

F-HZ-DZ-TR-0122

土壤—全铁的测定—邻菲罗啉光度法

1 范围

本方法适用于土壤中全铁量的测定。

测定范围：质量分数为 0.05%~2.5%铁。

2 原理

土壤用氢氟酸-高氯酸-硝酸分解。铁(III)离子以盐酸羟胺还原为铁(II)，在 pH 2~9 范围内与邻菲罗啉生成红色络合物，在波长 510nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 高氯酸(ρ 1.66g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42g/mL)，0.16mol/L。优级纯。

3.3 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。

3.4 盐酸(ρ 1.19g/mL)，(1+1)，优级纯。

3.5 盐酸羟胺溶液[ρ ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)=100g/L]：称取 10g 盐酸羟胺溶于水中，稀释至 100mL。

3.6 邻菲罗啉溶液[ρ ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)=1g/L]：称取 1g 邻菲罗啉溶于水中，稀释至 1L。

3.7 乙酸钠溶液[ρ ($\text{CH}_3\text{COON} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)=100g/L]：称取 100g 乙酸钠溶于水中，稀释至 1L。

3.8 铁标准溶液

3.8.1 铁标准贮备溶液：100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，称取 0.1000g 高纯金属铁丝，溶于 50mL 硝酸(1+1)中，稍加热(约 60 $^\circ\text{C}$)溶解后，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行空白试验。

6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于 30mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 8mL 氢氟酸、10mL 浓硝酸和 1mL 高氯酸，先低温消煮，随后加温，待坩埚内连续出现小气泡逸出，蒸发至冒尽高氯酸烟。用 2mL 盐酸(1+1)溶解残渣，将坩埚内容物移入 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

6.2.2 显色、测量吸光度：吸取部分清液(铁含量控制在 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)于 50mL 容量瓶中，加少量水冲洗瓶颈，加 1mL 盐酸羟胺溶液(100g/L)，摇匀后加 8mL 乙酸钠溶液(100g/L)，使溶液的 pH 为 5，再加 10mL 邻菲罗啉溶液(1g/L)进行显色，用水稀释至刻度，摇匀。2h 后在分光光度计上以试剂空白为参比。于波长 510nm 处测量吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL 铁标准溶液(100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)分别放入 50mL 容量瓶中，以下按第 6.2.2 条操和步骤进行显色测量吸光度。制备成 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铁标准系列溶液。并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算全铁的含量，以质量百分数表示：

$$w_{\text{Fe}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times t_s \times 10^{-6}}{m \times k} \times 100$$

式中：

w_{Fe} ——全铁的质量百分数，%；

ρ ——测定液中铁的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_0 ——试样空白溶液中铁的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——测定液(显色液)体积， mL ；

t_s ——分取倍数；

m ——试样质量， g ；

k ——水分系数。

8 允许偏差

允许相对偏差 $\leq 5\%$ 。

9 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，69.
- [2] 中华人民共和国国家标准. GB/T14506.5-93 硅酸盐岩石化学分析方法[S]. 北京：中国标准出版社，1993，20.