

F-HZ-DZ-TR-0123

土壤—有效铁的测定—邻菲罗啉光度法

1 范围

本方法适用于土壤及森林土壤中有效铁量的测定。

测定范围：质量分数为 $2\mu\text{g/g}$ ~ $100\mu\text{g/g}$ 铁。

2 原理

土壤的全铁含量不能作为判断土壤铁的供应情况的指标，酸性土壤种的植物一般不会有缺铁的现象。石灰性土壤及含磷量极高的土壤用 DTPA 浸提剂浸提的铁作为指标，能有效地判断土壤铁的供应情况，区分出缺铁和不缺铁的土壤。浸出的铁用邻菲罗啉光度法测定。

邻菲罗啉在微酸性条件下与二价铁生成深红色的螯合物(在碱性溶液中，一些共存的金属离子会发生沉淀，干扰铁的比色测定)。其颜色深浅与铁的含量成正比，以此来测定有效铁的含量。

3 试剂

3.1 盐酸， 0.1mol/L ，1+1。

3.2 DTPA 浸提剂($\text{pH}7.30$)(0.005mol/L DTPA- 0.01mol/L $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 0.1mol/L TEA): 1.967g DTPA(二乙基胺五乙酸 $[(\text{HOCOCH}_2)_2\text{NCH}_2 \cdot \text{CH}_2]_2\text{NCH}_2\text{COOH}$)溶于 14.92g (或 13.3mL)TEA[三乙醇胺, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3 \cdot \text{N}$]和少量水中；再将 1.47g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，一并转入 1L 容量瓶中，加水至约 950mL ，在 pH 计上用 6mol/L 盐酸调节 pH 至 7.30 (每升浸提剂约需加 8.5mL 6mol/L 盐酸)，最后用水稀释至刻度，摇匀。贮于塑料瓶中，几个月内不会变质。

3.3 盐酸羟胺溶液(100g/L): 10g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)溶于水，稀释至 100mL 。

3.4 乙酸钠溶液(100g/L): 称取 10g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，稀释至 100mL 。

3.5 邻菲罗啉溶液(1g/L): 称取 0.1g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$)溶于 100mL 水中，稍加热溶解后，置于棕色瓶中。

3.6 铁标准溶液

3.6.1 铁标准贮备溶液： $100\mu\text{g/mL}$ ，称取 0.1000g 光谱纯铁丝，溶于 20mL 盐酸(1+1)中，稍加热溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 $100.0\mu\text{g}$ 铁。

3.6.2 铁标准溶液： $10.0\mu\text{g/mL}$ ，吸取铁标准贮备溶液($100\mu\text{g/mL}$)用水稀释 10 倍，配制成 1mL 含 $10.0\mu\text{g}$ 铁标准溶液。

4 仪器

分光光度计。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 2mm 。在称样测定时，另称取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

酸性土壤或中性土壤称取 10.0g 风干试样，精确至 0.001g ；石灰性土壤称取 25.0g 风干试样，精确至 0.01g 。

酸性土壤和中性土壤用 0.1mol/L 盐酸浸提。将称取的土壤放入 150mL ~ 180mL 塑料瓶中，加 50.0mL 0.1mol/L 盐酸，用振荡机振荡 1.5h ，干过滤。

石灰性土壤用 DTPA 浸提剂浸取。将称取的土壤放入 150mL ~ 180mL 塑料瓶中，加 50.0mL DTPA 浸提剂，在 25°C 时用振荡机振荡 2h ，干过滤。

吸取 5mL ~ 10mL 滤液(含铁不超过 $100\mu\text{g}$)移入 50mL 硬质烧杯中，在电炉上于低温蒸干。

移入高温电炉中于 450℃ 灰化。用 2mL 盐酸(1+1)溶解残渣，移入 50mL 容量瓶中。

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 pH 值约为 5，加 10mL 邻菲罗啉溶液(1g/L)进行显色，用水稀释至刻度，摇匀。半小时后在分光光度计上，于波长 530nm 处测量吸光度。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 铁标准溶液(10.0μg/mL)分别放入 50mL 容量瓶中，加水至约 20mL，以下按试样操作步骤进行显色和测量吸光度并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算有效铁的含量，以质量分数表示：

$$w_{\text{有效铁}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times t_s}{m \times k}$$

式中：

$w_{\text{有效铁}}$ ——有效铁的质量分数，μg/g 或 mg/kg；

ρ ——由工作曲线查得测定液中有效铁的质量浓度，μg/mL；

ρ_0 ——由工作曲线查得试样空白溶液中有效铁的质量浓度，μg/mL；

V ——显色液体积，mL；

t_s ——分取倍数， t_s =浸提时所用的浸提剂体积(mL)/测定时吸取浸出液体积(mL)；

m ——试样质量，g；

k ——水分系数。

8 允许偏差

按下表 1 规定。

表 1 允许偏差

测定值 mg/kg 或 μg/g	绝对偏差 mg/kg 或 μg/g	相对偏差 %
<10	<1.5	13~20
10~50	<5	11~38
50~100	<8	9~11
100~300	<15	5~9

9 参考文献

[1] GB7881-87. 中华人民共和国国家标准. 森林土壤有效铁的测定[S]. 北京：中国标准出版社，1987.