

同一酸溶待测液中土壤全磷和全钾的测定

谢克金

(中国科学院昆明生态研究所 650223)

提 要 用 HClO_4 -HF 消解土壤样品,在同一待测液中分别用AAS测定钾,钼锶抗比色法测定磷,得到了良好的结果。全磷的回收率为95%—102%,变异系数0.47%—4.51%。全钾的回收率为98%—105%,变异系数0.37%—2.78%。本试验验证了在此消解液中测定磷的可行性,操作比分别制备全磷、全钾待测液简便快速,适用于土壤常规分析。

关键词 酸溶 同一待测液 土壤全磷 土壤全钾 测定

在常规化学测定方法中,土壤全磷测定的样品分解多采用 Na_2CO_3 碱熔法、 NaOH 碱熔法和 HClO_4 - H_2SO_4 酸溶法^[1, 2, 3]。前两种碱熔法制备的待测液也可供钾的测定,但钾的定量多用化学法或火焰光度法。如今随着火焰原子吸收分光光度计(AAS)的广泛应用,全钾也可用AAS定量。由于碱熔法制备的待测液引入了大量的碱金属盐类,它们的存在会导致分子吸收和颗粒物质的背景干扰,从而影响AAS定量的准确性。酸溶法制备的待测液盐分低、干扰离子少,有利于仪器分析。目前用于测定全磷的酸溶法有: H_2SO_4 - HClO_4 法、 HClO_4 消解法^[4]、 H_2SO_4 - H_2O_2 -HF消解法^[5]等,但这些方法不适合钾的测定(测钾结果偏低, H_2SO_4 干扰仪器测定)。在实际工作中,土壤全磷、全钾常需同时测定,为此我们试图寻找一种能供磷、钾同时测定等等。这些基础研究将为固氮菌肥料的应用提供更为直接的理论依据。文中所用菌株已制成菌肥应用于玉米、水稻、小麦等作物上,增产效果显著,故从大田生产已证实了它们具有一定的联合固氮能力。但实验室内的联合固氮系统的检测尚有待进一步研究。

参考文献

1 程萍. 固氮菌在高山玉米上的应用研究. 湖北民族

测定的酸溶法。选用全钾测定的 HClO_4 -HF酸溶法^[1]的结果表明,此法不仅适于测钾,而且测磷的结果也满意。

一、实验

(一) 主要仪器及试剂

原子吸收分光光度计和721分光光度计。

HClO_4 (AR)、HF (AR)、HCl (AR)、钾标准溶液,磷标准溶液等。

(二) 供试土壤

中国环境监测总站研制的标准土样,编号为:GSS-1 (暗棕壤), GSS-3 (黄棕壤), GSS-4 (石灰壤), GSS-5 (黄红壤), GSS-7 (砖红壤), ESS-1 (栗钙土), ESS-4 (褐土)。

(三) 测定方法

学院学报, 1992 (8): 64—69

- 2 Yao-Tseng Tchan and Peter B. New, Key to the genera of the family Azotobacteraceae. Bergey's Manual of Systematic Bacteriology 1984, 1: 220—221
- 3 Dia-guan Yu, A Study on Nitrogen Fixation (C_2H_2 Reduction) by Azorhizobium in 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid Induced Root Structures of Wheat. Aust. J. Plant Physiol. 1993, 20: 187—195

称取供试土样0.3000g于聚四氟乙烯坩锅中,加HClO₄5ml和HF5ml,加盖。置于调温电炉上低温消解1小时,去盖,蒸至HClO₄冒白烟时,取下冷却,再加HF5ml,继续加热消解(此时温度不宜过高)。待HClO₄冒白烟时,逐渐升高温度,蒸至近干(呈糊状),取下冷却。再加HClO₄3ml,消解蒸至近干(呈灰白色或淡绿色糊状物),取下冷却。加2mol/l HCl4ml,加热溶解残渣。将消解液用水洗入100ml容量瓶中,冷却后定容。待测液中的全磷用钼锑抗比色法定量;全钾将待测液稀释后用AAS定量(λ = 766.5nm)。

二、结果和讨论

通过对七个标准土样进行测定,每样平

行测定5次。测定结果的相对误差及回收率计算,均以标准土样的保证值为标准。现将结果讨论如下:

(一) 分析结果的准确度

(1) 相对误差:测定结果的准确度见表1。标准土样保证值允许的相对误差分别是,全磷:1.65%—17.80%,全钾:0.79%—5.88%。测定结果的相对误差全磷是:0.17%—16.59%,全钾是:0.40%—5.71%。其中虽然ESS-1样全磷测定结果的相对误差较大,但在允许范围内。其它测定值的相对误差均大大小于允许误差,说明测定结果是可靠的。

(2) 回收率:从回收率来看,全磷是:95%—102%,全钾是:98%—105%。根据土壤常规分析对回收率的要求(95%—

表1 测定结果的准确度

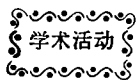
样号	全磷(P μg/g)					全钾(K%)				
	标样保证值(μg/g)	允许相对误差(%)	测定均值5次(μg/g)	相对误差(%)	回收率(%)	标样保证值(%)	允许相对误差(%)	测定均值(%)	相对误差(%)	回收率(%)
GSS—1	735±13	1.77	735	—	100	2.15±0.02	0.93	2.15	—	100
GSS—3	320±9	2.81	325	+1.56	102	2.52±0.02	0.79	2.51	-0.40	99
GSS—4	695±13	1.87	688	-1.01	99	0.86±0.03	3.49	0.84	-2.35	98
GSS—5	390±17	4.36	395	+1.28	101	1.25±0.02	1.60	1.24	-0.80	99
GSS—7	1150±19	1.65	1152	+0.17	100	0.17±0.01	5.88	0.18	+5.71	105
ESS—1	410±73	17.80	340	-16.59	84	0.17±0.06	2.76	2.12	-2.33	98
ESS—4	492±50	10.16	467	-5.08	95	2.10±0.08	3.81	2.07	-1.44	99

105%),测定结果是符合要求的。其中的允许范围内。
ESS-1样的回收率偏低,但仍在标样保证值

(二) 分析结果的精密度

表2 测定结果的精密度

样号	全磷(P μg/g)					全钾(K%)				
	五次测定结果变幅	5次测定均值X	标准差S	变异系数CV%	允许变异系数CV%	五次测定结果变幅	5次均值X	标准差S	变异系数CV%	允许变异系数CV%
GSS—1	727.3—743.1	734.8	6.29	0.86	2.50	2.14—2.16	2.15	0.008	0.37	1.32
GSS—3	318.4—329.3	324.8	5.03	1.55	3.98	2.48—2.54	2.52	0.023	0.91	1.12
GSS—4	681.7—694.6	688.0	5.07	0.74	2.65	0.82—0.87	0.84	0.019	2.26	4.93
GSS—5	388.5—404.2	394.8	6.14	1.56	6.16	1.22—1.25	1.24	0.011	0.87	2.26
GSS—7	1142—1160	1152	7.42	0.64	2.34	0.17—0.18	0.18	0.005	2.78	8.32
ESS—1	340.3—344.1	342.2	1.60	0.47	25.18	2.11—2.14	2.12	0.011	0.52	3.91
ESS—4	450.3—505.0	467.0	21.04	4.51	2.45	2.06—2.08	2.07	0.008	0.39	5.39



中国植物营养与肥料学会第四届会员代表大会

暨1994年学术年会在成都召开

来自国内30个省市和中央有关部门以及美国、加拿大的专家、学者、管理人员共213人于1994年10月16—20日会聚成都,对近年我国植物营养和肥料学的发展进行了交流与研讨。会议收到论文130余篇,23位中外学者在大会上作了报告。会议的学术交流反映出我国植物营养与肥料学的研究领域更加广阔,研究水平迅速提高。当前的植物营养与肥料研究,已由单一的作物营养管理向整个种植制度的综合营养管理发展;由平衡施肥向高效施肥发展;由研究肥料—土壤—植物三者关系向研究肥料—土壤—植物—动物—人类食物链的物质循环与平衡发展;在研究植物必需营养元素生理功能的同时,注重研究有益元素的作用与机理;在研究整个土体中养分变化与供应状况的同时,注重研究根际微生态环境与作物的吸收机制;在研究改造作物生存环境的同时,注重研究改造作物,提高作物抗不良环境胁迫的能力;在研究提高肥料增产效益的同时,注重研究施肥对农产品品质和生态环境的影响,以防止环境污染,保护人类健康。

会议肯定了第三届理事会的工作,并在

测定结果的精密度见表2。5次重复测定结果的变异系数全磷是:0.47%—4.51%全钾是:0.37%—2.78%。除ESS-4样测磷的变异系数大于保证值允许变异系数外,其余测定值的变异系数均小于保证值的变异系数,从整体看,测定结果的精密度是良好的。

参考文献

- 1 中国科学院南京土壤研究所.土壤理化分析.上海:上海科技出版社,1978

协商的基础上,选举了新的学会领导机构,刘更另院士连任学会的理事长。

这次会议受到了国内外的广泛重视与支持。四川省副省长张中伟、著名学者侯光炯院士和朱兆良院士出席了会议,国家科委副主任韩德乾、农业部副部长洪绂曾、中国工程院副院长卢良恕、老一辈科学家李庆远、陈华葵、陈恩凤、朱祖祥、国际著名植物营养学家马斯纳教授和国内有关单位、兄弟学会都发来了贺信和贺电。

与会代表认为,植物营养与肥料学是研究农业生产过程中植物、土壤、肥料、环境间相互关系,调控和改善植物营养环境的科学,是整个生物界的营养基础。当前我国出现的人口、环境、食物等方面的种种问题和改革、开放、发展的大好形势,对植物营养与肥料科学提出了挑战,也同时提供了发展机遇。我们必须迅速适应市场经济体制的要求,面向生产中的实际问题,瞄准世界先进水平,团结协作,为繁荣植物营养与肥料科学而不懈努力。

中国农科院土肥所 黄鸿翔

- 2 中国土壤学会农业化学专业委员会.土壤农业化学常规分析方法.北京:科学出版社,1983
- 3 南京农学院主编.土壤农化分析.北京:农业出版社,1980
- 4 L. E. Sommers and D. W. Nelson, Determination of total phosphorus in soil, Rapid perchloric acid digestion procedure. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 1972, 36: 902—904
- 5 R. A. Bowman. 一种快速测定土壤全磷的方法. 土壤学进展, 1991 (1), 45—47