

硫酸-过氧化氢消化法测定植株氮磷钾方法的改进

张山泉¹ 陈川¹ 徐沐¹ 殷士学^{2*}

(1 江苏省淮阴市淮阴地区农科所 淮阴 223700; 2 扬州大学农学院农学系 扬州 225009)

IMPROVEMENT IN SULFURIC-ACID-HYDROGEN-PEROXIDE ASSIMILATING METHOD FOR DETERMINATION OF NPK IN PLANT

Zhang Shanquan¹ Chen Chuan¹ Xu Shu¹ Yin Shixue²

(1 Huaiying Prefecture Agricultural Research Institute, Huaiying City, Jiangsu Province, HUAIYING 223700,

2 Agriculture Department, Agricultural College, Yangzhou University, YANGZHOU 225009)

植物体内 NPK 元素的含量, 分布及其相互比例, 是土壤肥力及植株营养状况的良好指标, 因而在农业科学研究中常需进行大批量植物组织样品的 NPK 含量的测定。

植株 NPK 含量的测定, 现在一般采用硫酸-过氧化氢 ($\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$) 消化法^[1,2]。其操作过程是: 先用浓硫酸在高温下消煮植物样品, 待样品中大部分有机物分解后, 再次逐滴加入 30% 的 H_2O_2 进一步氧化有机物, 直到样品消煮清澈。该法强调 H_2O_2 不能过早加入, 一次加入量不能过多, 否则会产生过多的气泡造成样品损失。该法的优点是同一消化液可供测定多种养分含量, 消化完全、一般没有 N 素损失、结果重现性较好。但也存在一些不足。实践表明, 为了消化完全而又避免 N 素损失, 每个样品需要加 3~5 次 H_2O_2 才能使消化液清澈。这对大批量样品来说, 仍然烦琐耗时。此外, 目前许多实验室使用远红外消化炉及其配套的消化管, 这种消化管缓冲容积较小, 滴加 H_2O_2 时稍有不慎就会发生样品溢出。为了克服 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 消化法的这一不足, 进行了一点改进, 现介绍如下:

1 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 消化液制备

量 200ml 30% H_2O_2 于 100ml 烧杯中, 将烧杯置于流动冷水浴中, 缓慢加入浓硫酸 500ml, 边加边缓慢摇动烧杯, 尽量控制溶液温度在 50°C 之内。加入浓硫酸时不宜用玻棒激烈搅动, 以防止 H_2O_2 分解。

2 消化过程和方法

称烘干粉碎植株样品 0.2000g 于消化管内, 用滴管加 1ml 蒸馏水使样品湿润, 用定量加液器加入消化液 5ml。此时管内迅速产生大量气体, 消化液沸腾, 固体颗粒很快被分解溶化, 管内液体呈无色或浅黄色透明状。待管内不再有气泡发生时(1~2 分钟)即可置电炉上消煮。

消化管内容物在电炉上很快沸腾, 液体也由无色或浅黄色变为黑褐色。继续消煮 30~40 分钟至管内硫酸回流, 消化管内容物呈透明的棕黄色, 取下稍冷, 滴加 30% H_2O_2 2~4 滴, 消化液即变为无色透明, 再继续消煮 3~5 分钟即可结束。

操作注意事项同原方法^[1,2]

3 改进的消化方法与原消化方法比较

选用几种不同类型的植株样品, 采用两种方法进行消化。原方法参考文献[1]; 改进方法即本文介绍的方法。消化后 N、P 的测定方法相同: 全 N 用蒸馏滴定法^[1]; 全 P 用钼锑抗比色法^[1], 测定结果见表 1。将表 1 数据进行平方根转换后进行 t-测验, 结果示于表 2。表 2 表明: 用改进的 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 消化法处理样品, 与原法比较无显著差别(方法间无显著差异)。

改进的方法因为 H_2O_2 和 H_2SO_4 在低温下同时加入样品, 这不仅减少了高温时加 H_2H_2 的次数、简便操作、节省时间, 而且因为温度低而有效地防止了消化物溢出。由于开始消化时, 管内硫酸浓度低,

*通讯作者。

液体温度不高，虽然管内仍有较多 H_2O_2 存在，也不会造成 N 素损失。采用改进的方法，在高温阶段只需加 1 次 H_2O_2 便可消煮清澈。

改进的 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 消化法耗用 H_2O_2 较多，而 H_2H_2 中(A、R 级)含有一定的 P 和 N，注意用空白处理加以扣除。

表 1 两种消化方法测定植株全 N 的结果比较

样品	重复	样品全 N 测定值 (N%)		样品全 P 测定值(P ₂ O ₅ %)	
		改进法	原方法	改进法	原方法
稻 草	1	0.624	0.624	0.150	0.153
	2	0.625	0.609	0.155	0.148
	3	0.647	0.652	0.155	0.157
	平均值 $\bar{x}$	0.632	0.628	0.153	0.153
	变异系数(c · v %)	2.1	3.5	1.89	2.95
	相对偏差(%)*	0.6		0.0	
麦 粒	1	2.69	2.69	0.825	0.834
	2	2.64	2.70	0.854	0.827
	3	2.72	2.69	0.838	0.847
	平均值 $\bar{x}$	2.69	2.69	0.839	0.836
	变异系数(c · v %)	1.5	0.14	1.73	1.21
	相对偏差(%)*	0.0		0.36	
轻麻茎叶	1	3.57	3.59	0.549	0.549
	2	3.59	3.64	0.550	0.540
	3	3.61	3.65	0.563	0.561
	平均值 $\bar{x}$	3.59	3.62	0.554	0.550
	变异系数(c · v %)	0.59	3.7	1.41	1.56
	相对偏差(%)*	-2.30		0.73	
梨树叶片	1	2.02	1.92	0.318	0.306
	2	2.02	1.97	0.315	0.307
	3	2.01	2.01	0.316	0.303
	平均值 $\bar{x}$	2.02	1.96	0.316	0.305
	变异系数(c · v %)	0.42	2.3	0.48	0.68
	相对偏差(%)*	2.60		3.6	
大 豆	1	6.61	6.66	1.313	1.293
	2	6.56	6.65	1.315	1.309
	3	6.60	6.61	1.331	1.326
	平均值 $\bar{x}$	6.59	6.64	1.320	1.315
	变异系数(c · v %)	0.40	0.40	0.75	0.75
	相对偏差(%)*	-0.75		0.38	

* 相对偏差= (改进法测得的平均值－原方法测得的平均值) /原方法测得的平均值。

表 2 t-测验结果

变异来源	df	SS	MS	F	P
方法间 (A)	1	0.0000448	0.0000448	0.799	0.30056
氮磷间 (B)	1	12.4918	12.4918	223060**	0
样品间 (C)	4	10.4478	2.61194	46640**	0
A × B	1	0.0000719	0.0000719	1.28	0.26403
A × C	4	0.000594	0.000149	2.6524*	0.04698
B × C	4	1.86441	0.466103	8323**	0
A × B × C	4	0.000260	0.0000649	1.16	0.34322
误差	40	0.00224	0.000056		
总变异	59	24.8072			

参考文献

1 蒋式洪. 植株水分、干物质、粗灰分和氮、磷、钾全量分析. 见：鲁如坤主编. 土壤农业化学分析方法. 北京：中国农业科技出版社，2000, 302~316

2 史瑞和. 土壤农化分析. 北京：农业出版社，1986, 212~219