

对变色酸测定钛的方法的一点改进

薛泉宏

(西北农业大学)

钛是土体组成元素之一,是土壤全量组成分析的基本项目。测定钛常用双氧水(H_2O_2)氧化法和变色酸比色法^[1]。其中以变色法较灵敏。但该方法对显色液的pH要求较严。笔者注意到,若用已有方法^[1]调节显色液pH,则由于显色液pH差异(未调至同一水平)的影响,两次测定的吸光度(A)的最大相对偏差可达 $\pm 27.1\%$;若在原方法基础上稍作改进,则可将显色液的pH控制在 1.09 ± 0.010 范围内。从而使最大相对偏差降低至 $\pm 0.83\%$,提高了分析的精确度和准确度。下面把应用改进方法与原方法^[1]所得测定结果加以比较,并把改进后的方法作一简单介绍。

一、两种方法的比较

供试样品是陕西洛川黑垆土剖面的五个发生层土壤,由下表可知,用原方法测定时,一样品的两次重复(两次熔融所得待测液)的吸光度相差很大,其相对偏差变幼在 $\pm 11.6\% - \pm 27.1\%$ 之间;用改进法测定,则可使重复的相对偏差降低至 $\pm 0.28 - \pm 0.83\%$,显著地提高了分析结果的准确性。

两种方法测钛时溶液吸光度比较

样品编号	重 复	原 方 法		改 进 法		
		A(吸光度)	两重复相对偏差(%)	A(吸光度)	两重复相对偏差(%)	比色液 PH
L ₁	1	0.255	± 11.6	0.179	± 0.83	1.08
	2	0.202		0.182		1.11
L ₂	1	0.162	± 20.0	0.179	± 0.28	1.10
	2	0.108		0.180		1.10
L ₃	1	0.128	± 24.3	0.180	± 0.55	1.10
	2	0.078		0.182		1.09
L ₄	1	0.090	± 27.1	0.154	± 0.65	1.09
	2	0.157		0.152		1.08
L ₅	1	0.095	± 16.3	0.148	± 0.34	1.09
	2	0.132		0.142		1.09

二、改进法简介

变色酸法测钛原理及试剂配制详见《土壤理化分析》一书^[1],这里只介绍两点改进:

(下转第100页)

反应较弱(+), 2.0—4.0%泡沫反应中等(++)。结合野外观察鉴定, 建议将石灰性划分为4级: 即强石灰性、中石灰性、弱石灰性、无石灰性。据此可作为棕壤与褐土区分, 以及褐土亚类划分的诊断特性之一。棕壤无游离石灰, 而褐土则具不同程度的石灰性。褐土亚类中的石灰性褐土, 游离 CaCO_3 含量通体应高于5%, 上下均具强泡沫反应; 淋溶褐土全剖面 CaCO_3 含量应低于0.5%, 除表层外均无泡沫反应; 复钙褐土 CaCO_3 含量上多下少, 泡沫反应表层多为中度, 下部均为弱泡沫反应; 钙积褐土 CaCO_3 含量上少下多, 钙积层应具强泡沫反应。

(二) 钙积层指标 “中国土壤系统分类(二稿)”中将钙积层定义为: 厚度 $\geq 15\text{cm}$; CaCO_3 含量视质地不同, 分别为 $\geq 15\%$ 或 $< 15\%$; 较C层含量多5%等等。

据对山东省具有明显钙积形态特征的剖面分析, 钙积层中 CaCO_3 含量较上部土体可高出7—25%; 与C层比较由于母质类型及属性复杂, 可比性不明显。鉴于钙积层系 CaCO_3 淋溶与淀积所致, 故建议增加钙积层 CaCO_3 含量应较上部土体必须高出5%以上的指标。

(三) 褐土亚类划分的碳酸钙指标 碳酸盐是褐土亚类划分的主要指标之一。“中国土壤系统分类(二稿)”中定为淋溶褐土中剖面上、中部无游离 CaCO_3 , 但在100厘米左右有钙积特征。目前所见资料有的将淋溶褐土 CaCO_3 含量定为 $< 0.2\%$, 二者在山东都是罕见的。山东气候比较湿润, 土体发育深厚, 脱钙明显的淋溶褐土底部均无钙积特征, 且 CaCO_3 含量 $< 0.5\%$ 时, 野外观测均无泡沫反应, 故淋溶褐土是否应定为全剖面无钙积现象, 土体 CaCO_3 含量平均 $< 0.5\%$ 为宜, 山东石灰性褐土中, CaCO_3 含量较高的土层较上部土层仅高出2%左右, 故石灰性褐土是否应定为全剖面具有强石灰性, 且钙积现象较弱者。钙积褐土必须具有诊断钙积层者。山东复钙型褐土分布广泛, 在生产上具有一定意义, 建议增加复钙型褐土亚类。其它亚类不再赘述。

参 考 文 献

- [1] 费振文, 山东地区棕壤和褐土微形态特征的研究, 土壤, 15卷5期, 1983。

(上接第111页)

1. 用0.1% 2, 6—二硝基酚[变色点pH为1.7(无色)—4.4(黄色)]代替0.1% 2, 4—二硝基酚[变色点pH为2.0(无色)—4.7(黄)], 以降低变色点pH;

2. 在显色液中加入一定量pH为1的克拉克—鲁布氏(Clark—Lubs)缓冲液, 将溶液pH控制在同一水平, 减少由pH不同引起的误差, 缓冲液配制方法如下: 量取0.2M KCl溶液2500ml, 0.2M HCl 48.5ml, 稀释至200ml即得pH 1的缓冲溶液[2]。

步骤: 吸取脱硅后的系统分析液10ml(TiO_2 含量在250 μg 内)于50ml容量瓶中, 加5%抗坏血酸5ml, 加水至25ml左右, 加2, 6—二硝基酚2滴, 用1:1 NH_4OH 调至黄色(pH约4.4), 再用1:1 HCl调至无色(pH约1.7), 加pH 1缓冲液10ml, 最后加3ml变色酸显色剂。定容摇匀, 10分钟后比色($\lambda = 470\text{nm}$)。标准液处理同待测液。

参 考 文 献

- [1] 南京土壤研究所编, 土壤理化分析, 上海科技出版社, 第258—259页, 1978。
[2] 常文保, 李克安, 简明分析化学手册, 北京大学出版社, 第262页, 1981。