## 植物全硫的测定

**HNO3-HCLO4消煮法**

1. **方法原理**

先以浓HNO3在常温下长时间（过夜）消化植物样品，然后增温至150℃继续消煮1h，最后加HCLO4再消煮2h，使样品充分分解，有机硫氧化成SO42-，然后定量溶液中的硫。

1. **主要仪器**

消煮器；消煮管；分光光度计；电磁搅拌器

1. **试剂**
2. 浓HNO3：（分析纯，ρ=1.42g•mL-1）
3. HCLO4：w（HCLO4）= 60% ~ 70%，分析纯
4. 浓HCL（分析纯，ρ= 1.19g•mL-1）
5. 缓冲盐溶液：40g MgCl2 • 6H2O，4.1g NaOAc，0.83g KNO3和28mL 95%乙醇，用水溶解后稀释至1L。
6. 氯化钡晶粒（BaCl2 • 2H2O，分析纯），筛取0.25mm ~ 0.5mm之间的晶粒
7. 硫标准溶液，[ρ（S）=50mg • L-1]：0.2718gK2SO4溶于水中，定容到1L
8. **操作步骤**

称取 0.3000g ~ 0.4000g 植物样品（过0.5mm筛）于消煮管中，加入玻璃珠2个和浓HNO3 3mL。管口加盖小漏斗，放置过夜。然后放入消煮器中加热至150℃消煮1h。通过小漏斗加入HCLO4 2ml，慢慢加热至235℃消煮2h。除去漏斗，加HCL 1mL，在150℃下加热20min。取下消煮管，冷却，加35mL水和10mL缓冲盐溶液，定容至50mL。

1. **硫的测定**

把制备的待测液过滤到150mL烧杯中，加0.3g BaCl2 • 2H2O晶粒，于电磁搅拌器上搅拌1min。取下，静置1min后，在分光光度计上用波长440nm，3cm比色槽比浊。

工作曲线的配置：分别吸取50mg • L-1S标准液0mL、2mL、4mL、8mL、12mL、16mL、20mL于50mL容量瓶，稀释至30mL，加10mL缓冲盐溶液和2mL盐酸溶液（20%），定容至50mL。倒入烧杯中，加0.3g BaCl2 • 2H2O晶粒，于电磁搅拌器上搅拌1min，同上法比浊后绘制工作曲线。

1. **计算**

**全硫（g/kg）=**

1. 浓度（mg/L）

V原-原液体积（mL）

ts-分取倍数

m-质量（g）

1000-转换系数