

于含氰废水的普查效果良好。

六、结 论 和 讨 论

1. 用 $\text{AgI}-\text{Ag}_2\text{S}$ 沉淀制备的氰离子选择性电极性能良好,在 0.1 M KNO_3 介质中,相对于一般的阴离子如 Cl^- 、 F^- 、 Ac^- 、 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 等的选择性常数小于 10^{-4} , 不干扰氰的测定。而 I^- 和 S^{2-} 的干扰可用适当方法消除。将其用于污染土壤和工业废水中氰的测定,结果和硝酸银容量法及比色法一致,且测定范围宽,操作简便。

2. 土壤中氰的测定,可在 $\text{pH}4-5$ 时加入醋酸锌或硝酸锌加热蒸馏分离后测定。曾用 $\text{H}_2\text{SO}_4-\text{EDTA}$ 蒸馏法^[5]以测全氰,但此时重金属硫化物分解,需除 S^{2-} 致使操作繁琐。快速测定污染土壤中的氰可采用样品加入标准浸提法,求得与未加标准氰的浸提液电位值之差,用已知添加法计算氰的含量。此法结果虽稍偏低,但在碱性条件下浸提,重金属硫化物无害,且不需蒸馏,操作简便,适于野外测定。

3. 浸取法 A 与蒸馏法相差较大,疑因土壤胶体强烈吸附所致。而在浸取法 B 中,加入样品里的标准氰经受同样的作用,和体系达到平衡,结果可与蒸馏法接近。但平衡非瞬时能完成,因而结果仍有偏低现象。

参 考 文 献

- [1] E. Pungor, Anal. Chem. Acta, 51,221—30,1970.
- [2] 沈阳林业土壤研究所,分析化学,3,217—20,1974.
- [3] J. T. Gillingham, M. M. Shirer and N. R. Page, J. Agron., 61,717—9,1969.
- [4] 中国医学科学院卫生研究所编著,水质分析法,302—4,人民卫生出版社,1974年.
- [5] 日本分析化学会关东支部编,日本公害指针(5),64—9共立出版株式会社,1973年.

土 壤 全 钾 的 测 定

——四苯硼酸钾光电比浊法

焦云飞 蔡琴芳 许世国 杨长府

(贵 阳 师 范 学 院)

应用四苯硼酸钾光电比浊法测定钾的含量,过去已有报导。由于工作需要,我们在应用四苯硼酸钾光电比浊法测定土壤中全钾含量方面进行了一些探索。本法是在 pH 值相当于 $9-11$ 的条件下,钾离子与四苯硼酸钠反应生成四苯硼酸钾沉淀^[1,2,3],其浊度与钾含量在一定范围内成正比例关系。在比浊操作中,为提高测定结果的准确度,采用 EDTA 消除汞、铜等重金属离子的干扰,用甲醛消除铵离子的干扰。

一、主要试剂

1. 2%四苯硼酸钠溶液 称取测血钾专用或 AR 级四苯硼酸钠 2 克溶于 100 毫升水中,用 0.2N NaOH 溶液调至 pH 为 9 左右,加 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 0.5 克搅拌约一分钟后过滤(如不加 $\text{Al}(\text{OH})_3$, 则溶液需放置 24 小时后过滤)至澄清。

2. 5%EDTA溶液 称取 5 克 EDTA 及 2 克 NaOH 溶于 100 毫升水中。

二、工作曲线的制备

1. 准确称取烘干的 GR 级 KCl 1.583 克配制成每毫升含有 10ppm 的 K_2O 标准溶液,分别准确吸取此溶液 1,2,3,4,5,6,7,8,9,10 毫升于 10 支干燥的 25 毫升比色管中,然后依次准确加入各比色管中 3 毫升四苯硼酸钠溶液,1 毫升 EDTA 溶液,1 毫升 37% 的甲醛溶液,摇匀,再稀释至刻度摇匀。10 分钟后在 72 型光电分光光度计上用 2×1 厘米的比色皿进行比色。四苯硼酸钾胶体比较稳定,在一小时左右其光密度基本不变。此外还应按上述操作(除不加 K_2O 标准溶液外)做一参比溶液。如此便得到含 K_2O 0—100ppm 的标准系列。最后以比色液中的 K_2O 含量为横座标,光密度读数为纵座标绘制出工作曲线。

2. 四苯硼酸钾的吸收光谱经多次测定,大致相同,且吸收光谱变化幅度不大。吸收峰在波长 440—450 $\text{m}\mu$ 左右,如图 1 所示。我们在测定中选用 440 $\text{m}\mu$ 的波长^[4]。

3. 工作曲线,经过多次实验,我们发现溶液中 K_2O 含量在 70ppm 以下的范围内时,四苯硼酸钾的光密度与 K_2O 含量成线性关系较为理想;如 K_2O 含量在 70ppm 以上时,则光密度偏低,不与 K_2O 含量成线性关系(图 2)。

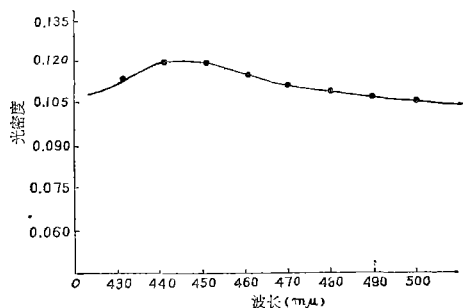


图 1 四苯硼酸钾吸收曲线

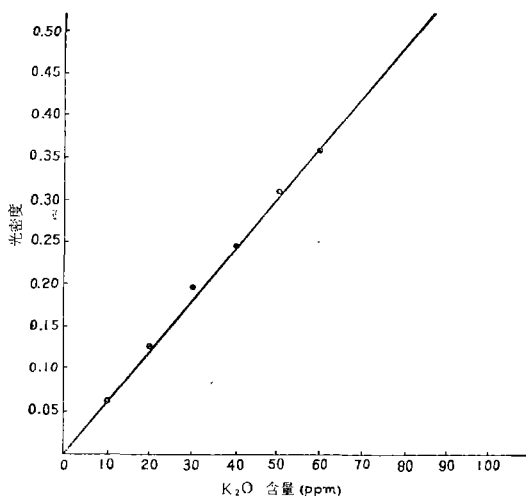


图 2 四苯硼酸钾光电比色法工作曲线

三、分析步骤及计算结果

1. 称取 0.1000 克左右已烘干的土样,再称取 2.5 克 NaOH 固体,先将其三分之一左右放在银坩埚底部,将土样放于坩埚内的 NaOH 上,把剩余的 NaOH 复盖在土样上。在 800—1000 瓦电炉上加一火泥圈或瓷环,将银坩埚置于其中加热,自 NaOH 溶融起 20—30

分钟后取下冷却。将银坩埚放入一烧杯中,用近沸的蒸馏水溶解熔融物并洗净坩埚。在所得溶液中滴加浓 HCl 至酸性,加热煮沸除去 CO₂ (此时溶液应清澈透明)。取下冷却后先用 2 N NaOH 溶液中和过量的 HCl,再用 0.2 N NaOH 溶液调 pH 至 9—11 间,使 R₂O₃ 沉淀完全,然后将溶液与沉淀物一并转移至 100 毫升容量瓶中,洗涤烧杯数次后稀释至近刻度摇匀,再调 pH 至 9—11,最后稀释至刻度。把此溶液过滤于烧杯中,初滤液洗涤烧杯两次弃之再接滤液;准确吸取滤液 2 毫升(视土样中含钾量多少而适当增减吸取量)于 25 毫升比色管中。以下按工作曲线的操作步骤进行。同时按上述操作做空白实验。

2. 将所测出的光密度在工作曲线上查出相应的 K₂O 含量后,按下式计算结果。

$$K_2O\% = \frac{\text{ppm} \times 10^{-6}}{W} \times \frac{V_1}{V_2} \times 100$$

式中: ppm 为从工作曲线上查出的 K₂O ppm 数;

W 为土样的重量(克);

V₁ 为样品制备成试液的体积(毫升);

V₂ 为吸取试液进行比色的体积(毫升)。

四、方法的考查

1. 本法与火焰光度法的结果比较(表1),以及在土样溶液中加入标准溶液后测定回收率所得的结果(表2),表明本法的准确度与火焰光度法接近,回收率一般在 95—105% 之间。

表1 与火焰光度法结果比较 (K₂O%)

编号	火焰光度法*	本法	相差
1	2.23	2.07	-0.16
2	2.38	2.31	-0.07
3	1.80	1.89	+0.09

* 系中国科学院贵阳地球化学研究所提供的数据。

表2 回收试验结果

编号	样液 K ₂ O 含量 ppm	加入 K ₂ O 量 ppm	测得 K ₂ O 总量 ppm	回收率 %
1	2.5	10.0	13.0	105.0
2	54.0	10.0	63.5	95.0
3	35.0	15.0	50.5	103.3
4	22.5	15.0	37.5	100.0
5	8.5	15.0	24.0	103.3
6	5.5	15.0	22.5	113.3

参考文献

- [1] 贵州省化工研究所分析室,含钾岩石、钙镁磷钾肥中钾的测定,1974。
- [2] 中国科学院南京土壤研究所《土壤知识》编写组,土壤知识,369—371,上海人民出版社,1976。
- [3] 许祖恩、程国福、宋寿英,简易浊度计的制作及其在土壤速测中的应用,土壤,2,117—118,1977。
- [4] 高鸿仪器分析,219—228,人民教育出版社,1964。