

## F-HZ-DZ-TR-0153

### 土壤—非晶质氧化铁的测定—光度法

#### 1 范围

本方法适用于土壤非晶质氧化铁的测定。

#### 2 原理

非晶质氧化物是指不产生 X 射线衍射谱的胶体氧化物。非晶质氧化铁中活性较高的一部分，又称活性铁，具有很大的表面积，对土壤的各项理化性质尤其是对阴、阳离子的专性吸附和稳定土壤结构起着十分重要的作用。非晶质氧化铁与游离氧化铁的比值称为氧化铁的活化度，（1-氧化铁活化度）表示老化程度，可以作为鉴别灰化土或土壤发生特征的指标，还能反映某些成土环境对土壤产生的影响。因此非晶质氧化铁对于了解土壤的基本理化性状及成土条件和环境极为有用。非晶质氧化铁广泛采用酸性草酸铵溶液提取法，此法具有较好的选择性，利用酸性草酸铵溶液中的草酸根的络合能力，将非晶质氧化铁中的铁络合成水溶性的草酸铁络合物进入提取液，再以邻啡罗啉光度法测定非晶质氧化铁。

#### 3 试剂

3.1 草酸铵缓冲溶液：0.2mol/L，pH3.0~pH3.2，称取 62.1g 草酸铵和 31.5g 草酸，溶于 2500mL 水中，此时溶液 pH3.2 左右，必要时用稀氢氧化铵溶液或稀草酸溶液调节。

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

3.3 邻啡罗啉溶液：称取 0.1g 邻啡罗啉（ $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ），溶于 100mL 水中，如不溶可少许加热。

3.4 乙酸钠溶：称取 10g 乙酸钠，溶于 100mL 水中。

3.5 铁标准溶液：称取纯铁丝（先用稀盐酸洗去表面氧化物）或纯金属铁粉 0.1000g（精确至 0.0001g）置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 盐酸（1+1），加热溶解后，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，再加水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100  $\mu$ g 铁。

#### 4 仪器

4.1 振荡机，设有恒温装置。

4.2 离心机，最大转速 5000r/min，附 100mL 离心管。

4.3 分光光度计。

4.4 锥形瓶，250mL。

4.5 容量瓶，50mL。

#### 5 操作步骤

5.1 称取 2.0000g（精确至 0.0001g）通过 0.25mm 筛孔的风干土样置于 250mL 锥形瓶中，将锥形瓶装入里红外黑的双层布袋中，加入 100.00mL 草酸铵缓冲溶液，加塞，包扎好袋口，遮光防止光化学效应。将锥形瓶置于振荡机上振荡 2h（保持恒温 25℃）。振荡后立即倾入离心管离心分离（2000r/min~3000r/min），将澄清液立即倾入另一 250mL 锥形瓶中，加塞备用。同时作空白试验。

5.2 吸取 5mL 提取液置于 50mL 容量瓶中，以少许水冲洗瓶颈，加入 1mL 盐酸羟胺溶液，摇匀，放置数分钟使高铁全部还原为亚铁。再加入 5mL 乙酸钠溶液使溶液 pH 调节至 3~6，然后加入 5mL 邻啡罗啉溶液，摇匀，放置 1.5h（室温 20℃）使其充分显色。再加水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上，于 520nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的铁量。

5.3 分别取 0、50、100、150、200、250、300  $\mu\text{g}$  铁标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.2 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注 1：用草酸铵缓冲溶液提取时，宜在 25℃ 恒温环境下进行，不固定室温条件，测定结果的重现性就较差。在提取操作中，从草酸铵缓冲溶液加入 250mL 锥形瓶开始，直到离心分离后倾出澄清液，整个操作过程应连续进行，不能间歇，防止土壤样品与草酸铵缓冲溶液作用时间不同而影响提取量。

注 2：显色时，所加试剂不能颠倒加入，必须先加还原剂，然后加乙酸钠溶液，最后加显色剂。

注 3：提取液中的草酸盐对显色略有影响，在显色时分取 5mL 提取液，草酸盐浓度稀释 10 倍，对非晶质氧化铁的测定无干扰，可以省去破坏草酸盐操作。

## 6 结果计算

按下式计算土壤非晶质氧化铁含量：

$$W(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \times t \times 1.4297}{m \times k \times 10^3} \times 1000$$

式中： $W(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ —非晶质氧化铁含量，mg/kg；

$m$ —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

## 7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取一位小数（小于 1mg/kg，取二位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 非晶质氧化铁测定允许差

非晶质氧化铁量 (mg/kg)	允许差 (mg/kg)
100~300	5~15
10~100	0.5~5
1~10	0.05~0.5
0.2~1	0.02~0.05
0.1~0.2	0.01~0.02
< 0.1	< 0.01

## 8 参考文献

[1] 鲁如坤·土壤农业化学分析方法·北京：中国农业科技出版社·2000，65·