

应用测硅系统

消煮液测定植株全氮的初步研究

赵兰珍 张洁 徐力 何琦 周健 付丹红

(吉林省农科院土肥所公主岭土壤测试中心)

植物全氮的分析对了解植物的品质,了解植物与土壤的供求状况是十分重要的分析项目之一。常采用的分析方法有重铬酸钾—硫酸消化法,过氧化氢—硫酸消化法,高氯酸—硫酸消化法以及其它一些分析方法^[1]。全氮熔样过程中使用的催化剂的种类也很多^[2],美国化学分析家协会^[3]采用的 K_2SO_4 和 HgO 被认为是国际标准法,而苏联则采用 $K_2SO_4-CuSO_4-Se$ 做为标准方法,而我国则多采用 $K_2SO_4-CuSO_4$ 做为混合催化剂。

植物测氮的熔样方法固然很多^[4]。但其各种方法的测定效果如何,可靠性及精密度又如何,未见有过系统的报道。本试验采用测硅系统消煮液为主的两组不同的熔样方法进行了氮的对比试验。

一、试验材料与方法

(一) 试验材料

本试验采用了两组试验材料,其一为10个不同时期的水稻叶片,其二为10个不同时期的水稻茎秆。

(二) 试验测定方法

1. 植物前处理

水稻叶片与茎秆切碎烘干后(65°C),磨细(18号筛),备用。

2. 熔样

(1) $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮法:称取0.1克左右样品于消煮管中,加入3毫升浓 H_2SO_4 ,先温火消煮待发烟后升高温度,呈均匀棕黑色时取下冷却,加入2毫升 H_2O_2 继续消煮,反复数次后直至消煮透明,待蒸馏。

(2) $H_2SO_4-CuSO_4-K_2SO_4$ 消煮法:称取0.1克左右样品于消煮管中,加入3毫升浓 H_2SO_4 及1.2克 $CuSO_4-K_2SO_4$ 混合粉,升温(380°C)消煮至浅绿色,继续消煮30分钟,待蒸馏。(3)测硅的系统待测液测氮法:称取样品1克左右,加入 $H_2SO_4-H_2O_2$ 同(1)法直至透明,冷却后用滤纸过滤到250毫升容量瓶中,滤渣用稀热盐酸淋洗,再用热蒸馏水淋洗至无氯离子反应为止。滤渣用重量法测硅,滤液做为测氮及其它矿质全量用。(4) $H_2SO_4-H_2O_2$ 用在第二组中方法同(1),只是称样0.5克左右,消煮好后透明液转移到250毫升的容量瓶中,定容后,吸取部分待蒸馏。

3. 蒸馏

本试验蒸馏定氮选用了瑞典telator公司1003型半自动凯氏定氮仪。

第一组试验是消煮透明后直接蒸馏定氮，第二组试验是吸取5—10毫升待测液蒸馏定氮。

二、试验结果与讨论

本试验的第一组材料用 $H_2SO_4-CuSO_4-K_2SO_4$ 消煮法与 $H_2O_2-H_2SO_4$ 消煮法直接蒸馏做了对比试验，第二组材料选用 $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮法与 $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮测硅系统待测液法，吸取5—10毫升待测液蒸馏定氮做了对比试验，其测定结果见表1及表2。

(一)从表1中所见，经统计测验表明⁽⁵⁾，第一组采用的 $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮法与 $H_2SO_4-CuSO_4-K_2SO_4$ 消煮法，两种不同的熔样方法所测氮的结果无明显差异，测定结果一致。说明两种方法均可靠。

表1 不同方法测氮结果比较

编 号	方 法	$H_2SO_4-H_2O_2$	$H_2SO_4-CuSO_4-K_2SO_4$
	项 目	全N(%)	全N(%)
1		2.2717	2.3716
2		2.3512	2.4185
3		2.2971	2.2954
4		2.3932	2.4086
5		2.4082	2.4202
6		2.2496	2.3322
7		2.0281	2.0965
8		2.4313	2.4614
9		2.2102	2.2507
10		2.6176	2.6970
样本数 n		10	10
平均值 X		2.3258	2.3752
标准差 S		0.1563	0.1554
F 值		1.0112	
t 值		0.6686	

表2 不同方法测氮结果比较

编 号	方 法	$H_2SO_4-H_2O_2$	测硅系列溶液
	项 目	全N(%)	全N(%)
1		2.0498	2.0978
2		1.8912	1.8168
3		1.9078	2.0737
4		1.6489	1.6029
5		2.1363	2.1132
6		3.2555	3.2317
7		3.0349	3.0165
8		1.9873	2.0066
9		2.7592	2.7498
10		3.0026	2.9964
样本数 n		10	10
平均值 X		2.3674	2.3660
标准差 S		0.5816	0.5754
F 值			1.0217
t 值			0.0107

* $df_1=9$ $df_2=9$ $F=3.27$ $df_1+df_2=18$
 $t_{0.05}=2.101$ $t_{0.01}=2.878$

(二)从表2中所见，经用统计分析

第二组材料用 $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮法与测硅的系统 $H_2SO_4-H_2O_2$ 消煮法，所测氮的结果也没有明显差异，两方法测定结果均一致。

(三)用 $H_2SO_4-H_2O_2$ 测硅的系统待测液测氮，快速省时，滤渣用重量法测硅，滤液又可测植物的其它矿质元素，尤其适用于大批量的植物矿质全量分析。

(四)根据植物测定元素的不同要求，可任选其快速、省时的熔样方法，以达到不同的要求。如单项测氮的植物样本，可选用 $H_2SO_4-CuSO_4-K_2SO_4$ 熔样，直接蒸馏法定氮。如同时需测氮磷钾的植物样本可选用 $H_2SO_4-H_2O_2$ 熔样方法，分别测定氮磷和钾元素。如果需要测氮的同时做矿质全量分析，最好选用 $H_2SO_4-H_2O_2$ 测硅系统待测液，而不选用三酸($H_2SO_4-HNO_3-HClO_4$)熔样法，因后者测硅时易喷溅引起损失。

(下接第87页)

