农业环境保护 xZZEs xΔoΓp HyΓz —yΓB
ΞΥ63μσ2 0χ63 2 1 σ2 8ξ0 φ638σπsχ3 2

蔬菜中总磷、总氮联合消解方法的研究

杨广杏 陈桂枝 钟远清

（中山大学环境科学研究所，广州 BxrwyΔBp

摘 要 选择小白菜和通心菜作为研究样品， 在高温（xyrw—xyA ℃）高压 oxwrwE×xwA—xy wΔ×xwA φξp 条件下，采用浓度为 wrwx 1 30v ∂ 的过硫酸钾作为氧化剂，进行总磷（αφ）、总氮（αϑ）联合消解的研究，并按常规消解方法进行对比试验。结果表明，本文提供的联合消解法与常规消解法的αφ、αϑ 平均相对偏差分别为 xwZ%、wrwΔΓ%，平均加标回收率分别为 ZBwZB%、ZxwrwΓ%。精密度试验结果表明，αφ、αϑ 的标准偏差分别为 xwZ×xw⁻⁴ 和 Z×xw⁻⁴，变异系数分别为 EwxΓ%和 EwAx%。

关键词 蔬菜 总磷 总氮 消解

在测定蔬菜中总磷oαφp、总氮oαϑp之前必须对样品进行消解转化的处理。也就是说，将样品中的氨氮、亚硝酸盐氮和有机氮化合物氧化为硝酸盐，将缩合磷酸盐（如焦磷酸盐、偏磷酸盐和多聚磷酸盐）和有机磷化合物氧化为正磷酸盐的处理步骤是及其重要的。

目前对蔬菜中总磷、总氮的监测，通常是采用 $\Phi_{y}s\ \phi_{A}$—$\Omega_{y}s\ \phi_{A}$ 进行总氮的消化处理，紫外分光光度法测定。而总磷的消化是采用硝酸镁消解法，氯化亚锡还原光度法测定。这些方法耗时费力，操作麻烦。本法采用碱性过硫酸钾联合消解法，即在同一个反应容器中，用同一种试剂，同时进行αφ、αϑ 的消解反应。

x 仪器与试剂

xwx 仪器

δTη—ExrwP$_{y}$ 型紫外分光光度计，Δyy 型分光光度计，手提式高压消毒器。

xwy 试剂

硝酸钾标准溶液 HI$_{9}$ Kxrwv$_{\mu}$υv 1 ∂；

磷酸盐（$\Omega\Phi_{y}\phi\phi_{A}$）标准溶液 HII$_{4}$ KBrwrwx μυv 1 ∂；

碱性过硫酸钾溶液 H wrwx 1 30v ∂ $\Omega_{y}s\ _{y}\phi_{E}$—ϑξφΦ；

钼酸铵溶液 H 将 EwyBυ 钼酸铵溶于 ΔB 1 ∂ 水中，另量取 xrwv 1 ∂ 浓 $\Phi_{y}s\ \phi_{A}$ 缓缓注入 zrwv 1 ∂ 水中。冷却至室温后，将钼酸铵溶液在搅拌下注入硫酸溶液中，加水至 Brwv 1 ∂；

氯化亚锡溶液 H 称取 wrwBυ s 2 ΠI$_{y}$，加 y wB 1 ∂ 浓盐酸，完全溶解后，加水至 yB 1 ∂；

x+Z 盐酸；

混合磷、氮标准使用液 H 分别取硝酸钾标准溶液 yrwrwx 1 ∂、磷酸盐标准溶液 Awrwx 1 ∂ 于 xrwv 1 ∂ 容量瓶中，用水稀至刻度。此溶液浓度为 yrwμυ ϑv 1 ∂、yμυφv 1 ∂。

y 仪器工作参数

见表 x。

表 x 仪器工作参数

工作参数	αφ	αϑ
分析波长	Δrwv 1	yyrw 1 syΔB 1
光源	溴钨灯	氘灯
仪器带宽	y2 1	y2 1
比色皿	yπ1 玻璃比色皿	xπ1 石英比色皿

收稿日期 HxZZΔ—xx—zw

z 反应机理

过硫酸钾在Γw ℃以上的水溶液中，分解成氢离子和氧。x 1 30v∂ 的Ωys y ϕ E 分解生成y 1 30v ∂ 的氢离子。本反应在加热条件下放出氧，是不可逆反应，如果采用碱性过硫酸钾作为氧化剂，氢氧化钠的加入，中和了产生的Φ+，使反应继续进行。也就是说，加入ϑξϕΦ 促进过硫酸钾进一步分解，达到完全分解的程度。本法采用wux 1 30v ∂ Ωys y ϕ E—ϑξϕΦ 作为氧化剂，在压力为xwuE×xwA—xy uΔ×xwA ϕξ，温度为xyw—xyA ℃下，反应wuBφ。由于反应开始时溶液呈碱性，随着温度升高，过硫酸钾分解产生大量Φ+，使溶液呈酸性。这样就能依次完成样品中氮磷的消解转化过程。

A 操作程序

Aux 标准系列的配制

表y 标准系列的配制 o 1 ∂p

管 号	w	x	y	z	A	B	Γ
混合标准溶液	w	x uw	y uw	Auw	Γuw	Euw	xwuw
无氨水	yB	yA	yz	yx	xZ	xΔ	xB
碱性过硫酸钾	xw	xw	xw	xw	xw	xw	xw

于Δ 支Bw 1 ∂ 具塞比色管中，按表y 中所列数量加入试剂，加盖摇匀后用纱布扎紧管口，防止消化过程中Ωys y ϕ E 分解出的氧气逸出。将比色管置于高压消毒器中，等锅内压力达到xwuE×xwA ϕξo 相应温度为xyw ℃) 时保持wuBφs 停止加热。待压力表指针降至零后，取出放冷。用水稀释至Bw 1 ∂。另取一套yB 1 ∂ 比色管分别取yB 1 ∂ 消解液。分别加入x+Z 盐酸溶液x 1 ∂，摇匀，注入xπ1 石英比色皿中，于紫外分光光度计上进行αϑ 测定。将Bw 1 ∂ 比色管中剩下的yB 1 ∂ 消解液分别加入钼酸铵溶液y uB 1 ∂，摇匀，再加入wuB 1 ∂ 氯化亚锡溶液。摇匀，xB 1 χ2 后在Δyy 型分光光度计上进行αϕ 的测定。

Auy 样品的测定

称取y uwv 经风干、粉碎、过筛的蔬菜样品，置于Bw 1 ∂ 具塞比色管中，加入yB 1 ∂ 水使样品充分润湿后加入xw 1 ∂ 氧化剂溶液。立即加盖摇匀，用纱布扎紧管口，置高压消毒器内在xwuE×xwA—xy uΔ×xwA ϕξ 压力和xyw—xyA ℃下消解wuBφ。停止加热，等冷却后取出过滤，滤液用水稀至Bw 1 ∂。其余操作与标准系列一致。

B 结果与讨论

Bux 消解条件

于含有缩合磷、三聚磷和有机磷的标样中，分别加入不同量的氧化剂在xyw—xyA ℃和xwuE×xwA—xy uΔ×xwA ϕξ 压力下进行消解反应，结果表明，加入B—E 1 ∂ wux 1 30v∂ 碱性过硫酸钾时，氮的转化率较低。但加入量超过xy 1 ∂ 时，αϕ 的结果再现性较差，过高的碱度干扰磷的转化。因此氧化剂的用量应控制在Z—xx 1 ∂ 之间，才能获得令人满意的结果。为此，我们确定联合消解的条件为H加入xw 1 ∂ wux 1 30v∂ Ωys y ϕ E—ϑξϕΦ 作为消解剂。

由于样品溶液在消化时的酸碱度直接影响ϑ、ϕ 的转化效率，下面对消解时溶液的酸碱度进行分析计算。

根据反应机理，在Γw ℃以上水溶液中，x 1 30v∂ Ωys y ϕ E 可分解放出y 1 30v∂ Φ+。本法是在yB 1 ∂ 样品溶液中，加入xw 1 ∂ wux 1 30v∂ Ωys y ϕ E—ϑξϕΦ 氧化剂。反应开始时，溶液呈碱性是不可置疑的，随着温度上升，Ωys y ϕ E 分解出Φ+，中和了ϑξϕΦ，使溶液呈酸性。当Ωys y ϕ E 完全分解时，zB 1 ∂ 试样溶液中的酸度为wuxBΔ 1 30v∂ Φ+。而碱度在开始时应为wuxyE 1 30v ∂ ϕΦ−(常规方法中总磷消解时的酸度为wuxz 1 30v ∂ Φ+)。可以满足有机磷和缩合磷的消解。因此，只有选择适当的碱度，才能依次完成ϑ、ϕ 的转化过程。

表z　加标回收率试验结果

方法	αϕ ϵ υoϑϕ zpy 消解法	αϑ Φ ysϕA—Ωysy ϕA 消解法	αϕ、αϑ 联合消解法 αϕ	αϑ
样品x *oμυp	yuAΓ	yEuΓ	yuxz	zwux
样品y * *oμυp	zuEB	Axuy	zuΓZ	yZuE
样品x+ϑ 标准Axωμυp		ΓAuΓ		ΓAuxA
样品x+ϕ 标准Aoμυp	ΓuyZ		BuZz	
样品y+ϑ 标准Exωμυp		xxwuZ		xwΔuAΓ
样品y+ϕ 标准Eoμυp	xxuxy		xxuxz	
平均回收率o %p	ZBuZw	ZyuEB	ZBuZB	ZwuΓ
平均相对偏差o %p	xuΔ	wuΔΓ	xuZ	wuΔΓ

注H* 样品x 是小白菜(全棵) Θ * * 样品y 是通心菜秆叶

表A　精密度试验结果

序　号	x	y	z	A	B	Γ	Δ	E	Z	xw	xx	平均值	标准偏差	变异系数 o %p
αϑoμυ/∧∂p	wuxxE	wuxxB	wuxZE	wuxyx	wuxxz	wuxZΔ	wuxxx	wuxxΓ	wuxZE	wuxZZ	wuxxA	wuxwZ	Z×xw⁻²	EuAx
αϕoμυ/∧∂p	wuxyB	wuxyz	wuxyA	wuxxZ	wuxyx	wuxyA	wuxyw	wuxyz	wuxyA	wuxyA	wuxyz	wuxyz	xuZ×xw⁻²	EuxΓ

Buy 分析方法准确度和可靠性论证

Buyux 加标回收率试验

表z 中列出的数据是Z 次重复测定的均值。由表z 可见,于样品中分别加入Axωμυ和Exωμυ 的氮标准物时，本法的平均回收率αϕ 为ZBuZB%,αϑ 为ZwuΓ%(常规方法αϕ、αϑ 的平均回收率分别为ZBuZw%和ZyuEB%)，说明用本法进行联合消解，αϕ、αϑ 的分析结果是准确的。

Buyuy 精密度试验

由表A 数据可见,同一样品xx 次重复试验的结果，标准偏差αϑ 为Z×xw⁻²，αϕ 为xuZ×xw⁻²。变异系数αϑ 为EuAx%,αϕ 为EuxΓ%。均属正常范围。说明用本法进行联合消解,αϕ、αϑ 的分析结果再现性好,可靠性高。

作者简介

杨广杏,女,BΔ 岁,高级工程师。中山大学环境科学研究所环境化学室主任，主要从事环境化学教学和研究工作,近年发表论文yw余篇。

αφσs89ρ3 32 sχ1 908ξ2σ397 Pχυσ78χ3 2 3τ α38ξ0 ϕφ374φ3697 ξ2ρ α38ξ0 ϑχ863υσ2 χ2 8φσ γσυσ8ξ0σ7 uζξ2υ Υ9ξ2υ2χ2υσ8 ξ0 u oX278χ898σ 3τ Σ2 0χ632 1σ28ξ0 sπχσ2πσs ηφ3 2υ7φξ2 β2χ0σ67χ83 s Υ9ξ2υ4φ39 BxuΓAyps Ξυ63μσ2 0χ632 1σ28ξ0 ϕ638σπ8χ3 2 sxZZEs xΔoΓp HyΓz —yΓB

Ξo786ξπ8 HΞππ36ρχ2υ 83 8φσ 46χ2πχ40σ 3τ ρχυσ78 ξ2ρ 86ξ27τ36 1 3 2 αϕ o838ξ0 4φ374φ3697 pξ2ρ αϑ o838ξ0 2χ863υσ2 ps αφσ σ2 4σ6χσ28 3τ ϕφ374φ3697 ξ2ρ ϑχ863υσ2 χ2 φχυφ8σ1 4σ6ξ896σ o xyuA—xyA Cp ξ2ρ φχυφ 46σ7796σo xwuE×xw⁴—xyuΔ×xw⁴ϕξp 1ξ7 π32ρ9π8σρ o3 97χ2υ ξ0ωξ0χ2σ Ωysy ϕE ξ7 ξ2 323υσ2ξ28 uα38ξ0 4φ374φ3697 ρσ8σ6 1χ2ξ8χ3 2 χi χ2 Δxωυ2 1 1ξ0σ0σ2υ8φ o3 74σπ8634φ3831σ8σ6 sξ2ρ 838ξ0 2χ863υσ2 ρσ8σ6 1χ2ξ8χ3 2 χi χ2 yyxw2 1 ξ2ρ yΔB2 1 1ξ0σ0σ2υ8φ o3 β086ξ0χ30σ8 74σπ8634φ3-831σ8σ6 uδσ97σρ8φ6σσ 132χ836χ2υ 1σ8φ3ρ7 32 O6ξ77χπξ πφχ2σ27χi ∂uξ2ρ X4 3 1 3σξ ξ59ξ8χπξ T367ω7ξ140σ7 u Ξ0 8φσ ρσ-8σ6 1χ2ξ8χ3 2 6σ79087 1σ6σ ξ7 7ξ1σ ξ7 8φσ 78ξ2ρξ6ρ 32σ uαφσ 78ξ2ρξ6ρ ρσ0χξ8χ3 2 1ξ7 xuZ×xw⁻² s Z×xw⁻² s δχ8φ π3σττχσ2π87 3τ EuxΓ%ξ2ρ EuAx%s6σ74σπ8χ0σ03 u

Ωσ3 136ρ7 H0υσ8ξ0σs838ξ0 4φ374φ3697 s838ξ0 2χ863υσ2 s ρχυσ78χ3 2