

用铁试剂和溴化十六烷基三甲基 铵比色法联测土壤中鉄和铝

何 群

(中国科学院南京土壤研究所)

土壤中鉄和铝是以多种形态存在,为了把鉄、铝等氧化物同层状硅酸盐相分离,并把氧化物中的鉄、铝、錳、硅等以及晶质的和无定形的区分开来,化学区分法或选择溶解法是不可缺少的。例如常用连二亚硫酸钠(DCB法)和草酸铵(Tamm氏溶液)等提取液,除分别测定土壤中游离氧化鉄和无定形鉄之外,还可用于游离氧化铝和无定形铝的测定。目前原子吸收光谱和等离子光谱尚不普及的情况下,对提取液中鉄和铝的定量,用比色法仍然是可行的。鉄的定量可供选择的方法较多,而铝则不然,常受鉄的干扰。虽曾有报道用鉄试剂联合测定鉄和铝^[1,2,3],但该法的不足之处是显色剂本身呈黄色,空白的消光值比较大,虽因磺酸基的存在增大了络合物的溶解度,但所形成络合物的络合比及稳定性,却受到溶液酸度及其它可变量等因素的影响,重现性也不够好。据报道^[5],用鉄试剂和溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)阳离子表面活性剂同时测定鉄和铝,能补偿上述的不足。

试验中加入CTMAB的主要作用,是由于三元缔合物的形成,降低了试剂空白的消光值,扩大了测量pH范围,提高灵敏度,并增大了Al(Fe): Ferron = 1:3络离子的稳定性。因为1:3络合物有最高的负电荷,而季铵盐阳离子的正电荷胶束使它更为稳定,至少在24小时内稳定。因此,我们参照该法^[5]对土壤中鉄、铝的联合测定^[3]做些补充修正,经试验证明其效果较好,现简要介绍如下。

一、主要仪器和试剂

仪器 最好是用双波长分光光度计测定,以试剂空白做参比,选一个组合波长可直接测出Al消光度差值,以波长600毫微米测Fe消光值。若无此设备,用单波长分光光度计也可以。

试剂 0.2% Ferron水溶液: 0.20克Ferron溶于100毫升热水; 2% CTMAB溶液: 2.0克CTMAB溶于100毫升15%氯化钾热溶液,因试剂空白随离子强度而变,为使试液的离子强度基本一致,所以溶于氯化钾溶液中; 乙酸—乙酸钠缓冲溶液(pH4.2): 42克无水乙酸钠溶于800毫升水,加90毫升冰乙酸,于pH计上调至pH4.2,水稀释至1升。

二、测定方法

土壤样本经熔融和试剂提取的待测液,供测鉄、铝用。可取一定量的待测液于小烧杯中,在水浴或红外灯下蒸干,用硫酸—硝酸法、H₂O₂—硝酸法或干烧等方法除去有机成分。继用水或HCl溶解内容物,并移入50毫升容量瓶中;如果溶液中有Fe²⁺则需加N硝酸1毫升(使Fe²⁺氧化为Fe³⁺),加0.1%邻硝基酚(或对硝基酚)指示剂2滴,若溶液无色则用10%氢氧化钠调至

黄色，再加1滴5%盐酸至无色。如果加指示剂后溶液呈黄色则用盐酸调至无色（此时pH约为5）。加乙酸—乙酸钠缓冲液8毫升，0.2% Ferron溶液6毫升及2% CTMAB溶液6毫升，用水定容至刻度，摇匀，1小时后比色，分别用波长600和370毫微米读取消光值。

另外，在待测液与铁、铝共存的各元素中，钛的干扰较严重，在pH3.5—4.5介质中，加入2%酒石酸溶液2毫升能消除100微克TiO₂对Al测定的干扰，因为掩蔽效果与温度有关，故在定容后摇匀，于80℃水浴中温热15分钟，取出冷至室温后比色。

三、标准曲线和计算

标准溶液的显色步骤同上。制备0、0.8、1.6、2.4、3.2、4.0ppm铁标准液，分别用波长600和370毫微米读取消光值，作图。制备0、0.4、0.8、1.6、2.4、3.2ppm铝标准系列，在波长370毫微米读取消光值，作图。待测液中Fe、Al浓度的计算，可从600毫微米的标准曲线上查出与消光值相对应的铁浓度，再上推查得370毫微米时Fe的消光值(a值)，再从370毫微米测得的消光值(b值)中减去a值，得消光差值(c值)，然后从铝的标准曲线上查出与c值相对应的铝浓度。此外，也可以根据上述三个标准曲线求得的直线方程式计算出铁和铝的浓度。

参 考 文 献

- [1] Davenport, W. H., Anal. Chem., 21(6):710-711, 1949.
- [2] 许祖诒、陈家坊，土壤中无定形氧化铁的测定。土壤通报，第6期，32—35页，1980。
- [3] 熊毅等编，土壤胶体研究法。土壤胶体，第二册，279—280页，科学出版社，1985。
- [4] 徐辉远编译，金属螯合物的溶剂萃取。46—48页，中国工业出版社，1971。
- [5] 丁雪心，铁试剂和溴化十六烷基三甲基铵双波长分光光度法同时测定铝和铁。分析化学，13卷5期，340—343页1985。

土壤信息

锰能抑制水稻对镉的吸收

以往抑制水稻吸收镉的方法是用客土或石灰等改良污染的土壤。作者对镉污染土壤进行盆栽试验证明，在省水栽培条件下，施用MnSO₄、水溶性锰能显著地抑制水稻吸收镉，其次为锰矿渣，熔成锰则无效。MnSO₄施用量为0.3%时，糙米含镉为0.17ppm，对照为3.56ppm，抑制率达95%以上；锰的施用效果与施用期的关系，2/3基肥+1/3追肥>基肥>7月21日追肥>8月9日追肥。水稻生长发育过程中处于淹水栽培条件下，施锰则无效。

在镉污染地区进行了田间试验，处理1为对照，处理2和3分别施MnSO₄和水溶性锰各0.1%，于第二年观测其后效的抑制率分别为58.5%，45.3%。处理4—6施水溶性锰分别为0.0175%，0.035%，0.1%，处理6的糙米含镉为0.09ppm，抑制率为83%。作者发现当土壤中代换性锰低于100ppm时，糙米含镉量显著增高。无论施锰与否，作物中的含镉量都是根>茎叶>糙米，施锰可降低镉从根向糙米的迁移能力，X射线显微分析证明，施锰处理与对照相比时，根中锰含量增加，含镉量下降。因此，作者认为锰能抑制水稻吸收镉的原因是两者发生颞颞作用。

（杨国治据 日本土壤肥科学杂志，

57卷1号，77—80，1986）