

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2420—2013

植株全钾含量测定 火焰光度计法

**Determination of total potassium in plant—
Flame photometry method**

2013-09-10 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位为：全国农业技术推广服务中心、农业部肥料质量监督检验测试中心(石家庄)、农业部肥料质量监督检验测试中心(沈阳)、农业部肥料质量监督检验测试中心(杭州)、农业部肥料质量监督检验测试中心(郑州)、农业部肥料质量监督检验测试中心(成都)、江西省土壤肥料技术推广站。

本标准主要起草人：辛景树、郑磊、王小琳、任意、钟杭、丁蕾、季天委、刘淑桥、马红菊、魏玉娟、边武英、明亮。

植株全钾含量测定 火焰光度计法

1 范围

本标准规定了使用火焰光度计测定植株全钾含量的方法。
本标准适用于植株中全钾含量的测定。

2 规范性引用文件

下列标准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 化学试剂 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

3 原理

植株样品经硫酸—过氧化氢消煮后,溶液中钾浓度与发射强度成正比关系,用火焰光度计测定。

4 仪器和设备

- 4.1 火焰光度计。
- 4.2 消煮炉。
- 4.3 电子天平。
- 4.4 鼓风干燥箱。

5 试剂和溶液

所有试剂除注明外,均为分析纯。分析用水应符合 GB/T 6682 中三级及以上水的规格要求。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。

5.1 硫酸: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{ g/mL}$ 。

5.2 过氧化氢: $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2)\geq 30\%$ (优级纯)。

5.3 钾标准贮备液 $[\rho(\text{K})=1\ 000\text{ mg/L}]$:准确称取经 110°C 干燥 2 h 的氯化钾(优级纯)1.906 7 g,用水溶解后,定容至 1 000 mL。

5.4 钾标准溶液 $[\rho(\text{K})=100\text{ mg/L}]$:吸取 10.00 mL 钾标准贮备液(5.3),定容至 100 mL。

6 分析步骤

6.1 样品制备

6.1.1 预处理

采集到的植株如需洗涤,应在刚采集的新鲜状态时先用湿棉布擦净表面污染物;然后,用水淋洗 1 次~2 次后,尽快擦干。

6.1.2 新鲜植株制备样品

将新鲜植株剪碎,用四分法缩分后,立即在 $80^\circ\text{C}\sim 90^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中烘 15 min~30 min 杀青,降温至 $60^\circ\text{C}\sim 70^\circ\text{C}$,烘干至易磨碎状态。样品稍冷后立即粉碎,使之全部通过 0.25 mm 筛,密封备用。

6.1.3 风干植株制备样品

将植株剪碎,用四分法缩分后铺成薄层,在 60℃~70℃的鼓风干燥箱中干燥约 12 h 至易磨碎状态。样品冷却后立即粉碎,使之全部通过 0.25 mm 筛,密封备用。

6.2 试液制备

6.2.1 从 6.1 操作所得样品中称取试样 0.25 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于消煮管底部(勿将样品黏附在管壁上)。

6.2.2 用水将样品浸润,10 min 后加入 8 mL 硫酸(5.1),轻轻摇匀,在管口放置一弯颈小漏斗,静置 2 h 以上。

6.2.3 在消煮炉内 250℃ 条件下,加热约 10 min。当消煮管冒出大量白烟后,再将消煮炉升温至 380℃,至消化溶液呈均匀的棕褐色时取下。稍冷却后,逐滴加约 2mL 过氧化氢(5.2)至消煮管底部,摇匀。再加热至微沸,持续约 10 min,取下冷却,再加过氧化氢(5.2),继续消煮。如此重复多次,过氧化氢滴入量逐次减少,消煮至溶液呈清亮,再加热 30 min 以上,以赶尽剩余的过氧化氢。

6.2.4 将消煮管取下,冷却至室温后,用少量水冲洗漏斗,洗液流入消煮管。将消煮液转移至 100 mL 容量瓶中,冷却后定容,摇匀,干过滤后备测。

6.3 试样测定

吸取 6.2 步骤中所得试样溶液 10.00 mL~20.00 mL 放入 50 mL 容量瓶中,定容。与标准溶液系列同条件下进行测定。

6.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤按 6.2 和 6.3 的规定操作。

6.5 标准曲线绘制

用移液管分别吸取钾标准溶液(5.4)0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 和 15.00 mL,分别置入 50 mL 容量瓶中,加入与试样测定同体积的空白消煮液,定容,即得钾含量分别为 0.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L 和 30.00 mg/L 的标准溶液。用火焰光度计测定,绘制标准曲线。

7 水分含量测定

从 6.1 操作所得样品中称取试样 2 g(精确至 0.001 g),置于已知质量的铝盒或称量瓶中,于烘箱中在(105±2)℃ 条件下烘 2 h。取出后,立即转移入干燥器中冷却至室温,称重,计算水分含量。

8 结果计算

植株中全钾(K)含量 ω 以质量分数(g/kg)表示,按式(1)计算

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times D \times 10^{-3}}{m \times (1 - f)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——从标准曲线求得的试液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——从标准曲线求得的空白液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——测定体积,单位为毫升(mL);
- D ——分取倍数,定容体积与分取体积之比;
- 10^{-3} ——mL 与 L 换算系数;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——试样水分含量。

平行测定结果用算术平均值表示,保留两位小数。

9 精密度

平行测定结果允许相对相差 $\leq 10\%$ 。
