

F-HZ-DZ-TR-0121

土壤—全铁的测定—火焰原子吸收光谱法

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 2.5%~30%铁。

2 原理

土壤经氢氟酸-高氯酸-硝酸分解，各种形态铁均转入消煮液中，溶液中的铁用原子吸收光谱仪测定，在波长 248.3nm 处测量铁的原子吸收。

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 铁标准溶液

3.4.1 铁标准贮备溶液：100.0 μ g/mL，称取 0.1000g 高纯金属铁丝，溶于 50mL 硝酸(1+1)中，稍加热(约 60 $^{\circ}$ 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 μ g 铁。

4 仪器

原子吸收光谱仪。

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。放于聚四氟乙烯坩埚中，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(约 100 $^{\circ}$ C)消煮约 1h，随后加温(调压变压器控制)，待坩埚内连续有小气泡逸出，蒸至糊状，取下坩埚，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，蒸至冒尽高氯酸烟，用 5mL 硝酸(0.16mol/L)冲洗坩埚壁，低温加热溶解内容物。用 0.16mol/L 硝酸将坩埚内容物移入 50mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

6.2.2 测定：吸取一定量的过滤液于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。使铁的最终浓度在 5 μ g/mL~30 μ g/mL(一般稀释 50 倍~100 倍)。稀释液中的铁用原子吸收光谱仪测定。铁的分析线波长为 248.3nm。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、5.00、10.00、20.00、30.00mL 铁标准溶液(100 μ g/mL)分别置于 100mL 容量瓶中，加 2mL 硝酸(0.16mol/L)，用水稀释至刻度，摇匀。配制成 0、5.00、10.0、20.0、30.0 μ g/mL 铁标准系列溶液，用原子吸收光谱仪测定，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} ——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，1996，68.