

YL—8960型低温联合消解仪的研制

卢明远 杨玉兰

王玉连 陈喜才

(中国科学院沈阳应用生态研究所)

(国营江苏电分析仪器厂)

摘 要

本文介绍了供测定土壤(植物)全氮、全磷和全钾用的低温联合消解仪(YL—8960型)的原理、结构、精度和使用方法。

19世纪末叶, Kjeldahl, J. Lawyence, Smith等相继提出了土壤全量N、P、K的分析方法。近100年来, 其分析检测技术虽有提高和发展, 但是, 上述3元素试样的前处理(熔融或消化等) 仍无较大改观。试样前处理的时间与最后检测的时间为5:1至20:1。况且尚无3元素一次性联合消解方法及仪器, 严重影响了分析速度。我们经过8年时间近万次的实验, 摸出了在80℃—260℃条件下, 对土壤、植物试样进行一次性低温联合消解的方法、原理和装置。

一、原理与结构

YL—8960型仪器由控温器、恒温箱、消解管、排污系统组成。控温器由大规模集成电路和其它电讯元件组成全数字化红色LED显示的控制仪表, 控温精度为 $\pm 3^\circ\text{C}$, 温度给定用数码拨盘开关, 由于数字直观, 可减少给定温度误差, 可在0~280℃内任意给定温度。当传感器热敏电阻阻值受工作场所温度变化而变化时, 温度信号由传感器送到桥路网络, 然后

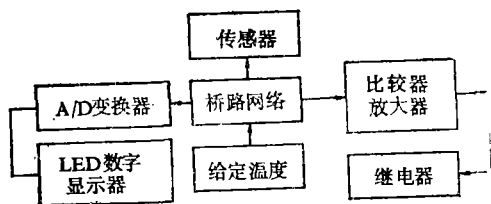


图1 电路方框图

产生控温信号和测温信号, 控温信号送往比较器和放大器线路, 以控制继电器, 当温度尚未达到给定温度时, 继电器线圈中有电流通过而吸合, 使外接电热器加热; 当溶液达到或高于给定温度时, 继电器线圈中没有电流通过而释放, 外接电热器停止加热。桥路网络中测温信号送到A/D变换器, 最后由

LED t段发光二极管显示实际温度(图1)。

恒温箱由40孔($\phi 27\text{mm}$) 铝锭作为加热体, 5根电热棒加热, 功率1800W, 周围用最新绝缘保温材料——玻璃纤维保温, 因而保温性能高、升温快、热平均性好、绝缘强度高。

40个试样消解管由聚四氟乙烯塑料特制而成, 长160mm, 直径25mm, 内外壁光滑, 不沾污, 便于试样全部消解与清洗, 且经久耐用。

排污系统由40个聚四氟乙烯塑料罩盖在消解管上端口面、联通排出废气, 废气经冷凝器冷凝、再与吸收器内装的10% NaOH溶液中和, 最后由减压泵将处理后的气体排入空气中。所以不用通风橱也不会产生二次环境污染。

土壤、植物等试样在特制的聚四氟乙烯消解管中, 于80℃~260℃条件下与消解液共热

消解。试样中全量 N、P、K 99% 以上可以分别转化为 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、 H_3PO_4 及 K_2PO_4 等供检测的化合物。可直接进行 3 元素的分析检测, 结果符合国家标准 GBW08302(表 1)。

表1 全国各主要土壤全量 N、P、K 分析结果

样号	土壤名称	采集地	N(%)		P(%)		K(%)	
			H ₂ SO ₄ 法	联合消解	Na ₂ CO ₃ 法	联合消解	NaOH法	联合消解
1	碳酸盐土	西藏水曲县	0.18	0.18	0.059	0.060	1.91	1.92
2	黄壤	四川边马县	0.70	0.69	0.063	0.063	1.80	1.80
3	水稻土	广西防城县	0.07	0.07	0.011	0.011	0.80	0.80
4	盐化灰棕壤	甘肃敦煌县	0.06	0.05	0.043	0.043	1.97	1.98
5	灰棕壤	云南丽江地区	0.29	0.28	0.016	0.016	1.90	1.91
6	暗栗钙土	内蒙昭盟林西县	0.12	0.12	0.024	0.023	2.70	2.74
7	白浆土	黑龙江宝清县	0.14	0.14	0.025	0.025	2.31	2.33
8	灰棕荒漠土	新疆柴达木	0.11	0.11	0.058	0.029	2.59	2.60
9	氯化物盐土	辽宁大洼县	0.24	0.24	0.036	0.037	2.98	2.99
10	黑砂土	云南江华县	0.48	0.47	0.066	0.065	3.34	3.40
11	黑土	黑龙江海伦县	0.47	0.47	0.180	0.180	2.88	2.88
12	棕壤	山东邹县	0.10	0.10	0.015	0.015	3.00	3.00
13	褐土	本所实验地	0.21	0.21	0.099	0.099	2.58	2.58

二、使用方法

本仪器除适用于土壤、植物全量 N、P、K 的消解处理外, 还可用于种子、瓜果、建材等全量 N、P、K 的消解, 以及有机质、各种微量元素和易挥发元素的消解处理。对土壤试样进行消解的方法是:

1. 称取过 0.25mm 筛孔 105℃ 烘干土样 0.5000g 于消解管中(消解管必须清洗干净, 低温 80℃ 烘干后再用)。

2. 首先向消解管中加 H₂SO₄ (96~98%) 4 ml, 并与试样摇混(用小橡皮塞盖上消解管)。

3. 用塑料滴管加 HF (37~40%) 0.2ml 左右(2 至 3 滴), 与试样摇混。10 分钟后再加 HF 0.12ml 左右, 再次摇混。如此反复 5~6 次, 使 HF 总量达到 0.7ml。

4. 最后加入 HClO₄ (70%) 0.1ml 左右(2 滴), 摇匀后放置过夜。

5. 将消解管置于消解仪的孔中, 盖上排污器, 启动电源、气泵开关, 然后分别给定 80℃、100℃、120℃、140℃ 各恒温 15 分钟, 接着给定 160℃、180℃、200℃ 各恒温 10 分钟, 最后直接给定 260℃ 恒温 90~120 分钟。待试液由黑色变为灰色(冷却后呈微蓝绿色), 即消解完毕, 关闭电源开关。

6. 取下消解管、冷至室温, 用带胶皮的玻璃棒及蒸馏水把消解液、物全部洗入 100ml 容量瓶中, 冷却定容至 100ml, 摇匀待测。

7. 上述消解后的待测液可直接用火焰光度法测全钾。取上清液 5~10ml 用钼锑抗比色法分析全磷。

8. 用蒸馏法或流动注射比色分析法测全氮。

三、讨 论

(一) HClO_4 用量对 N 测定结果的影响

实验分两组, 每组 8 份试样中, 分别加入不等量的 HClO_4 (0~1.0ml), 然后加 H_2SO_4 消解, 其中一组在 40 分钟内, 快速加热升温至 290°C 消解; 另一组在 1 小时 30 分钟内分档升温至 260°C 消解。最后测其 N 的回收率(图 2)。

(二) HF 用量对 K 测定结果的影响

取黑土和草甸棕壤各 7 份, 每份 0.5000g, 在其它条件相同情况下, 改变 HF 的用量 (0~1.0ml), 260°C 消解后测 K 的含量(图 3)。同时与常规法 NaOH 溶样法比较, 结果也相符。

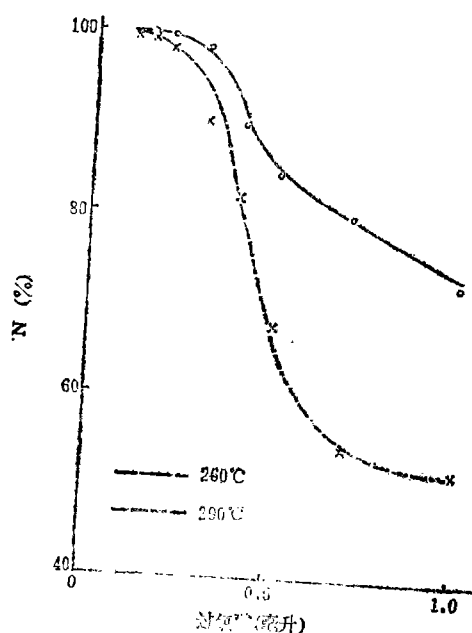


图 2 HClO_4 用量对 N 测定结果的影响

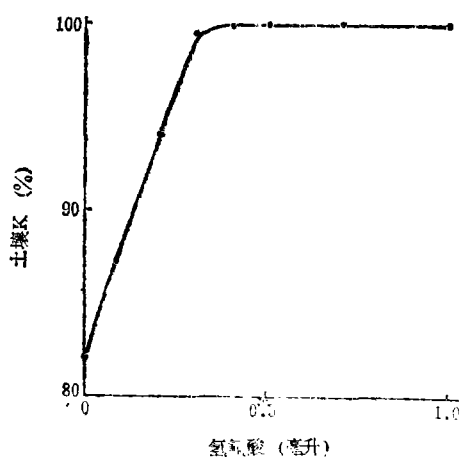


图 3 氢氟酸用量对钾测定结果的影响

(三) YL—8960 型低温联合消解仪除独具 3 元素一次性低温联合消解之功效外, 还具有结果准确、操作简单、消解快速、高效低耗之优点。是目前土壤、植物等全量 N、P、K 分析最为理想的消化方法。