

ICS 65.160

X 87

中华人民共和国国家质量监督

检验检疫总局备案号：

# DB53

# 云南省地方标准

DB53/T 399—2012

---

## 土壤中全磷、全钾的测定 连续流动法

2012-05-25 发布

2012-07-01 实施

云南省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南省烟草专卖局（公司）提出。

本标准由云南省质量技术监督局归口。

本标准起草单位：云南省烟草农业科学研究院。

本标准主要起草人：吴玉萍、孔光辉、赵立红、李应金、逢涛、文大荣、陈萍、余强、刘亚丽。



# 土壤中全磷、全钾的测定

## 连续流动法

### 1 范围

本标准规定了土壤中全磷、全钾含量的连续流动测定方法。

本标准适用于土壤中全磷、全钾含量的测定。本方法检出限为：磷：0.01 g/kg，钾：0.05 g/kg。

### 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，仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

### 3 原理

土壤试样用硝酸和氢氟酸经微波消解仪加热消解，使磷转化为可溶性的磷酸根离子，钾转化为钾离子。用连续流动法检测磷酸根离子和钾离子，再换算为土壤全磷、全钾的含量。

### 4 仪器

4.1 连续流动分析仪，配备磷、钾通道。全磷测定管路参见附录 A 中图 A.1、全钾测定管路参见附录 A 中图 A.2。

4.2 微波消解系统，配有 50 mL~100 mL 的聚四氟乙烯消解罐。

4.3 分析天平，感量 0.1 mg。

### 5 试剂与材料

5.1 试验用水符合 GB/T 6682 中三级以上水的要求。除非另有说明，所用化学试剂均为分析纯。

5.2 氢氟酸， $\geq 40.0\%$ 。

5.3 硝酸，(65.0~68.0)%。

5.4 盐酸，(36.0~48.0)%。

5.5 硫酸，(95.0~98.0)%。

5.6 钼酸铵。

5.7 抗坏血酸。

5.8 十二烷基硫酸钠。

5.9 酒石酸锑钾。

5.10 磷酸氢二铵，优级纯。

5.11 氯化钾，优级纯。

5.12 硫酸溶液。量取 22.5 mL 硫酸（5.5）缓缓加入约 600 mL 水中，并不断搅拌，再加入十二烷基硫酸钠（5.8）0.5 g，搅拌至完全溶解用水定容至 1 000 mL。贮存于（0~4）℃条件下 1 周内使用。

5.13 钼酸铵溶液。称取 1.80 g 钼酸铵（5.6），溶于 800 mL 水中，缓缓加入 22.3 mL 硫酸（5.5），混匀后加入 0.05 g 酒石酸锑钾（5.9）及 0.5 g 十二烷基硫酸钠（5.8），搅拌至完全溶解后用水定容至 1 000 mL，储存于塑料瓶中。该试剂为无色透明液体，变蓝色失效。

5.14 抗坏血酸溶液。称取 15.0 g 抗坏血酸（5.7），加入水溶解并定容至 1 000 mL，摇匀。该试剂为无色透明液体，变黄色失效。

5.15 盐酸溶液。1%（v/v）盐酸溶液：量取 10.0 mL 盐酸（5.4）缓慢加入到 500 mL 水中，搅拌后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

5.16 磷标准储备液。精确称取磷酸氢二铵（5.10）4.263 5 g，加约 500 mL 水溶解后，移入 1 000 mL 的容量瓶中，加水至标线，摇匀。该溶液含磷 1 000 mg/L，贮存于（0~4）℃条件下一年内使用。亦可使用等浓度不含钾的磷标准溶液。

5.17 钾标准储备液。精确称取在（400~450）℃灼烧至恒重的氯化钾（5.11）1.906 7 g，加入约 500 mL 水溶解后，移至 1 000 mL 的容量瓶中，加水至标线，摇匀。该溶液含钾 10 mg/mL，贮存于（0~4）℃条件下一年内使用。亦可使用等浓度不含磷的钾标准溶液。

5.18 标准工作溶液。分别取磷（5.16）和钾（5.17）的标准储备液 0.0 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用 1% 盐酸溶液（5.15）定容至刻度，摇匀，配制成磷为 0.0 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L，钾为 0.0 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L、200.0 mg/L、300.0 mg/L、400.0 mg/L 的混合标准工作溶液，贮存于（0~4）℃条件下两周内使用。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品的采集、制备

按 NY/T 1121.1 规定的方法进行。

### 6.2 水分的测定

按 NY / T 52 规定的方法测定。

### 6.3 样品消解

#### 6.3.1 样品消化

称取（0.2~0.5）g 试样（精确至 0.1 mg）置于微波消解罐中，依次加入 5.0 mL 硝酸（5.3），5.0 mL 氢氟酸（5.2），旋紧密封，置于微波消解仪中。按设置的微波消解程序进行消解（参见表 1）至溶液透明。同时做空白实验。采用其它程序应验证其适用性。

表1 微波消解参考条件

步骤	预置温度 ℃	升温时间 min	控温时间 min	功率 %
1	150	5	13	55
2	175	8	14	70
3	196	3	10	75
4	190	2	2	50

### 6.3.2 赶酸

按6.3.1消解的试样和空白消解液冷却后加入1 mL高氯酸，用少量水冲洗消解罐内壁，置于温控加热板上控制温度在203 ℃左右赶酸至剩余2~3滴，冷却后用水冲洗消解罐内壁，加0.5 mL盐酸微热，冷却后转移至50 mL的容量瓶中，用水定容至刻度并摇匀，作为待测液。

### 6.4 测定

仪器稳定正常后，用标准工作溶液（5.18）分别建立磷和钾的标准工作曲线， $r \geq 0.999$ ，检测待测液中的全磷、全钾含量（6.3.2）。

## 7 结果的计算与表述

### 7.1 结果的计算

土壤全磷、全钾含量按下式计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times (1 - W) \times 10^3}$$

式中：

X 一样品中磷、钾的含量，单位为克每千克（g/kg）；

c 一样品溶液中磷、钾测定值，单位为毫克每升（mg/L）；

$c_0$  一空白溶液中磷、钾测定值，单位为毫克每升（mg/L）；

V 一样品溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

W 一样品中水分的质量分数；

m 一样品质量，单位为克（g）。

### 7.2 结果的表述

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，结果精确至0.01 g/kg。两次平行测定结果的相对标准偏差不应大于5%。

## 8 检测限、精密度和回收率

本方法的检出限、精密度和回收率实验结果参见附录B。





## 附录 B

(资料性附录)

表B.1给出了本标准的检出限、精密度和回收率。

表 B.1 检出限、精密度和回收率

名称	全磷	全钾
线性范围(mg. L <sup>-1</sup> )	0.0~40.0	0.0~400.0
相关系数 r	0.9999	0.9999
检出限 (g. kg <sup>-1</sup> )	0.01	0.05
定量限 (g. kg <sup>-1</sup> )	0.03	0.17
精密度 (n=3, RSD %)	1.13	0.66
背景值 1# (mg. L <sup>-1</sup> )	9.43	158.55
背景值 2# (mg. L <sup>-1</sup> )	7.51	270.27
加入量 1 (mg. L <sup>-1</sup> )	5.00	50.00
加入量 2 (mg. L <sup>-1</sup> )	10.00	100.00
加入量 3 (mg. L <sup>-1</sup> )	20.00	200.00
测定量 1#-1 (mg. L <sup>-1</sup> )	14.33	210.24
测定量 1#-2 (mg. L <sup>-1</sup> )	19.52	267.43
测定量 1#-3 (mg. L <sup>-1</sup> )	29.32	366.94
测定量 2#-1 (mg. L <sup>-1</sup> )	12.67	322.79
测定量 2#-2 (mg. L <sup>-1</sup> )	17.35	378.55
测定量 2#-3 (mg. L <sup>-1</sup> )	27.12	472.80
回收率 1#-1 (%)	98.0	103.4
回收率 1#-2 (%)	100.9	108.9
回收率 1#-3 (%)	99.5	104.2
回收率 2#-1 (%)	103.2	105.0
回收率 2#-2 (%)	98.4	108.3
回收率 2#-3 (%)	98.1	101.3
平均回收率 (%)	99.7	105.2



