

F-HZ-DZ-TR-0088

土壤—矿质全量元素（铁）的测定—光度法

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素（铁）的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的溶液，以盐酸羟胺为还原剂，将三价铁还原成二价铁，然后在 pH2~9 范围内，二价铁与邻菲罗啉反应生成橙红色的络合物，以光度法测定测得铁量。

3 试剂

3.1 盐酸羟胺溶液：称取 10g 盐酸羟胺溶于水，再加水稀释至 100mL。

3.2 邻菲罗啉溶液：称取 0.1g 邻菲罗啉溶于 100mL 水中，如不溶可少许加热溶解。

3.3 乙酸钠溶液：称取 10g 乙酸钠溶于水，再加水稀释至 100mL。

3.4 铁标准溶液：称取 0.1000g 纯铁丝[先用盐酸溶液（1+3）洗去表面氧化物，再用水洗净，用滤纸吸干后置于干燥器中干燥]，精确至 0.0001g，置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 盐酸溶液（1+1），加热溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，再加水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 铁。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 容量瓶，50mL。

5 操作步骤

5.1 试样测定：吸取 1.00mL~5.00mL 碱熔脱硅后的系统分析待测液[F-HZ-DZ-TR-0085 土壤矿质全量元素（硅）的测定（动物胶凝聚质量法）6.4 或 F-HZ-DZ-TR-0086 土壤矿质全量元素（硅）的测定（聚环氧乙烷凝聚质量法）6.3]置于 50mL 容量瓶中，用少量水冲洗容量瓶口。加入 1mL 盐酸羟胺溶液，摇匀后加入 8mL 乙酸钠溶液使溶液 pH 为 5，摇匀。再加入 10mL 邻菲罗啉溶液，摇匀显色，然后加水稀释至刻度，摇匀。放置 2h 后，在分光光度计上，于 530nm 波长处，用 1cm~2cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的铁量。同时做空白试验。

5.2 工作曲线：分别取 0、50、100、150、200、250、300 μ g 铁标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.1 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注 1：本法所加试剂要顺序加入，不可颠倒。

注 2：本法磷<20 μ g/mL、氟<500 μ g/mL 不干扰，少量硫酸盐不干扰。

6 结果计算

土壤矿质全量元素（铁）量按（1）式或（2）式计算：

$$W_{\text{Fe}_2\text{O}_3}(\text{g/kg}) = \frac{m_1 \times t \times 1.4297}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$W_{\text{Fe}}(\text{g/kg}) = w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}(\text{g/kg}) \times 0.6994 \dots\dots(2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得铁量， μ g；

t ——分取倍数（脱硅后系统分析待测液体积 250mL/吸取溶液体积 mL）；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数；

1.4297——铁换算成三氧化二铁的系数；

0.6994——三氧化二铁换算成铁的系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取两位小数（大于 5g/kg 取一位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素（铁）测定允许差

铁量 (g/kg)	允许差(g/kg)
>500	>2.5
50~500	1~2.5
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

8 参考文献

- [1] LY/T1253-1999. 森林土壤矿质全量元素（硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量）的测定.
- [2] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京：中国标准出版社. 1996，50.