焰光度计（6400 型）联用，可以自动采集数据和进行数据处理，打印出溶液浓度并计算出样品含量百分数，简化了记取读数，划曲线、查曲线、计算百分数等手续，不但加快测定速度，提高精度，而且扩大了测定浓度范围。

二、试剂及仪器设备

- (1) HF (GB620—77) 分析纯试剂。
- (2) HClO₄ (GB623—77) 分析纯试剂。
- (3) K 标准溶液：称取经 105℃ 烘干的分析纯 KCl 0.1907 克，溶于水中，并定容至 1000mL，为 100 mg/L K 标准溶液，逐个稀释成含 K5、10、20、30、50 mg/L 系列溶液。
- (4) 聚四氟乙烯坩埚；
- (5) 6400 型火焰光度计；
- (6) FJA-1 型常规分析仪器工作站（中科院南京土壤所技术服务中心研制和生产）。
- (7) 火焰光度法应用程序（中科院南京土壤所技术服务中心提供）

三、分析过程

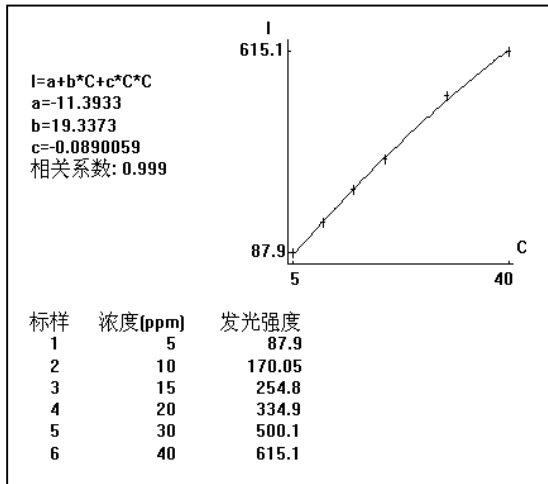
(1) 样品前处理

称取通过 100 号筛孔土样 0.2 克左右，放入聚四氟乙稀坩埚（或铂坩埚）中，用少量蒸馏水润湿土样，加 HClO₄ 试剂 3mL，再加 HF5mL，在电炉上低温消化，至 HClO₄ 大量发烟时取下稍冷，如溶液没有变清可补加 HF5mL 继续消化，直至溶液清亮，将 HClO₄ 蒸干，再加 1mL HClO₄ 赶走 HF，整个消化过程在毒气橱中进行，最后用 1:1HCl 1mL 溶解残渣并用

蒸馏水洗入 50mL 容量瓶中，定容摇匀（此溶液也可以供测定全磷用），吸取清液 5mL 定容于 25mL 容量瓶中备测。

(2) FJA-1 型常规分析仪器工作站与火焰光度计联用的操作：

启动火焰光度法测定程序，先进行人机对话，输入分析日期、分析者、分析元素、标准系列溶液浓度等。然后逐个测定标准系列溶液，FJA-1 型常规分析仪器工作站采入相应的读数。然后用线性回归或二次多项式拟合求出标准曲线方程的截距、斜率及相关系数。完成仪器标准化以后，启动样品测定程序，逐个输入样品号并测样品，读数采入计算机，随即显示出样品号与溶液的浓度值，或样品含 K 百分数分析结果。



四、结果与讨论

表 1 的结果是用 FJA-1 型常规分析仪器工作站与 6400 型火焰光度计联用和手工测定法对同一溶液各作 10 次测定的结果，表 2 是用 FJA-1 型常规分析仪器工作站与 6400 火焰光度计联用与手工测定分别对土壤中全钾测定结果比较。结果表明，本法具有较高的测定精度，和较好的再现性，在溶液含钾 20mg/L 左右时，本法标准差为 0.168 mg/L、变异系数为 0.85%，分别小于手工法的 0.41 mg/L 和 2.08%。从表 2 中也可以看出，联机法和手工法测定结果均在允许误差（0.05%）范围以内。本法具有分析速度快，精确度高等特点。完全适用于土壤全钾的常规分析。

表 1 FJA-1 型工作站与 6400 火焰光度计联用测钾的分析结果

次数	联机测定		手工测定	
	读数	mg/L	读数	mg/L
1	335	19.71	50	20.0
2	331.8	19.51	51	20.4
3	336.7	19.82	50	20.0
4	338.1	19.91	49	19.6
5	340.1	20.04	48	19.2
6	339.6	20.00	51	20.4
7	336.3	19.80	49	19.6
8	338.2	19.92	49	19.6
9	339.0	19.97	51	20.4
10	340.3	20.05	50	20.0
平均值 X		19.873		19.9
标准差 S _x		0.168		0.41
变异系数 CV%		0.85		2.08

表 2 联机法和手工法土壤钾分析结果

样品号	联机法 (K%)	手工法 (K%)
1	1.22	1.26
2	0.98	0.96
3	0.59	0.63

由于采用二次多项式拟合标准曲线，在一定范围内避免了由于化学或物理因素造成的误差。

参考文献

- [1] 中国科学院南京土壤所，土壤理化分析，上海科技出版社 1978。
- [2] 方建安、王教生、杨坤玺。分析仪器（2）（26）1989。
- [3] 中国土壤学会农化专业委员会，土壤农业化学常规分析方法 科学出版社 1983。
- [4] 高全亮等。P—1500 计算机与火焰光度计联用（资料）。

附：

土壤速效钾的测定

土壤速效钾是指能被当季作物吸收利用的钾素，主要是土壤交换性钾，也有部分施入钾肥中的可溶性钾，其测定方法与土壤全钾不同的是样品的分解与提取，土壤速效钾取一般采用 1mol/L 中性醋酸铵提取，然后用火焰光度法测定，因为中性的醋酸铵盐 PH 缓冲性和提取交换性较好，提取液可以直接在火焰光度计上测定，铵盐对测定没有干扰。适用于 FJA—1 型常规分析仪器工作站与 6400 型火焰光度计联机测定。