

京山市草木灰营养成分检测 重金属元素测试

产品名称	京山市草木灰营养成分检测 重金属元素测试
公司名称	江苏广分检测技术有限公司销售部
价格	1000.00/次
规格参数	草木灰营养:重金属元素测试 周期:5-7天 检测范围:全国
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	0512-65587132 13906137644

产品详情

草木灰营养成分检测 氮磷钾指标检测

一、分析意义

草木灰对补充土壤钾和磷促进作物养分平衡有重要意义。钾和磷的含量是评价草木灰肥料品质的重要指标。

二、草木灰中磷的测定(钒钼黄比色法)

1、方法选择的依据

草木灰中磷素能溶于溶液中，再以钒钼黄比色法(系统)测定其含磷量，测定范围为 $1\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \sim 25\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ (P)。此法对酸度的适应范围较广，显色稳定，再现性好。介质中都适用。唯灵敏度稍低。

2、方法原理

草木灰肥中磷素用溶解，磷与钒钼酸铵生成稳定的磷钼杂多酸黄色络合物进行比色测定。植物样品经 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 消煮分解，植物中的氮、磷是以有机态为主，钾则以离子态存在。用浓 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 氧化剂消煮植物样品时，其中的有机物经脱水碳化、氧化分解，变成 CO_2 和 H_2O ，使有机氮和磷转化为铵盐和磷酸盐，可在同一份消煮液中分别测定全氮、磷、钾(见磷、钾测定)，而且该消煮液对于蒸馏、扩散和比色等定氮方法均适用。

消煮液中的铵盐在碱化后成为 NH_3 ，经扩散(或蒸馏)，用 H_3BO_3 溶液吸收，直接用酸溶液滴定，以甲基

红一溴甲酚绿混合指示剂指示滴定终点，即由蓝变紫红色。由此计算含氮量。标准待测液中的正磷酸与偏钒酸和钼酸在酸性条件下能生成黄色的三元杂多酸(钒钼磷酸)，其组成有人认为可能是 $P_2O_5 \cdot V_2O_5 \cdot 22MoO_3 \cdot nH_2O$ ，溶液黄色的深度与磷含量成正比，可用比色法定量磷。

此法的优点是显色快，黄色很稳定，在24 h内无显著变化；要求显色酸度范围很宽，极限是 $0.04 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \sim 1.6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，是 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \sim 1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，在 HNO_3 、 HCl 、 $HClO_4$ 、 H_2SO_4 等介质中都可适用；干扰离子少，特别是 Fe^{3+} 和 Si 的允许存在量远高于钼蓝法；操作简便快速，准确度和重复性较高，相对误差为 $1\% \sim 3\%$ ；适测范围广，约为 $1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} \sim 20 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} \sim P$ ，吸收波长选择：

比色时选用的波长 (nm) 400 440 470 490

浓度范围 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) 0.25 ~ 5.5 2.0 ~ 15 4.0 ~ 17 7.0 ~ 20

3、仪器及设备

分光光度计；开氏瓶(50 mL)或消煮管；远红外电热消煮炉；半微量定氮蒸馏器。半微量滴定管(5或10mL)。

4、试剂

(1) $p=1.19 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ，分析纯。

(2) 1:2溶液:1体积浓与2体积水混合。

(3) 一钒钼酸铵显色剂的配制。

1:2溶液1000mL；偏钒酸铵 $[(NH_4VO_3)]=2.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 3溶液:2.5g偏钒酸铵溶于500 mL沸水中，冷却后加20mL，然后稀释至1000mL；钼酸铵溶液 $\{p[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O] = 50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}\}$:50g钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ，分析纯]溶于800 mL温水中($50^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$)，冷却后稀释至1000 mL，将上述三种溶液按顺序以1:1:1混合，贮于棕色瓶中备用，可保存1年左右。

(4)磷标准溶液的配制：磷(P)标准溶液 $[p(P)=50 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}]$ 。

5、操作步骤

(1) 待测液的制备

称取过1mm筛的样品1g左右(至0.0001g)放入100mL高型烧杯中，用少量水使之湿润样品，盖上表面皿，慢慢加入5mL，防止气泡飞溅，待反应微弱后，加15mL水煮沸15min，在煮沸过程中不断加水，保持液面高度不变，然后将溶液全部转入100 mL容量瓶中，用水冲洗烧杯及表面皿，定容，用无磷干滤纸过滤于三角瓶中备用。此待测液中浓度约为 $c(HCl)=0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，可供磷、钾测定。

(2) 测定

吸取待测液5.00mL于50 mL容量瓶中，加入1:2溶液5 mL，再加入15mL-钒钼酸铵显色剂，定容摇匀30min后在分光光度计上选用490nm波长，1cm光径比色杯比色，同时作空白校正。

(3) 标准曲线的绘制

吸取含磷 $p(P)=100\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的标准液0.0mL、0 mL、2.mL、4.mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0mL、于50mL容量瓶中，同时加入1，2溶液5 mL,-钒钼酸铵显色剂15mL，用水定容，即为含磷(P) $0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $2\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $4\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $8\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $12\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $16\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $20\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准系列，30 min后进行比色，以吸光度为纵坐标，浓度值为横坐标，绘制标准曲线。

6、结果计算

式中: (P)——植物中全磷的质量分数，%;

P——测得显色液中磷的质量浓度， $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ；

V——显色液体积，mL;

m ——烘干样品质量，g;

ts——分取倍数。

三、草木灰中钾的测定（浸提-火焰光度法或原子吸收法）

(一)火焰光度法

1、方法原理

植物中的氮、磷是以有机态为主，钾则以离子态存在。用浓 H_2SO_4 - H_2O_2 氧化剂消煮植物样品时，其中的有机物经脱水碳化、级化分解.变成 CO_2 和 H_2O ,使有机氮和磷转化为铵盐和磷酸盐，可在同一份消煮液中分别测定全氮、磷、钾(见磷、钾测定)。而且该消煮液对于蒸馏、扩散和比色等定氮方法均适用。