

容量滴定法测定黄腐酸含量

杨献红¹, 乔桂芳¹, 段健康²

(1. 河南省化工研究所, 河南 郑州 450052; 2. 河南省科学院, 河南 郑州 450002)

摘要:用稀硫酸提取试样中的黄腐酸,容量滴定法测定其含量,方法的标准偏差 0.20%,平均回收率 97.52%,此方法操作简便、定量准确,可满足检测分析的要求。

关键词:稀硫酸;黄腐酸;容量滴定法

中图分类号:O655.2

文献标识码:B

文章编号:1003-3467(2006)08-0042-02

黄腐酸是腐植酸中的一种,其特点是分子量较小,生物活性大,酸性基因多,渗透性强,易被植物吸收。它可以与氮磷钾无机肥料结合,生产出黄腐酸复混肥,具有固氮解磷缓释钾的作用,或者直接生产出黄腐酸不絮凝的清澈液肥,具有植物生长调节剂的作用。它还能与农药相互作用,生成新型的农药高分子复合体,达到降低毒性、增加溶解性的效果,因而在农业生产中,具有广泛的发展前景。由于黄腐酸是能溶于酸的有机质,仅用水溶液和稀的碱溶液不能够把黄腐酸提取出来,我们采用稀硫酸溶液提取。目前黄腐酸尚无统一的国家标准,经过多次试验,确定试验条件,定出试验方法。

1 测定原理

用稀硫酸提取试样中的黄腐酸,在硫酸溶液中,用重铬酸钾将黄腐酸中的碳氧化成二氧化碳,以邻菲罗啉为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液反滴定,同时做空白试验,根据重铬酸钾消耗量和黄腐酸的碳系数计算黄腐酸的含量^[1-2]。

2 实验部分

2.1 试剂和仪器

硫酸: $\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$ 。硫酸溶液: 1%,量取 5.6 mL 硫酸,缓缓注入约 700 mL 水中,冷却,稀释至 1 000 mL。

重铬酸钾溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.8 \text{ mol/L}$,称取 40 g 重铬酸钾溶于 1 000 mL 水中,储存于细口瓶中。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$,硫酸亚铁铵标准滴定溶液的配制和标定方法按 GB 18877-2002 中规定进行。

邻菲罗啉—硫酸亚铁铵混合指示剂:称取邻菲罗啉 1.5 g,硫酸亚铁铵 1 g,溶于 100 mL 蒸馏水中,储存于棕色瓶中。

仪器:锥形瓶,滴液漏斗等;恒温水浴。

2.2 测定步骤

称取试样约 1 g(精确至 0.0002 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入 1% 硫酸溶液 70 mL,于瓶口插上小玻璃漏斗,置于 100 沸水浴中加热溶解 30 min,并经常摇动,取出锥形瓶,冷却后将溶液及残渣全部转入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用干燥的中速滤纸过滤。弃去最初 10 mL 滤液。

准确移取滤液 5.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加入 5.0 mL 重铬酸钾溶液,缓慢加入 15 mL 硫酸,于沸水浴中加热氧化 30 min。将氧化后的溶液从水浴中取下,冷却至室温,加入约 70 mL 水、3 滴邻菲罗啉—硫酸亚铁铵混合指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$ 滴定,溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点。同时做空白试验。

2.3 结果计算

以质量分数表示的黄腐酸含量 X_1 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{0.003(V_0 - V_1)c}{K \times m \times 5/250} \times 100\% \quad (1)$$

式中: V_0 ——空白试验时,消耗的硫酸亚铁铵标

收稿日期: 2006-05-24

作者简介: 杨献红(1968-),女,从事科研管理工作,电话: (0371) 67447631。

准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——测定试样时,溶液所消耗的硫酸亚铁铵

标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度, mol/L;

K ——不同煤种的黄腐酸碳系数,河南巩义风化煤黄腐酸 K 为 0.55,广东湛江泥炭黄腐酸 K 为 0.46,新疆吐鲁番风化煤黄腐酸 K 为 0.51;

m ——试样的质量, g;

0.003——与 1.00 mL 浓度为 1.000 mol/L 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当的碳质量, g

3 结果与讨论

3.1 实验条件的选择

3.1.1 称样量的确定

反滴定法称样量不能过大,过大可能会造成以下情况:黄腐酸在稀硫酸溶液中提取不完全,使结果偏低;重铬酸钾溶液全部反应完,没有滴定终点。如果滴定试样所用的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的用量不到空白试验所用硫酸亚铁铵标准滴定溶液用量的 1/3 时,应减少称样量。称样量也不能过小,否则将会造成称样误差。称样量大小的确定应以黄腐酸含量的多少来确定,如黄腐酸含量 8%,称样量为 1 g 左右。

3.1.2 提取液的确定^[3]

黄腐酸能溶于水、酸、碱,可以用水、稀碱来提取,但水和稀碱不能将黄腐酸全部提取出来,而且,我国大部分土壤偏酸性或中性,我们采用稀硫酸作为提取液,用已知黄腐酸含量为 8.5% 的试样进行 5 次对比试验,结果见表 1。

表 1 不同提取液测定黄腐酸含量 %

序号	1	2	3	4	5
用水提取	6.2	7.6	6.5	6.8	6.4
用稀碱提取	6.6	7.4	6.8	6.9	6.8
用稀硫酸提取	8.4	9.1	8.9	8.7	8.6

从表 1 可以看出,用水和稀碱来提取的黄腐酸结果偏低 1.5% 左右,所以我们选用稀硫酸来进行提取。

3.1.3 提取温度的确定

用已知黄腐酸含量为 8.5% 的试样进行对比试验,结果见表 2。

从表 2 可以看出,用 50 水浴提取的黄腐酸结果偏低 1% 左右,所以我们选用沸水浴来提取。

表 2 两种提取温度测定黄腐酸含量 %

序号	1	2	3	4	5
50 水浴	7.6	7.7	8.2	7.9	7.7
沸水浴	8.7	8.5	9.0	8.7	8.8

3.2 精密度与准确度的测定

对于同一样品,在相同条件下进行 5 次平行测定,测定结果重现性好,表明精密度高,结果见表 3。

表 3 精密度测定 %

序号	1	2	3	4	5
测定值	8.9	8.9	8.6	9.1	8.7
平均值	8.8				
标准偏差	0.20				
相对标准偏差	2.27				

配比不同黄腐酸含量的试样进行回收率试验,回收率在 93.80% ~ 105.0%,表明其准确度高,结果见表 4。

表 4 准确度测定 %

序号	1	2	3	4	5
加入标准量	4.0	6.0	8.0	10.0	12.0
测得值	4.2	5.7	7.5	9.8	11.5
回收率	105.0	95.0	93.8	98.0	95.8
平均回收率	97.52				

4 结论

综上所述,用稀硫酸提取试样中的黄腐酸,采用容量滴定法测定黄腐酸的含量,精密度和准确度较高,适用于黄腐酸液肥、黄腐酸复混肥及其他产品黄腐酸含量的测定。

参考文献:

[1] 腐植酸钠 [S]. ZBG21005 - 87.
 [2] 有机-无机复混肥 [S]. GB18877 - 2002
 [3] 郑平. 煤炭腐植酸的生产和应用 [M]. 北京:化学工业出版社, 1991.