



中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1234—2015
代替 LY/T 1234—1999, LY/T 1235—1999, LY/T 1236—1999

森林土壤钾的测定

Potassium determination methods of forest soils

2015-10-19 发布

2016-01-01 实施

国家林业局 发布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 全钾的测定 1

 3.1 碱熔法 1

 3.2 酸溶法 3

4 速效钾的测定 5

 4.1 方法要点 5

 4.2 试剂 5

 4.3 仪器 5

 4.4 测定步骤 5

 4.5 结果计算 6

 4.6 允许偏差 6

5 缓效钾的测定 6

 5.1 方法要点 6

 5.2 试剂 7

 5.3 仪器 7

 5.4 测定步骤 7

 5.5 结果计算 7

 5.6 允许偏差 8

参考文献 9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 LY/T 1234—1999《森林土壤全钾的测定》、LY/T 1235—1999《森林土壤缓效钾的测定》和 LY/T 1236—1999《森林土壤速效钾的测定》。

本标准与 LY/T 1234—1999、LY/T 1235—1999 和 LY/T 1236—1999 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了原子吸收分光光度计和电感耦合等离子体发射光谱仪；
- 修改了酸溶法待测液制备的内容，减少了土样称样量和酸用量，明确温度设置；
- 修改了缓效钾测定的加热设备，调温电炉加热改为油浴锅加热，修改测定步骤。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林业研究所。

本标准主要起草人：焦如珍、董玉红、孙启武。

引 言

森林土壤全钾样品的分解,可分为碱熔法和酸溶法两种。碱熔法包括碳酸钠熔融和氢氧化钠熔融。碳酸钠熔融法在国际上比较通用,但一定要用铂金坩埚,这使国内一些实验室因条件限制而不能采用这一方法。现在国内一般采用氢氧化钠熔融法,可用银坩埚代替铂金坩埚,可为一般实验室采用,且分解比较完全,制备的待测液可同时测全磷和全钾。酸溶法采用氢氟酸-高氯酸法,此方法比较方便,是国际上通用的分解土壤全钾样品的方法,所制备的待测液也可同时测定多种元素。

土壤速效钾包括交换性钾和水溶性钾,目前国内外普遍采用 1 mol/L 乙酸铵为浸提剂,所得结果比较稳定,重现性好,能将土壤胶体表面的交换性钾和粘土矿物晶格层的非交换性钾区分开,不会因淋洗次数或浸提时间的增加而显著增加浸出钾量。土壤缓效钾主要是指层状硅酸盐矿物层间和颗粒边缘的那一部分钾,目前最通用的浸提方法是 1 mol/L 硝酸煮沸法,该法不仅浸提时间短,耗用试剂量小和多次测定的变异系数较小,而且浸出的钾量与植物连续种植时的吸收钾量有良好的相关性,所以常用作土壤钾素供应潜力的指标。

待测液中钾的测定方法有火焰光度法、原子吸收法和电感耦合等离子体发射光谱法。

森林土壤钾的测定

1 范围

本标准规定了森林土壤钾的测定方法,采用碱熔和酸溶法测定森林土壤全钾,采用 1 mol/L 乙酸铵浸提测定森林土壤速效钾和 1 mol/L 硝酸煮沸浸提测定森林土壤缓效钾。

本标准适用于森林土壤全钾、速效钾和缓效钾的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

LY/T 1210—1999 森林土壤样品的采集与制备

3 全钾的测定

3.1 碱熔法

3.1.1 方法要点

土壤样品经强碱熔融,难溶性硅酸盐分解成可溶性化合物,土壤矿物晶格中的钾转变成可溶性钾形态,同时土壤中不溶性磷酸盐也转变成可溶性磷酸盐,用稀硫酸溶液溶解熔融物后,即为可同时测定全钾和全磷的待测液。

3.1.2 试剂

所有试剂除注明外,均为分析纯。分析用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格要求。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

3.1.2.1 氢氧化钠

NaOH,颗粒状。

3.1.2.2 无水乙醇

C₂H₅OH。

3.1.2.3 盐酸

HCl, $\rho=1.19$ g/mL。

3.1.2.4 硫酸

H₂SO₄, $\rho=1.84$ g/mL。

3.1.2.5 1 : 1 盐酸溶液

盐酸(3.1.2.3)与水体积比为 1 : 1,均匀混合。

3.1.2.6 4.5 mol/L 硫酸溶液

量取 250.0 mL 硫酸(3.1.2.4)缓缓倒入 700 mL 水中,不断搅拌,冷却后定容至 1 L。

3.1.2.7 钾标准溶液

称取 105 ℃烘干 2 h 的氯化钾(KCl,优级纯)0.190 7 g,用水溶解后定容至 1 L,即为钾标准溶液 [$\rho(\text{K})=100 \text{ mg/L}$],贮于塑料瓶中。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 天平(感量 0.01 g)。

3.1.3.2 天平(感量 0.000 1 g)。

3.1.3.3 高温电炉。

3.1.3.4 火焰光度计或原子吸收分光光度计。

3.1.4 测定步骤

3.1.4.1 土壤样品的制备

按 LY/T 1210—1999 规定制备土壤样品。

3.1.4.2 土壤水分含量的测定

按 LY/T 1210—1999 规定测定土样水分系数。

3.1.4.3 待测液的制备

称取过 0.149 mm 筛的风干土样 $0.25 \times \times \text{ g}$ 于银坩埚中,加几滴无水乙醇使土壤湿润,加 2.00 g 固体氢氧化钠(3.1.2.1)使之平铺于样品的表面,暂时放在干燥器中以防吸水潮解。待一批样品加完氢氧化钠后,将银坩埚放在高温电炉内,由室温升到 400 ℃后关闭电源,15 min 后再继续升温至 750 ℃,保持此温度 15 min 后关闭电源(为防止坩埚内样品由于突然的加热而随 NaOH 溅出,采取不连续的升温)。打开炉门,待炉温降低至 400 ℃以下后取出银坩埚,冷却后,若熔块呈淡蓝色或蓝绿色,表明熔融较好。若熔块呈棕黑色,表明还没有熔好,应再加 NaOH 熔融一次。在冷却的坩埚内加 10 mL 水,在电炉上加热至 80 ℃左右,熔块溶解后再煮沸 5 min,然后将坩埚内的溶液移入 50 mL 容量瓶中,用热水和 2.0 mL 4.5 mol/L 硫酸溶液(3.1.2.6)多次洗涤银坩埚并倒入容量瓶内,溶液体积控制约 40 mL。加入 5 滴 1 : 1 盐酸溶液(3.1.2.5)和 5.0 mL 4.5 mol/L 硫酸溶液(3.1.2.6),摇动后冷却至室温,加水定容、过滤,此待测溶液可供测全磷和全钾用。

3.1.4.4 空白溶液的制备

空白溶液的制备除不加土样外,其他步骤同 3.1.4.3。

3.1.4.5 标准曲线

分别吸取 100 mg/L 钾标准溶液(3.1.2.7)0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL 放入 50 mL 容量瓶中,加入氢氧化钠 0.40 g(3.1.2.1)和 4.5 mol/L 硫酸溶液(3.1.2.6)

1.0 mL, 以使标准溶液中的离子成分与待测液相近, 然后加水定容至 50 mL。此系列溶液分别为 0.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、60.00 mg/L 钾标准系列溶液。用 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的空白钾溶液调节仪器零点, 然后由低到高依序测定钾标准系列溶液。

3.1.4.6 测定

吸取空白溶液和待测液 5 mL~10 mL 于 50 mL 容量瓶中(含钾 10 mg/L~50 mg/L)用水定容, 直接在火焰光度计或原子吸收分光光度计上测定, 可从仪器直接获得空白溶液和待测液的钾浓度($\mu\text{g/mL}$)。

3.1.5 结果计算

全钾含量的计算见式(1)~式(3):

$$W_K = \frac{(c - c_0) \times V \times t_s}{m_{\text{风}} \times k \times 10^3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$t_s = \frac{V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$k = \frac{m_{\text{烘}}}{m_{\text{风}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

W_K ——全钾含量, 单位为克每千克(g/kg);

c ——从标准曲线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, 取 50 mL;

t_s ——分取倍数;

$m_{\text{风}}$ ——风干土质量, 单位为克(g);

k ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数;

V_1 ——待测液体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——吸取待测液体积, 单位为毫升(mL);

$m_{\text{烘}}$ ——烘干土质量, 单位为克(g)。

3.1.6 允许偏差

按表 1 规定。

表 1 允许偏差

全钾量 g/kg	允许偏差
>20	相对偏差<4%
20~10	绝对偏差 0.8 g/kg~0.4 g/kg
<10	绝对偏差<0.4 g/kg

3.2 酸溶法

3.2.1 方法要点

氟通过和硅反应分解硅酸盐矿物形成氟化硅, 在强酸存在条件下可加热挥发。高氯酸在高温条件

下是很强的氧化剂,可分解土壤中的有机质,同时还可以有效地去除样品中多余的 HF。

3.2.2 试剂

3.2.2.1 硝酸

$\text{HNO}_3, \rho = 1.41 \text{ g/mL}$ 。

3.2.2.2 高氯酸

$\text{HClO}_4, \rho = 1.68 \text{ g/mL}$ 。

3.2.2.3 氢氟酸

$\text{HF}, \rho = 1.15 \text{ g/mL}$ 。

3.2.2.4 盐酸

$\text{HCl}, \rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

3.2.2.5 3 mol/L 盐酸溶液

盐酸(3.2.2.4)与水体积比为 1 : 3,均匀混合。

3.2.2.6 钾标准溶液

称取 105 °C 烘干 2 h 的氯化钾(KCl,优级纯)0.190 7 g 溶于水,加 25.0 mL 盐酸(3.2.2.4),用水定容至 1 L,即为钾标准溶液 $[\rho(\text{K}) = 100 \text{ mg/L}]$ 。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 天平(感量 0.01 g)。

3.2.3.2 天平(0.000 1 g)。

3.2.3.3 电热板。

3.2.3.4 火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES 或 ICP-OES)。

3.2.4 测定步骤

3.2.4.1 待测液的制备

称取过 0.149 mm 筛的风干土样 $0.1 \times \times \times \text{ g}$ 于铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚中,用塑料移液管加 3.0 mL 硝酸(3.2.2.1)、1.0 mL 高氯酸(3.2.2.2)和 5.0 mL 氢氟酸(3.2.2.3)。盖上坩埚盖,置于电热板上,于通风橱中由低温 130 °C 渐渐至高温 200 °C 加热消化。适当摇动坩埚,达到良好的除硅效果(HF 与硅形成 SiF_4 ,蒸发),待冒出大量白色烟雾,继续加热至不再冒白烟为止,样品消化成近干。视坩埚内残渣情况,可继续加 5.0 mL 氢氟酸,0.5 mL 高氯酸,重复以上消解过程。如果坩埚内仅余白色残渣,可加入 0.5 mL 氢氟酸,将残渣硅除去,再滴几滴高氯酸,加热至近干。取下坩埚冷却,加 10.0 mL 3 mol/L 盐酸溶液(3.2.2.5),加热至残渣溶解,用水转入 100 mL 容量瓶中,定容,混匀。

3.2.4.2 空白溶液的制备

空白溶液的制备除不加土样外,其他步骤同 3.2.4.1。

3.2.4.3 标准曲线

分别吸取 100 mg/L 钾标准溶液(3.2.2.6)0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、

30.00 mL 放入 50 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 3 mol/L 盐酸溶液(3.2.2.5),获得 0.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、60.00 mg/L 钾标准系列溶液。用 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的钾溶液调节仪器零点,然后由低到高依序测定钾标准系列溶液。

3.2.4.4 测定

空白溶液和待测液直接用火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定。从仪器上获得空白溶液和待测液的钾浓度(mg/L)。

3.2.5 结果计算

同 3.1.5。

3.2.6 允许偏差

同 3.1.6。

4 速效钾的测定

4.1 方法要点

以中性 1 mol/L 乙酸铵溶液为浸提剂,溶液中铵离子与土壤胶体表面的钾离子进行交换,连同水溶性钾离子一起进入溶液,浸提液中的钾可直接用火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定。

4.2 试剂

4.2.1 浸提剂(1 mol/L 乙酸铵, pH 7.0)

称取 77.1 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)溶于近 1 L 水中,如 pH 不是 7.0,则用稀乙酸(CH_3COOH)或 1:1 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)调节至 pH 为 7.0,最后用水定容至 1 L。

4.2.2 钾标准溶液

称取 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 的氯化钾(KCl,优级纯)0.190 7 g,溶于 1 mol/L 乙酸铵浸提剂中,并用 1 mol/L 乙酸铵浸提剂定容至 1 L,即为钾标准溶液 $[\rho(\text{K})=100 \text{ mg/L}]$ 。

4.3 仪器

4.3.1 天平(感量 0.01 g)。

4.3.2 天平(感量 0.000 1 g)。

4.3.3 往复式振荡机。

4.3.4 火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪。

4.4 测定步骤

4.4.1 待测液的制备

称取过 2 mm 筛的风干土样 5.00 g 于浸提瓶中,加 50.0 mL 1 mol/L 乙酸铵溶液(4.2.1),盖紧瓶塞,摇匀,在 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 下,150 r/min~180 r/min 振荡 30 min,立即过滤。若加入乙酸铵溶液放置过久,部分矿物钾会转入溶液中,使速效钾量偏高。

4.4.2 空白溶液的制备

空白溶液制备除不加土样外,其他步骤同 4.4.1。

4.4.3 标准曲线

分别吸取 100 mg/L 钾标准溶液(4.2.2)0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 1 mol/L 乙酸铵溶液(4.2.1)定容,即为 0.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L 的钾标准系列溶液。用 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的钾溶液调节仪器零点,然后由低到高依序测定钾标准系列溶液。

4.4.4 测定

空白溶液和待测液直接用火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定,可从仪器直接获得空白溶液和待测液的钾浓度。

4.5 结果计算

速效钾含量的计算按式(4):

$$W_{K1} = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times k} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

W_{K1} ——速效钾(K)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 ——浸提剂体积,取 50 mL;

m ——风干土样质量,单位为克(g);

k ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

4.6 允许偏差

按表 2 中的规定。

表 2 允许偏差

测定值 mg/kg	允许偏差
>200	相对偏差<5%
200~50	绝对偏差 10 mg/kg~2.5 mg/kg
<50	绝对偏差<2.5 mg/kg

5 缓效钾的测定

5.1 方法要点

以 1 mol/L 硝酸溶液煮沸浸提,浸提液直接以火焰光度计、原子发射光度法或者电感耦合等离子体发射光谱仪测定钾量,再减去速效钾量即得缓效钾量。

5.2 试剂

5.2.1 浸提剂(1 mol/L 硝酸溶液)

将 62.5 mL 硝酸(HNO_3 , $\rho=1.41 \text{ g/mL}$)加入预先盛有 500 mL 水的 1 L 容量瓶中,摇匀,定容。

5.2.2 0.1 mol/L 硝酸溶液

1 mol/L 硝酸溶液稀释 10 倍。

5.2.3 钾标准溶液

称取 105 °C 烘干 2 h 的氯化钾(KCl, 优级纯)0.190 7 g 溶于水中,用水定容至 1 L,即为钾标准溶液 [$\rho(\text{K})=100 \text{ mg/L}$]。

5.3 仪器

5.3.1 天平(感量 0.01 g)。

5.3.2 天平(感量 0.000 1 g)。

5.3.3 油浴锅。

5.3.4 火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.4 测定步骤

5.4.1 待测液的制备

称取过 2 mm 筛的风干土样 2.50 g 于消煮管中,加 25.0 mL 1 mol/L 硝酸溶液(5.2.1),在瓶口插入弯颈小漏斗,放入温度为 130 °C~140 °C 的油浴锅中,于 120 °C~130 °C 煮沸 10 min(从开始沸腾起计时,煮沸时间要严格掌握,碳酸盐土壤消煮时有大量二氧化碳气泡发生,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(5.2.2)洗涤消煮管 4 次,每次 15 mL,冷却后定容。

5.4.2 空白溶液的制备

空白溶液的制备除不加土样外,其他步骤同 5.4.1。

5.4.3 标准曲线

分别吸取 100 mg/L 钾标准溶液(5.2.3)0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、25.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mol/L 硝酸溶液(5.2.1)15.5 mL,然后用水定容,即得 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 钾标准系列溶液。用 0.00 mg/L 的钾溶液调节仪器零点,然后由低到高依序测定钾标准系列溶液。

5.4.4 测定

空白溶液和待测液直接用火焰光度计、原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪测定。从标准曲线上获得空白溶液和待测液的钾浓度。

5.5 结果计算

缓效钾含量的计算见式(5):

$$W_{K2} = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times k} - W_{K1} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

W_{K2} ——缓效钾(K)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 ——待测液体积,取 100 mL；

m ——风干土样质量,单位为克(g)；

k ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数；

W_{K1} ——速效钾(K)含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

5.6 允许偏差

平行测定结果允许相对偏差小于 8%。

参 考 文 献

- [1] NY/T 889—2004 土壤速效钾和缓效钾含量的测定
 - [2] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京:中国农业科技出版社. 1999, 188-195.
 - [3] 李立平, 张嘉宝, 邢维琴, 等. 土壤速效氮磷钾测定进展. 土壤通报, 2003, 34(5): 483-488.
-

中华人民共和国林业
行业标准
森林土壤钾的测定
LY/T 1234—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

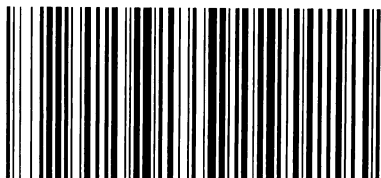
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 30 千字
2016年2月第一版 2016年2月第一次印刷

*

书号: 155066·2-29762 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



LY/T 1234-2015