

Gyors módszer a talajok kémiai elemzésére

SZÜCS LÁSZLÓ

MTA Talajtani és Agrokémiai Kutató Intézet, Budapest

A talajképződésnél végbemenő folyamatok következtében a talajszelvényben az alkotórészek (pl. a kovásv, alumínium, vas, kalcium, magnézium, stb. vegyületek) vándorlása, kilúgozása, ill. felhalmozódása az egyes talajtípusokra jellemző. A talajok részletes tanulmányozásakor tehát a talaj alkotórészeinek kémiai vizsgálatát nem szabad figyelmen kívül hagyni.

E vizsgálatok az eddigi klasszikus módszerekkel [2] is megfelelően elvégezhetők, azonban a követett analitikai eljárások hosszadalmas volta miatt sorozatelemzésekre nem alkalmazhatók. Kívánatos tehát, hogy az említett klasszikus módszereket továbbfejlesszük, ill. olyan újabb analitikai eljárásokkal egészítsük ki, amelyek lehetővé teszik, hogy tömegvizsgálatokra is alkalmazzuk azokat.

Az iparban széles körben alkalmazott komplexometriás titrálási módszerek [3, 4, 5] használhatóságát a talajok kémiai elemzésére már kipróbáltam [7]. A klasszikus módszerrel kombinált újabb talajelemzési módszerek [1, 2] közül azonban az alkali-karbonát-keverékes feltárás, valamint a kovásv gravimetrikus meghatározása még mindig elég sok időt vesz igénybe és így ezek a módszerek sorozatvizsgálatoknál gazdaságosan nem használhatók.

Sikeresnek ígérkezett azonban a talajok sorozatelemzésénél a szilikátok feltárására és meghatározására Sajó [6] módszere, amelyet a szilikát iparban eredményesen használnak. Sajó e módszerében a szilikátok, kőzetek stb. gyors feltárására káliumhidroxidot alkalmaz, és azt ezüsttégelyben, vagy arra alkalmas ezüstitálban végzi el. Az esetleg oldatba jutó kevés ezüst — a kísérlet szerint — a további elemzéseket egyáltalában nem zavarja. A kálilúgos feltárást a nátriumhidroxidos feltárásnál előnyösebbnek tartja, mert a kovásv térfogatos meghatározásánál a nagy mennyiségű kálium ion jelenléte feltétlenül szükséges, míg a nátrium ionok a meghatározást zavarják.

A kálilúgos talajfeltárás előkísérletei során nehézségek mutatkoztak, mert a talaj humuszanyaga kálilúgban oldódva, sötét színű oldatot eredményezett és ez az elemzések elvégzését akadályozta. Ezért a talaj szervesanyagát feltárás előtt el kellett távolítani. Tekintettel arra, hogy a teljes kémiai elemzéséknél az izzítási veszteséget is meg kell határozni, az izzítási veszteség meghatározására használt kiizzított talajból mértem be 0,5—1,0 g-ot és ezzel végeztem el a gyors feltárást. Így eljárva már tiszta törzsoldatot kaptam.

A kovásvat Sajó [6] szerint térfogatos úton, a káliumszilikohexafluorid hidrolízise folyamán felszabaduló fluorhidrogén mennyiségének 0,1 n nátriumhidroxidos titrálásával határoztam meg.

A kálilúgos feltárással, a kovásv térfogatos meghatározásával, valamint az alumínium, vas, kalcium, magnézium komplexometriás meghatározásával a vizsgálati idő oly annyira rövidült, hogy egy tízes sorozat elemzési ideje — az előbb felsorolt elemekre vonatkozóan — a feltárással együtt mindössze két és fél napot vett igénybe. Az alkalmazott analitikai eljárások pontosságát G e d r o i c [2] klasszikus módszerével ellenőriztem, az eredményekről az 1. táblázat adatai nyújtanak felvilágosítást.

Az eredmények összehasonlításából kitűnik, hogy az iparban alkalmazott és a talajelemzésekre is kipróbált és némileg módosított analitikai eljárások pontosságukkal és tömegvizsgálatokra való alkalmasságukkal igen eredményesen felhasználhatók a talajkutatásoknál is. A talajelemzések menetét és a meghatározások módját a következőkben ismertetem.

1. táblázat

A gyors módszer összehasonlítása Gedroic [2] klasszikus módszerével

1. Vizsgált talaj neve és mélysége cm	2.	3.	2.	3.	2.	3.	2.	3.	2.	3.
	Gedroic	Gyors	Gedroic	Gyors	Gedroic	Gyors	Gedroic	Gyors	Gedroic	Gyors
	módszerrel vizsgálva									
	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO	
%										
Mátra-Bükkalja talaja A.45—70	69,12	69,21	16,05	15,50	6,25	6,10	1,35	1,70	1,50	1,75
Mátra-Bükkalja talaja A.70—100	69,47	69,00	15,39	15,08	6,16	5,95	2,08	2,23	1,36	1,40
Permi homokkő	64,50	63,60	17,35	17,20	7,29	7,18	1,88	1,40	1,67	1,44
Bükkü vörös agyag	55,67	55,33	20,17	19,20	6,00	6,87	5,74	5,65	1,49	1,77
Bükkü vörös agyag 23.	43,60	44,42	30,00	29,40	10,41	11,67	1,93	2,10	1,20	1,21
Réti szolonyec* 2. 0—15	61,37	61,77	11,48	13,90	6,88	5,66	0,73	0,73	1,04	2,46
Réti szolonyec* 2. 15—30	61,09	61,06	11,15	13,69	6,45	6,02	0,84	0,79	1,37	2,06
Réti öntés* 33. 0—25	63,60	63,91	10,73	13,21	7,41	6,00	1,48	1,90	0,92	0,77
Réti öntés* 33. 40—60	68,37	68,90	10,05	13,01	6,66	5,51	1,75	2,05	0,63	0,54

*A négy megjelölt talajnál a vizsgálatokat Gedroic módszerrel Jassó Ferenc végezte.

Káliumhidroxidos feltárás

Jól porított és kiizzított talajból, amelyből előzőleg az izzítási veszteséget már meghatároztuk, 0,5—1,0 g-nyi mennyiséget analitikai mérlegen pontosan bemérünk. Ezután elkészítjük a feltáráshoz szükséges KOH-ot. A feltáráshoz kb. 8—10-szer annyi káliumhidroxidot használunk, mint amennyi a bemért talaj mennyisége. (A gyakorlat szerint 3 csapott vegyszeres kanálnyi mennyiség elegendő.) Ennek egyharmadát előzőleg ezüsttálba visszük és gyenge láng felett megolvasztjuk. A kálilúgos olvadékot ezután addig hagyjuk lehűlni, míg a felszíne kezd hártásodni. Ekkor rávisszük a vizsgálandó talajt és hozzátesszük a még fennmaradt kétharmad mennyiségű kálilúgot

Az ezüstitálat olyan nyílású azbesztlapra helyezzük, amelynek nyílásában az ezüstitál alja 3—5 mm-re besüllyed. Majd a káلیلúgot láng felett óvatosan melegítve, megömlesztjük. Megömlesztés után a fedővel ellátott tálat nyílt láng felett tégelyfogó használatával, állandó mozgás mellett 4—5 percig 400—450 C°-on melegítjük. Az olvadék kezdetben általában zöldessárga, majd a feltárás végén mélyzöld színt mutat. Az így feltárt olvadékot a lángról levéve tovább mozgatjuk, hogy az olvadék az ezüstitál falára kenődjék. Mikor már dermedni kezd, az ezüstitál alját vízzel telt tálkába merítgetjük. Ezáltal az olvadék gyorsan lehül, megrepedezik és így a desztillált vízzel való kimosása könnyen elvégezhető. S a j ó [6] szerint a feltárást úgy kell elvégezni, hogy a bemért talajt ezüstitálba tesszük, melyet néhány ml káلیلúgot tartalmazó alkohollal megnedvesítünk, azért, hogy az egyes szemcsék körül szolvát burok keletkezzen, amely a nagyobb részecskék összetapadását megakadályozza és ezzel a feltárást megkönnyíti. Az így előkészített talajhoz adagoljuk a 8—10-szeres mennyiségű káلیلúgot és a feltárást az előbb elmondottak szerint folytatjuk.

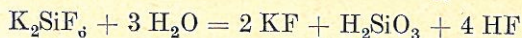
A megszilárdult ömledéket desztillált vízzel kilúgozzuk — a tökéletes kimosás biztosítására gumibotot is használhatunk —, majd a tégelyt kevés híg sósavval utánaöblítjük. A kilúgozott oldatot 250 ml-es normállombikba gyűjtjük, desztillált vízzel kb. 200 ml-re hígítjuk, majd 1,12 fs-ú HCl-val megsavanyítjuk. Így eljárva rendszerint kristálytiszta törzsoldatot kapunk. A lombikot desztillált vízzel jelig töltjük és az oldatot a további vizsgálatok elvégzésére használjuk fel.

Szükséges vegyszerek

káliumhidroxid in rotulis p. a.
1,12 fs sósav

A kovasav térfogatos meghatározása

S a j ó [6] a kovasav térfogatos meghatározásánál abból az elvből indult ki, hogy a kovasav kálium ionokkal, fluór ionok jelenlétében nehezen oldódó csapadékot, kálium-szilikohexafluoridot képez. A csapadék oldékonysága nagy feleslegében alkalmazott kálium ionok jelenlétében nagymértékben visszaszorítható. A kivált csapadékot leszűrjük, KCl-dal telített alkoholos mosóoldattal savmentesre mossuk és forró vízbe tesszük, amelyben a káliumszilikohexafluorid az alábbi egyenlet szerint hidrolizál:



A felszabaduló fluorhidrogén 0,1 n NaOH mérőoldattal mérhető és ebből a Si, vagy SiO₂ mennyisége meghatározható.

Meghatározás módja:

A feltárt törzsoldatból 25 ml-t 200 ml-es főzőpohárba pipettázunk. Adunk hozzá 10—10 ml 1,19 fs-ú HCl-ot és 1,4 fs-ú HNO₃-at, az oldatot felforraljuk és 1—2 percig forraljuk. Utána 30—40 C°-ra lehütjük és ezt követően az oldatot műanyagpohárba mossuk át. (A műanyagpoharak közül legjobban bevált a polietilénből vagy polistiroloból készült pohár, mely kb. 6—7 cm átmérőjű és 8—10 cm magas. A műanyagkereskedésekben árusított polistiroloból készült cukorszórá igen alkalmas erre a célra.) Az atmosféra kevés desztillált vizet használjunk, hogy a folyadék túlzott felhígítását elkerüljük.

A műanyagpoharat ezután mágneses keverőre helyezzük és PVC-csőbe forrasztott, 3—4 cm hosszú és 1—2 mm átmérőjű lágyvasból készített keverőpálcikát teszünk bele. Megindítjuk a keverőmotort, mely a pohár alatt elhelyezett mágnest forgatja. A forgó mágnes viszont a pohárba tett lágyvas keverőpálcikát hozza forgásba, miáltal az

oldatot keveri és erős mozgásban tartja. A mozgásban levő oldathoz a következő vegyszereket adjuk:

5 ml 20%-os kalciumkloridot, az esetleg nagy mennyiségben jelen levő alumínium és titán ionok zavaró hatásának kiküszöbölésére,

1 g nátriumfluoridot,

káliumkloridot, amely jól elporított legyen. Ezt mindaddig szórjuk az oldatba, míg az nem telítődik, sőt 2—3 g-ot még feleslegben is adunk hozzá. (A gyakorlat szerint 5—6 csapott vegyszeres kanálnyi mennyiség elegendő.)

A vegyszerek adagolása után még legalább két percig keverjük az oldatot.

A levált csapadékot 40—50 mm átmérőjű porcelán szívótücséren leszűrjük. A szűrőtücsérbe megfelelő átmérőjű szűrőpapírt és erre szűrőpapírpépet teszünk és ezen át szűrjük le a csapadékot.

Szűrés után a csapadékot mosóoldattal savmentesre mossuk. A mosófolyadékot kis mennyiségekben adagoljuk és mindenkor teljesen leszívátjuk. A mosást mindaddig folytatjuk, míg a lecsepegő folyadék, illetve a csapadékra öntött mosófolyadék a benne levő metilvörös indikátor átcsapási színét, a barackrózsaszínt nem mutatja.

A savmentesre mosott csapadékot a szűrőpapírral együtt csipesszel egyliteres, széles szájú Erlenmeyer-lombikba tesszük, amelyben 500 ml kiforralt és 1 ml 1%-os fenoltalein jelenlétében 0,1 n nátriumhidroxiddal alaprózsaszínre beállított forró desztillált víz van. A lombik tartalmát jól összerázzuk, mire a káliumszilikohexafluorid hidrolizál és HF szabadul fel. Ezt 0,1 n nátriumhidroxiddal alaprózsaszínig megtitráljuk. A fogyott 0,1 n nátriumhidroxid mérőoldat ml-einek számából a SiO_2 -ot az alábbi egyenlet szerint számítjuk ki:

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{0,15023 \cdot f \cdot y}{a}$$

0,15023 = az 1 ml 0,1 n nátriumhidroxiddal gra mm egyenértékű SiO_2 százaszoros számértéke
 f = a 0,1 n nátriumhidroxid mérőoldat faktora,
 y = a fogyott 0,1 n nátriumhidroxid mérőoldat ml-einek száma
 a = az aliquot részben levő száraz talaj súlya g-ban.

Szükséges vegyszerek:

1,19 fs-ű sósav,

1,4 fs-ű salétromsav,

20%-os kalciumklorid oldat,

nátriumfluorid,

0,1 n nátriumhidroxid,

káliumklorid p. a., de lehet cianmentes, technikai minőségű KCl is.

Mosóoldat. A mosóoldatot a következőképpen készítjük: 180 g káliumkloridot 1 liter vízben oldunk, majd 1 liter etilalkoholt adunk hozzá és jól összerázza 1—2 napig állni hagyjuk, hogy a só feleslege kiváljon az oldathól. Ezután mintegy 10 ml metilvörös indikátort adunk hozzá és a mosófolyadék pH-ját híg sósavval, majd híg nátriumhidroxiddal pontosan az indikátor átcsapási színére állítjuk be. A mosóoldat pH-jának pontos beállítása nagyon fontos, mert enélkül helyes értéket nem kapunk.

Az Al_2O_3 és Fe_2O_3 meghatározása

Az alumínium gyors térfogatos meghatározása az irodalmi adatok [3, 4, 5, 6] szerint komplexon III-mal, az egyébként zavaró ionok leválasztása nélkül elvégezhető, ha az 5,0—6,6 pH-ra beállított törzsoldatban a zavaró ionokat komplexon III főlöszleggel komplexbe visszük. Savanyú közegben az alkaliföldfémek zavaró hatása nem érvényesül. A komplexon III felesleget ferroferriciánid-benzidin indikátor jelenlétében ZnCl_2 mérőoldattal hatástalanítjuk. Ezután NaF hozzáadására az alumínium,

kriolit képződése közben, kilép a komplexből és az alumíniumhoz kötött komplexon III felszabadul. A felszabadult komplexon III-at ugyancsak ferroferriciánid-benzidín indikátor jelenlétében $ZnCl_2$ mérőoldattal megtitráljuk. Az így fogyott $ZnCl_2$ mérőoldat mennyiségéből az alumínium meghatározható.

Mint hogy a vas az alumíniummal együtt komplexbe megy és az NaF hatására sem szabadul fel, a vas mennyiségét a vakérték és az alumínium által fogyasztott, valamint a fennmaradó komplexon III felesleg különbségéből számíthatjuk ki.

A meghatározás módja

A feltárt 250 ml-es törzsoldatból 25 ml-t 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba pipettázunk, 10 ml 0,1 n komplexon III oldatot adunk hozzá és desztillált vízzel kb. 150 ml-re hígítjuk, majd 30–40 °C-ra felmelegítjük. A felmelegített oldatot metilvörös indikátor jelenlétében ammóniákkal barackrőzsaszínig semlegesítjük, majd 3 ml 1 : 1 hígítású sósavat és 10 ml nátriumacetát puffer oldatot adunk hozzá. Az oldatot ezután 3 percig forraljuk, majd szobahőmérsékletre lehűtjük. Hűtés után hozzáadunk 10 csepp jég-ecetes benzidint és 1 ml ferroferriciánid elegyet, majd a komplexon III feleslegét (X ml) 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldattal megtitráljuk. A színátcsapás : sárgás rőzsaszínből kékbe.

A megtitrált oldathoz hozzáadunk 30 ml telített NaF oldatot és forrásig melegítjük. Melegítés után 1–2 percig állni hagyjuk, majd szobahőmérsékletre lehűtjük. Lehűtés után újabb 1 ml ferroferriciánid elegyet teszünk hozzá és a felszabadult komplexon III-at 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldattal megtitráljuk (Y ml). A második titrálásnál fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat mennyiségéből (Y ml) az alumínium, ill. az Al_2O_3 ki számítható.

$$Al_2O_3 \% = \frac{0,2548 \cdot f \cdot Y}{a}$$

0,2548 = az 1 ml 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldattal gramm egyenértékű Al_2O_3 százszoros számértéke
 f = a 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat faktora,
 Y = a második titrálásnál fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ ml-einek száma,
 a = az aliquot részben levő száraz talaj súlya g-ban.

A vas által fogyasztott komplexon III ml-einek számát meghatározhatjuk, ha a 10 ml 0,1 n komplexon III-ra fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat ml-einek számából (Z ml, vakérték) kivonjuk az alumínium meghatározásánál elvégzett két titrálás, X és Y ml-számértékeinek összegét.

$$Fe_2O_3 \% = \frac{0,3992 \cdot f \cdot [Z - (X + Y)]}{a}$$

0,3992 = az 1 ml 0,1 n komplexon III-mal gramm egyenértékű Fe_2O_3 százszoros számértéke,
 f = a 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat faktora,
 X = komplexon III felesleg titrálásakor fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat ml-einek száma,
 Y = az alumíniumhoz kötött komplexon III titrálásakor fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat ml-einek száma,
 Z = vakérték, a 10 ml 0,1 n komplexon III-ra fogyott 0,1 n $ZnCl_2$ mérőoldat ml-einek száma,
 a = az aliquot részben levő száraz talaj súlya g-ban.

Szükséges vegyszerek

0,1 n komplexon III oldathoz 18,605 g-ot mérünk be, melyet 1000 ml-es normál lombikban desztillált vízben feloldunk úgy, hogy az oldatot ammóniákkal metilvörös indikátor mellett semlegesítjük (barackrőzsaszín), majd desztillált vízzel jelig töltjük. A mérőoldat faktorát bármilyen fém-sóoldatra nézve meghatározhatjuk.

0,1 n cinklorid mérőoldat: vegytiszta fém-cinkből bemérünk pontosan 3,269 g-ot, melyet 1000 ml-es n lombikban kb 15 ml tömény sósavban (hozzáadunk még ugyanannyi desztillált vizet is) feloldunk. Feloldás után a lombikot kb. $\frac{2}{3}$ -áig feltöltjük desztillált vízzel és az oldatot metilvörös indikátor jelenlétében ammóniákkal semlegesítjük, majd desztillált vízzel jelig töltjük. A mérőoldat faktorát komplexon III-mal határozzuk meg.

Nátriumacetát puffer oldathoz 500 g-ot mérünk be, melyet 1000 ml desztillált vízben feloldunk és hozzáadunk még 20 ml jégecetet.

Jégecetes benzidim: 2 g benzidint 40 ml jégecetben feloldunk.

Ferro-ferriciánid elegy:

a) 1%-os káliumferriciánid oldat készítéséhez 1 g-ot 100 ml desztillált vízben feloldunk. Az oldat sokáig nem tartható el. Legalább hetenként friss oldatot kell készíteni.

b) 1%-os ferrocianid oldathoz 1 g-ot 100 ml desztillált vízben feloldunk. Az oldat több hónapon keresztül eltartható.

Az elegyet oly módon készítjük, hogy 20 ml 1%-os káliumferriciánid és 5 ml 1%-os káliumferrocianid oldat elegyét 100 ml-re hígítjuk. Az elegyet naponta készítjük.

Telített nátriumfluorid oldat elkészítéséhez 50 g-ot 1000 ml-re oldunk.

1 : 1 hígítású sósav.

Tömény ammóniák.

Metilvörös indikátor.

Elválasztások

A kalcium és magnézium meghatározása a két és három értékű zavaró ionok leválasztása nélkül nem végezhető el. Sajó [6] szerint a kóvasav, alumínium, vas, titán és a mangán leválasztását „egylépésben” a következőképpen végezzük el.

Az oldathoz annyi ammóniumkloridot adunk, hogy az ammóniákkal történő semlegesítés után kb. 20 g legyen az ammóniumsók mennyisége. Az ammóniákkal történő semlegesítés után ammóniumklorid jelenlétében leválik az oldatból a vas, alumínium, titán és kóvasav fő tömege. Ezután az esetleg előforduló mangán leválasztására ammóniumperszulfátot alkalmazunk. A csapadékot szívótölcséren leszűrjük és a szüredékből a kalciumot és magnéziumot együttesen komplexometrikus titrálással határozzuk meg.

A magnézium meghatározásánál a leválasztást úgy végezzük el, hogy az ammóniákkal való semlegesítés után a mangánt káliumferrocianiddal, a kalciumot pedig ammóniumoxaláttal leválasztjuk. A szüredékből a magnéziumot komplexometrikus titrálással határozzuk meg.

Az elválasztás módja

A 250 ml-es törzsoldatból 50 ml-t 200 ml-es főzőpohárba pipetázunk és a térfogatát desztillált vízzel kb. 150 ml-re egészítjük ki. Az oldathoz annyi ammóniumkloridot teszünk, hogy az ammóniákkal való semlegesítés után az ammóniumsók mennyisége kb. 20 g legyen.

Az oldatot felforraltjuk és ammóniákkal semlegesítjük. (Gyenge ammónia szag legyen érezhető.) Ekkor ammóniumklorid jelenlétében leválik a vas, alumínium, titán és a kóvasav fő tömege. Az esetleg előforduló mangán leválasztására hozzáadunk még 0,2 g ammóniumperszulfátot. Az oldatot 1—2 percig még forrásban tartjuk. A perszulfát bomlása következtében az oldatunk megsavanyodhat, ezért mindaddig adagolunk hozzá híg ammóniákat, míg az oldat semleges nem lesz (gyenge ammónia szag). Mindezt kevergetés közben végezzük. Néhány pernyi forralás és állás után a csapadékot gyors szűréssel eltávolítjuk. Gyors szűrésre szívóháranggal ellátott szívótölcsért használunk. A szívótölcsérbe szűrőpapírt és szűrőpapírpépet teszünk és ezen keresztül szűrünk. A csapadékot forró vízzel néhányszor kimossuk és a szüredéket használjuk fel a kalcium és magnézium együttes meghatározására.

A magnézium meghatározására ugyancsak 50 ml mennyiséget veszünk ki a törzsoldatból és azt 200 ml-es főzőpohárba pipetázzuk, az oldat térfogatát szintén kb. 150 ml-re egészítjük ki desztillált vízzel. Ezután ammóniákkal semlegesítjük. Tekintettel arra, hogy a kalcium tökéletesen csak akkor válik le az oldatból ammóniumoxaláttal, ha a kalcium mennyisége aránylag nagy, a vizsgálandó oldathoz adunk még 10 ml olyan CaCl_2 oldatot, amelynek kalciumtartalma CaO -ra vonatkoztatva 30 mg.

A továbbiakban az oldathoz 1 ml 1%-os káliumferrocianidot adunk és felforraltjuk. A forrásban levő oldathoz adunk 10 ml forró 3,5%-os ammóniumoxalátot és 3—4 percen keresztül forrásban tartjuk. Az oxalát adagolásánál vigyázni kell, hogy a kalcium leválasztása után 0,4 g-nál több ammóniumoxalát ne maradjon feleslegben az oldatban, mert az már zavarhatja a magnéziumnak komplexon III-mal való titrálását.

Forralás, majd egyperces állás után a csapadékot az előbb említett módon szívóharanggal ellátott szívótölcséren leszűrjük és a szüredéket hideg desztillált vízzel 5—6-szor kimossuk. A szüredékből a magnéziumot komplexometriás úton határozzuk meg.

Szükséges vegyszerek

- ammóniumklorid p. a.,
- ammóniumperszulfát p. a.,
- tömény ammóniák,
- kalciumklorid oldat 5,355 g p. a. minőségű CaCO_3 -ot sósavban feloldunk és 1000 ml-re töltjük
- 1%-os káliumferrocianid oldat
- 3,5%-os ammóniumoxalát oldat.

A kalcium és a magnézium meghatározása

Az első elválasztás szüredékéből a kalcium és a magnézium mennyiségét úgy határozzuk meg, hogy az először leszűrt oldatot kb. 400 ml-es szélesszájú lombikba mossuk át és hozzáadunk:

- 5 ml 5%-os vízüveget — az esetleg még jelenlevő alumínium eltávolítására,
- 0,2 g hidroxilamin-hidrokloridot,

25 ml tömény ammóniákat és 40—50 fokra felmelegítve eriokrómfekete T indikátort.

Ezután az oldatot 0,1 n komplexon III mérőoldattal megtitráljuk. Így meghatároztuk a kalciumra és magnéziumra fogyott 0,1 n komplexon III mérőoldat ml-einek számát (A ml).

A második elválasztás szüredékéből a magnéziumot úgy határozzuk meg, hogy a leszűrt oldatot az előbbihez hasonló módon 400 ml-es szélesszájú lombikba mossuk át és hozzáadunk:

- 5 ml 5%-os vízüvegoldatot,
- 0,2 g hidroxilamin hidrokloridot,
- 15 ml tömény ammóniákat

50 C°-ra felmelegítjük és eriokrómfekete T indikátor jelenlétében 0,1 n komplexon III mérőoldattal megtitráljuk. A titrálás végpontját az indikátor színváltozása — a borvörös színből a búzavirágkék színbe — világosan mutatja. A fogyott mérőoldat ml-einek számából (B ml) a magnézium mennyisége a következő egyenlet szerint számítható ki

$$\text{MgO \%} = \frac{0,2016 \cdot f \cdot B}{a}$$

- 0,2016 = az 1 ml 0,1 n komplexon III mérőoldattal gramm egyenértékű MgO százszoros számértéke,
- f = a 0,1 n komplexon mérőoldat faktora,
- B = a fogyott mérőoldat ml-einek száma,
- a = az aliquot részben levő száraz talaj súlya g-ban.

A kalciumot pedig úgy számítjuk ki, hogy az első titrálásnál, a kalciumra és a magnéziumra együttesen fogyott 0,1 n komplexon mérőoldat ml számértékéből (A ml) kivonjuk a második titrálásnál a magnéziumra fogyott mérőoldat ml-einek

számát. A különbség megadja a kalcium által fogyasztott mérőoldat mennyiségét, amiből a kalcium az alábbi egyenlettel számítható ki:

$$\text{CaO } \% = \frac{0,2804 \cdot f \cdot (A-B)}{a}$$

0,2804 = az 1 ml 0,1 n komplexon III mérőoldattal gramm egyenértékű CaO százszoros számértéke,
f = a mérőoldat faktora,

A = az első titrálásnál fogyott 0,1 n komplexon III ml-einek száma,

B = a magnéziumra fogyott 0,1 n komplexon III ml-einek száma,

a = az aliquot részben levő száraz talaj súlya g-ban.

Szükséges vegyszerek

0,1 n komplexon III.,

5%-os vízűveg (33%-os vízűvegből 40 ml-t 100 ml-re hígítjuk).

hidroxilamin-hidroklorid,

tömény ammóniák,

erikrómfekete T indikátor (finomra porított erikrómfekete T és KNO_3 p.a. 1 : 500 arányú keveréke).

Összefoglalás

A kovasav, vas, alumínium, kalcium, magnézium stb. vegyületek vándorlásának, kilúgozódásának, ill. felhalmozódásának részletes tanulmányozását az egyes talaj-típusok jellemzésénél elkerülni nem lehet. E kutatások során nagyszámú talajvizsgálat elvégzése válik szükségessé. Ezeket a sorozatvizsgálatokat az eddig használt klasszikus módszerekkel — az eljárások hosszadalmas volta miatt — elvégezni nem lehet. Ezért az iparban széles körben alkalmazott gyors módszereket próbáltam ki és több-kevesebb módosítással sikerrel alkalmaztam a talaj alkotórészeinek kémiai elemzésére.

A talajok feltárására az alkálikarbonát-keverékes ömlesztés helyett a kálium-hidroxidos feltárást alkalmaztam, melyet ezüsttégelyben 400—500 C°-on végeztem el.

A kovasavat térfogatos úton határoztam meg úgy, hogy a kovasavat NaF-dal kálium-ionok jelenlétében káliumszilikohexafluoriddá alakítottam át, amely csapadék forró vízben hidrolizál és az így felszabaduló HF-ot nátriumhidroxid mérőoldattal megtitrálva a kovasavat meghatároztam.

A talajok vas-, alumínium-, kalcium- és magnéziumtartalmának meghatározására a komplexometriás eljárásokat alkalmaztam. Lényegük az, hogy nevezett fémionok komplexon III-mal igen stabil chelatekomplexet alkotnak, melyek meghatározott közegben — az egyes fémionokra érzékeny indikátor jelenlétében — jól titrálhatók.

Érkezett: 1958. január 23.

Irodalom

- [1] Bereczky, É., Henszelmann, Fr. & Tamás, F.: Szilikátipari vizsgálatok. Nehézipari Könyvkiadó. Budapest. 1953.
- [2] Gedroic, K. K.: Chemische Bodenanalyse. Verlag von Gebrüder Borntraeger. Berlin. 1926.
- [3] Kőrös, E.: Chelate-komplex képződés jelentősége az analitikai kémiában. 1. Magyar Kémikusok Lapja. 8. 193. 1953.
- [4] Kőrös, E.: Kalcium és magnézium egymásmelletti meghatározása dinátrium-dihidrogén-etiléndiamin-tetraacetáttal (Komplexon III-mal). Magyar Kémiai Folyóirat. 59. 137. 1953.
- [5] Sajó, I.: Az alumínium térfogatos meghatározása etiléndiamintetraecetsavasdinátriummal (verzenáttal). Magyar Kémiai Folyóirat. 60. 268. 1954.
- [6] Sajó, I.: Gyors módszer szilikátok, kőzetek, ércek, salakok stb. elemzésére. Jegyzetsokszorosító üzem. Budapest. 1954.
- [7] Szűcs, L.: Komplexometriás és aszkorbinsavas eljárások alkalmazása talajvizsgálatoknál. Agrokémia és Talajtan. 4. 273. 1955.

БЫСТРЫЙ МЕТОД ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПОЧВ

Л. Сюч,

Научно-исследовательский Институт Почвоведения Агротехники АН Венгрии, Будапешт

Резюме

Для характеристики отдельных почвенных типов необходимо изучать процессы переноса, выщелачивания и накопления соединений кремневой кислоты, железа, алюминия, кальция и магния. Для решения таких задач применение классических аналитических методов не удовлетворяет из-за их длительности и трудоемкости. Автор испытывал различные быстрые методы применяемые в промышленности и в нес некоторые изменения для химического анализа составных частей почвы. Сплавление почвы проводится не смесью К-Na карбонатов, а при помощи раствора гидроксида К в серебрянных чашках при 400—500°.

Кремневую кислоту определяли объемным методом путем превращения кремневой кислоты с фторидом Na в калиум-силико-гексо-фторид в присутствии ионов К, осадок этого соединения гидролизировался в горячей воде и освобождающаяся HF титровалась гидроксидом Na. Из количества раствора, израсходованного на титрование можно вычислить количество кремневой кислоты.

Определение содержания железа, алюминия кальция и магния проводилось при помощи комплексометрического метода. Сущность его состоит в том, что указанные металлические ионы образуют с комплексоном III очень стабильные келато-комплексные соединения, которые в определенной среде хорошо титруются при помощи индикаторов чувствительных к отдельным металлическим ионам.

Таблица 1. Сравнение предложенного быстрого метода с классическим методом Гедройца. (1) Вид изученной почвы и глубина образца в см. (2) Данные по методу Гедройца, (3) Данные по предложенному быстрому методу.

Eine Schnellmethode zur chemischen Analyse der Böden

L. SZÜCS

Forschungsinstitut für Bodenkunde und Agrikulturchemie der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Budapest

Zusammenfassung

Die Analyse der als Folge der Bodenprozesse verlaufenden Wanderung, Auslaugung bzw. Anhäufung von Kieselsäure-, Eisen-, Aluminium-, Calcium-, Magnesium- usw. Verbindungen ist bei der Charakterisierung der Bodentypen unentbehrlich.

Die ständig anwachsenden diesbezüglichen Aufgaben können mit den bisher üblichen klassischen Methoden, zufolge der Langwierigkeit ihrer analytischen Verfahren heute kaum mehr gelöst werden. Aus diesem Grunde wurden einige in der Industrie bereits breitangewandte Schnellmethoden erprobt und in mehr oder minder abgeänderter Form bei der chemischen Analyse der Bodenbestandteile angewandt.

Zur Bodenaufschliessung wurde statt Alkalikarbonat Kaliumhydroxid unter Erhitzung in Silbertiegel bei 400—500° C verwandt.

Die Kieselsäure wurde volumetrisch bestimmt, indem die Kieselsäure mit NaF im Beisein von Kalium-Ionen zu Kaliumsilikohexafluorid — dessen Fällung in heissem Wasser hydrolysiert — umgewandelt und dann das frei gewordene HF mit Natriumhydroxid als Prüflösung titriert und aus den fehlenden ml der Prüflösung die Kieselsäure bestimmt wurde.

Zur Bestimmung des Eisen-, Aluminium-, Calcium- und Magnesium-Gehaltes der Böden wurden komplexometrische Verfahren angewandt. Diese bestehen im Wesentlichen darin, dass die Ionen dieser Metalle mit Komplexon III sehr stabile Chelatonkomplexe bilden, die in bestimmten Medien im Beisein eines für die einzelnen Metal-Ione empfindlichen Indikators gut titrierbar sind.

Tabelle 1. Vergleich dieser Schnellmethode mit der Gedroiz-schen klassischen Methode. (1) Typ und Tiefe in cm des geprüften Bodens. (2) Mit der Gedroiz-schen und. (3) mit dieser Schnellmethode geprüft.

Méthode rapide pour l'analyse chimique des terres

L. SZÜCS

Institut de Recherches de Pédologie et de Chimie Agricole de l'Académie
des Sciences Hongroise, Budapest

Résumé

L'étude de la migration, de la lessivage et de l'accumulation des différents composés de la silice, du fer, de l'aluminium, du calcium, du magnésium, etc. est indispensable pour caractériser les différents types de sols.

Les méthodes classiques d'analyse employées jusqu'ici exigent beaucoup de temps et il est utile de les remplacer par des méthodes plus expéditives. Dans ce but nous avons fait l'essai des méthodes rapides employées largement dans l'industrie et nous les avons adaptées à l'analyse chimique des terres.

Pour la dissolution complète du sol nous nous sommes servis, au lieu de la fusion avec un mélange de carbonates alcalins, de la fusion avec de l'hydroxyde de potassium, que nous avons exécutée dans un creuset d'argent à 400—500 C.

Nous avons dosé la silice par voie volumétrique, en la transformant en silicohexafluorure de potassium par du Na F en présence d'ions potassium, le précipité obtenu se décompose par hydrolyse dans de l'eau chaude et en titrant de HF dégagé avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium nous avons obtenu la teneur en silice.

Pour le dosage du fer, de l'aluminium, du calcium et du magnésium des sols nous nous sommes servis de procédés complexométriques, reposant sur le fait que les ions des métaux mentionnés forment avec du complexe III des chélates très stables, que l'on peut bien titrer dans un milieu de composition déterminée en présence d'indicateurs sensibles envers les divers ions métalliques.

Tableau 1. 1. Comparaison de la méthode rapide avec la méthode de Gedroiz. (1) Type du sol et profondeur en cm. (2) Méthode Gedroiz. (3) Méthode rapide.