

F-HZ-DZ-TR-0124

土壤—有效铁的测定—火焰原子吸收光谱法

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 $4\mu\text{g/g}$ ~ $50\mu\text{g/g}$ 铁。

2 原理

酸性土壤和中性土用 0.1mol/L 盐酸为浸提剂浸取有效铁，石灰性土壤用 DTPA 为浸提剂浸取有效铁。浸出液用乙炔-空气火焰的原子吸收光谱法测定。没有任何干扰，而且可以同时测定锌、铜和锰。对铁的最灵敏线的波长是 248.3nm ，测定上限可达 0.01×10^{-6} ，最佳测定范围为 2×10^{-6} ~ 20×10^{-6} 铁。

3 试剂

3.1 盐酸[$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$]。

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 1000mL 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 铁标准溶液

3.3.1 铁标准贮备溶液： $100.0\mu\text{g/mL}$ ，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。

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

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 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 盐酸浸提有效铁。将称取的风干土壤放入 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 浸提剂浸提有效铁。将称取的风干土壤放入 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。

滤液可直接在原子吸收光谱仪上测定铁，选用波长为 248.3nm 。

注：原子吸收光谱法测定铁时，使用波长为 248.3nm 的共振线作为分析线。由于附近还有 248.8nm 和 249.1nm 两条强谱线，所以应极小心地调节测定所需的波长。

6.3 工作曲线的绘制：用 0.1mol/L 盐酸(酸性及中性土壤)或用 DTPA 浸提剂(石灰性土壤)配制 0 、 2.00 、 4.00 、 6.00 、 8.00 、 $10.00\mu\text{g/mL}$ 铁标准系列溶液，在原子吸收光谱仪上测定吸收值后绘制工作曲线，测量条件应与试样测定操作步骤相同。

7 结果计算

按下式计算有效铁的含量，以质量分数表示：

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

式中：

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

ρ ——由工作曲线查得测定液中有效铁的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_0 ——由工作曲线查得试样空白溶液中有效铁的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——测定液体积， mL ；

注：用提取液直接测定， V 即提取液体积。

m ——试样质量， g ；

k ——水分系数。

8 允许偏差

按下表规定。

表 1 允许偏差

测定值 mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$	绝对偏差 mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$	相对偏差 %
<10	<1.5	13~20
10~50	<5	11~13
50~100	<8	9~11
100~300	<15	5~9

9 参考文献

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