

272-273 纳米材料 ZrO_2 粉在土壤全氮测定中的催化作用 S 153.61

朱 江 周 俊 李 燕
 (安徽农业大学 合肥 230036) (安徽建筑工业学院建工系)

摘 要 以纳米材料 ZrO_2 粉为催化剂代替开氏法测全氮中的 $K_2SO_4, CuSO_4, Se$ 混合催化剂, 消煮测定后发现, 其催化效果明显, 所测全氮数据均高于由混合催化剂消煮后的测定值, 且平行测定数据稳定, 重现性好。同时也发现, 以纳米材料为催化剂, 可缩短消煮时间, 省时省电。

关键词 纳米材料; 土壤全氮; 催化作用 ZrO_2 粉

在土壤全氮的测定中, 消煮过程是将土壤中各种氮的形态转化成为可溶性氮盐的过程, 为了加速这一反应并使之完全, 所使用的方法之一是加入催化剂。目前广泛使用由 $K_2SO_4, CuSO_4, Se$ 以 100:10:1 混合而成的催化剂^[1], 它较其它催化剂具有分解完全, 消煮时间短的优点, 但使用这种催化剂, 在消煮过程中, 因 Se 和 H_2SO_4 作用产生的 H_2Se 有剧毒, 所以要求实验室具有良好的通风条件。对消煮的时间也有较严格的要求: 时间不足, 土样中的有机氮分解不完全; 时间过长, 则会引起氮的损失。纳米材料以其比表面积大、具有较高的化学活性而被用作化工和核反应中的催化剂^[2], 本实验以纳米材料 ZrO_2 粉为催化剂, 探讨其在全氮的测定中的催化作用, 使纳米材料这一高科技技术也能在农业领域得到应用。

1 实验材料和研究方法

1.1 材料

- (1) 纳米 ZrO_2 微粉 $D=5\text{ nm}$ ^[3]
- (2) 土样分别采自安徽合肥郊区的黄褐土、安徽歙县的水稻田土及安徽宣城的红壤土, 测其有关性质如表 1。

表 1 三种测试土壤的有关性质

	pH ⁽¹⁾	有机质 ($g\text{kg}^{-1}$) ⁽²⁾	全氮含量 ($g\text{kg}^{-1}$) ⁽³⁾
合肥郊区黄褐土	6.8	16.46	1.026
歙县水稻土	8.6	22.64	1.406
宣城红壤土	4.6	16.38	0.78

1.2 试剂与仪器

比重 1.84 分析纯 H_2SO_4 ; 10mol/L NaOH 溶液; 2% H_3BO_3 吸收指示液; 0.2143mol/L 标准 H_2SO_4 溶液; 开氏瓶、0.8kw 电炉、定氮仪。

(1)1:1 水土比, pH 酸度计测定; (2)重铬酸钾容量法; (3)开氏法。

1.3 研究内容:

(1) 对比测定: 准确称取三种土样各 0.5000g 放入 100ml 开氏瓶中, 分别加入 0.1000g 纳米 ZrO_2 粉, 加少量水湿润后再加 5ml 浓 H_2SO_4 , 置 0.8kw 电炉上消煮 90min 后取下(期间摇动数次)冷却后, 在定氮仪同开氏法一样测定全氮含量。

(2) 时间的影响: 消煮时间分别控制为 15min、30min、45min、60min、90min、120min, 土样及其它方法同(1)。

(3) 纳米 ZrO_2 粉量的影响:加入纳米粉的量分别为0.0010g、0.0500g、0.1000g、0.1500g、0.2000g、0.3000g,土样及其它方法同(1)。

2 结果和分析

(1) 以纳米 ZrO_2 粉为催化剂测定三种土样($n=8$)全氮含量。结果如下:

合肥郊区黄褐土(gkg^{-1}): $1.064 + 0.0028$;歙县水稻土(gkg^{-1}): $1.476 + 0.0029$;宣城红壤土(gkg^{-1}): $0.8150 + 0.0032$ 。

可以看出三个样品测定8次结果计算标准偏差均在误差要求范围0.05%之内,误差范围窄,重现性好,且数据比较稳定。并可见由纳米 ZrO_2 为催化剂消煮后测出来的全氮含量均高于由混合催化剂消煮后测出的全氮含量(见表1),且对三种土壤的催化功能基本相同,即催化作用不受土壤类别的影响。由此可以证明:纳米 ZrO_2 粉在土样全氮的测定中确实具有催化效果且效果较好。

(2) 在以纳米 ZrO_2 粉为催化剂的条件下,消煮时间不同其全氮测定值如表2。

表2 不同消煮时间下三种土壤全氮测定值(gkg^{-1})

	15	30	45	60	90	120(min)
合肥郊区黄褐土	1.005	1.050	1.064	1.064	1.064	1.060
歙县水稻土	1.390	1.450	1.476	1.476	1.476	1.472
宣城红壤土	0.710	0.805	0.815	0.815	0.815	0.813

由上表可以看出,以纳米 ZrO_2 粉为催化剂,消煮时间在45min以内随着时间增加其测全氮量增加,在45-90min,全氮测定量为一定值。而到90min后,全氮测定值减少。从反应过程观察,我们分析是因为消煮时间加长,温度提高,反应变得剧烈,从而使开氏瓶内的液体向外溅跳,造成全氮量的损失所致。从实验结果看,在纳米 ZrO_2 粉为0.1000g的条件下,消煮时间在50-60min为宜。

(3) 当时间为60min时,不同纳米 ZrO_2 粉加入量,全氮测定值结果如表3。

表3 不同的纳米 ZrO_2 粉量条件下三种土壤全氮测定值(gkg^{-1})

	0.0010	0.0500	0.1000	0.1500	0.2000	0.3000(g)
合肥郊区黄褐土	1.000	1.056	1.064	1.064	1.064	1.064
歙县水稻土	1.350	1.450	1.470	1.476	1.476	1.476
宣城红壤土	0.780	0.810	0.815	0.815	0.815	0.815

由所得结果可以看出:在0.0010g-0.1000g范围内,全氮测定值随着加入纳米 ZrO_2 粉量的增加而增加,而在0.1000g-0.3000g的范围内,全氮测定值不变,说明加入纳米粉的量以0.1000g为宜。在消煮过程中同时也发现随着加入纳米 ZrO_2 粉量的增加,其反应速度加快,因此在增加纳米粉量的情况下,可适当的缩短消煮时间。

参 考 文 献

- 1 史瑞和主编.土壤农化分析,北京:农业出版社,1981,42
- 2 洪广官.稀土超微粉末——一种有待开发的新材料.稀土,1987,(5):57-60
- 3 谢存毅,张立德,李燕.纳米 ZrO_2 固体的内耗和力学性质.材料科学进展,1992,6(5):404-408