

微波消解法快速测定土壤中有机质的含量

林培喜, 李德豪, 周锡堂

(茂名学院化工学院, 广东 525000)

摘 要: 报道了用微波消解取代油浴消解或灼烧法来测定土壤中有机质的含量, 详细讨论了微波消解法的有关测定条件。该法和传统的重铬酸钾油浴法相比, 具有快速、经济、重复性好等优点, 值得在相关行业中推广应用。

关键词: 微波消解; 土壤; 有机质

中图分类号: S153 621

文献标识码: A

文章编号: 1005-3409(2003)02-0135-02

Detecting the Organic Content of Soil by Microwave Digestion

L N Pei-xi, L I De-hao, ZHOU Xi-tang

(Department of Chemical Engineering, Maoming College, Maoming, 525000)

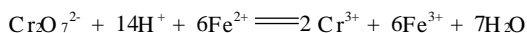
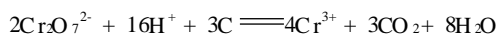
Abstract: A new technique used to detect the organic content of soil by microwave digestion in place of oil-bath digestion or burning digestion is reported, and the detecting conditions of microwave digestion is discussed in detail. The technique is quicker, more economical, and has finer repeatability than those of oil-bath digestion, and deserves application in several industries.

Key words: microwave digestion; soil; organics

土壤中有机质含量的高低, 是判断土壤肥力的重要指标, 也是指导农业生产的一个重要依据。测定土壤中的有机质, 传统的方法是重铬酸钾甘油浴法。此法温度波动大, 结果的重现性较差; 甘油在高温下挥发, 使工作环境恶劣; 同时分析时间也较长。本法采用微波消解的方法, 它使工作环境得到改善, 缩短了分析时间, 重现性好, 结果也令人满意。

1 原 理

微波消解法是通过电磁波的能量来加热反应液, 它是从内到外加热, 样品与酸的参合物通过吸收微波能产生即时深层加热, 同时, 微波产生的交变磁场使介质分子极化, 产生高速振动, 获得高能量, 促使化学键快速断裂^[1]。比起直接加热, 它更有利于有机物质的消解。有关的反应式和传统的方法相同, 即:



$$\text{计算公式}^{[4]}: \text{有机质}\% = \frac{0.448(V - V_0)C\text{Fe}^{2+}M_c}{m}$$

式中: V ——空白值 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液的体积 (mL)。 m ——土样的质量 (g); V_0 ——土样消耗 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液体积 (mL)。

2 实验部分

2.1 主要仪器

(1) WD-800SB 微波炉; (2) 烘箱; (3) SRTX-2-9 型马福炉; (4) 50 mL 聚四氟乙烯消解罐。

2.2 试 剂

(1) Ag_2SO_4 - H_2SO_4 溶液: 5 g Ag_2SO_4 溶解于 500 mL 浓 H_2SO_4 中。

(2) 0.1000 mol/L 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液: 准确称取 14.709 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 定溶 500 mL。

(3) 0.1024 mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液: 已用上面的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液标定。

(4) 亚铁灵指示剂: 1.485 g 1, 10-邻菲罗啉和 0.695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 稀释 100 mL 蒸馏水中。

(5) 各种土样 100 g。

(6) 甘油。

2.3 实验方法

将样品在 103℃ 左右的烘箱中烘干 2 h, 过 60 目筛。根据初步试验, 采用的试验条件为: 准确称取土样 0.1000 g 于 50 mL 聚四氟乙烯消解罐中, 用移液管准确加入 5.00 mL 0.1000 mol/L 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液, 加入少量的 H_2SO_4 , 5.00

m 11% A g₂SO₄-H₂SO₄ 溶液, 旋紧盖子, 进行微波消解。消解完毕, 冷却移入 100 ml 的锥形瓶中, 用约 30 ml 蒸馏水洗涤消解罐, 移入锥形瓶中, 滴加三滴亚铁灵指示剂, 用 (NH₄)₂Fe (SO₄)₂ 标准溶液滴定至棕褐色为终点。另外, 把样品在 750 ℃ 左右灼烧 2 h, 作空白实验。我们对微波时间(表 1)、微波强度(表 2)、酸量(表 3)进行选择。

3 结果与讨论

3.1 微波消解时间的选择(表 1)

表 1 时间的选择								
时间/min	2	3	4	5	6	7	8	油浴法
有机质含量/%	1.25	2.63	3.61	3.72	3.75	3.77	3.98	3.74

注: 微波功率: 80% , 5.00 ml 1% A g₂SO₄- H₂SO₄ 溶液。

由表 1 可看出, 消解时间小于 5 min 时, 消解不完全, 结果偏低, 消解时间过长, 结果不稳定, 这可能是消解液温度大于 167 ℃, 造成 K₂Cr₂O₇ 分解的原因^[1]。消解 5~ 7 min, 结果比较接近油浴法, 我们取 6 min 作为消解时间。

3.2 微波功率的选择(表 2)

表 2 微波功率的选择						
微波功率/%	20	40	60	80	100	油浴法
有机质含量/%	1.51	2.24	2.87	3.72	不稳定	3.74

注: 微波时间为: 6 min, 5.00 ml 1% A g₂SO₄- H₂SO₄ 溶液。

由表 2 可看出, 功率低, 消解不完全, 结果偏低, 功率 100% (即 800 W) 时, 结果也是不稳定, 这也可能是 K₂Cr₂O₇ 的分解所造成, 功率 80% (即 640 W) 时, 结果比较接近油浴法, 我们选取功率为 80%。

3.3 加入酸量的选择(表 3)

表 3 加入酸量的选择							
酸体积/ml	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00	油浴法
有机质含量/%	2.41	3.52	3.71	3.72	4.79	不稳定	3.74

注: 功率为 80% , 时间为 6 min。

由结果可看出, 酸的比例增加, 有利于消解的完全, 但酸量大于 7 ml, 结果也是不稳定, 可能原因是: 酸量增加, 消解液沸点升高, 当温度大于 167 ℃ 时, K₂Cr₂O₇ 有可能会分解。

参考文献:

[1] 胡中鹄 现代化学基础[M] 北京: 高等教育出版社, 1998 756- 757.

[2] 杜登学, 刘耘, 等 环境样品的微波消解[J] 山东轻工业学院学报, 2001, 15(3): 51- 54

[3] 杨冬雪, 直接加热消解法测定土壤底质中的有机质[J] 中国环境监测, 1999, 15(3): 13- 16

[3] 阮湘元 分析化学[M] 广州: 广东高等教育出版社, 1998 756- 757, 240- 242

所以加入 5 ml 酸比较理想, 即占总体积的 50%。

3.4 准确度和精密度的考查

通过以上实验, 我们得到 WD- 800SB 微波炉消解土壤中有机质的最佳条件是: 功率为 80% (640 W), 时间为 6 min, 加入 0.100 0 mol/L 的 K₂Cr₂O₇ 溶液 5.00 ml, 酸体积为 5 ml, 对同一土样重复测定 5 次, 结果如表 4。由表 4 看出, 本法精密度好于甘油浴法。

表 4 精密度试验							
序号	1#	2#	3#	4#	5#	平均值TV /%	
微波法测定值/%	3.72	3.82	3.74	3.80	3.65	3.75	1.2
油浴法测定值/%	3.54	3.88	3.61	3.94	3.75	3.74	3.7

3.5 不同土壤有机质的测定

测定了 5 种不同类型土壤有机质的含量, 结果如表 5。由表 5 可以看出, 在最佳微波消解条件下, 测得的结果和传统方法相一致。

表 5 不同土壤有机质测定值的比较					
土样有机质	1#	2#	3#	4#	5#
微波法测定值/%	1.37	2.15	8.96	5.34	7.63
油浴法测定值/%	1.35	2.16	9.03	5.31	7.58
相对误差/%	1.5	- 0.46	- 0.78	0.56	0.66

注: 相对误差是以油浴法测定值作为标准值算得的结果。

4 结 论

- (1)微波消解法和传统法相比, 具有快速、准确、改善了工作环境等优点。
- (2)微波消解法测定土壤有机质的最佳消解条件为: 微波功率为 80% , 消解时间为 6 min, 1% A g₂SO₄-H₂SO₄ 溶液为总体积的一半。在此条件下, 测量结果和传统的重铬酸钾油浴法测量结果相一致。尽管没有标准样品可作对照, 但和传统的方法相对照, 测量结果相一致, 也不失此方法的可行性和可靠性。值得在生产中推广应用。
- (3)使用不同的微波炉时, 必须重新校准微波条件, 这是本法的不足之处。