

F-HZ-DZ-TR-0158

土壤—亚铁的测定—光度法

1 范围

本方法适用于还原性土壤（新鲜土样）亚铁的测定。

2 原理

还原性土壤中存在一定量的亚铁，亚铁大致可区分为水溶态、交换态、络合态和沉淀态等四类。用硫酸铝浸提剂浸提时，可提取水溶态、交换态以及相当一部分的络合态和沉淀态亚铁，然后在 pH3~8 时，邻啡罗啉与亚铁生成红色络合物，光度法测定亚铁。

3 试剂

3.1 硫酸铝浸提剂：0.1mol/L，称取 66.6g 硫酸铝 $[Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O]$ ，溶于 950mL 水中，溶液 pH 约 1.5~1.9，用 5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 2.50，再加水稀释至 1000mL。

3.2 氢氧化钠溶液：5mol/L，称取 20g 氢氧化钠，溶于 100mL 水中。

3.3 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 μ g 铁。

3.4 盐酸羟胺溶液：称取 10g 盐酸羟胺 $(NH_2OH \cdot HCl)$ ，溶于水中，再加水稀释至 100mL。

3.5 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。

4 仪器

4.1 锥形瓶，250mL

4.2 容量瓶，50mL

4.3 分光光度计。

5 操作步骤

5.1 称取 10.0000g 新鲜土样（精确至 0.0001g，同时测定含水量）置于 250mL 锥形瓶中，加入 200.00mL 硫酸铝浸提剂，加塞，摇匀。放置 5min 后用慢速滤纸干过滤于另一 250mL 锥形瓶中，加塞，滤液立即进行亚铁的测定。滤液还可作还原性物质总量、活性还原性物质、二价锰的测定用。同时作空白试验。

5.2 吸取 20.00mL 滤液置于 50mL 容量瓶中，加入 1mL 盐酸羟胺溶液，摇匀。放置数分钟后，加入 5mL 邻啡罗啉溶液，再加水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 以上，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 μ 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：用硫酸铝作亚铁的浸提剂，是由于 Al^{3+} 具有较强的交换能力和相当强的络合能力。 SO_4^{2-} 不但具有相当强的交换能力和络合能力（对某些有机还原性物质），而且不致干扰以后在同一浸出液中测定各种还原性物质。此外，硫酸铝溶液还有很强的缓冲能力，在浸提过程中，可使浸出液的 pH 改变较小。浸出液的低 pH（pH 2.50 左右），有利于防止浸出液中亚铁的被氧化。同时，硫酸铝是一种电解质溶液，有助于土样的凝聚，便于过滤。

6 结果计算

按下式计算土壤亚铁量：

$$W(Fe^{2+}) = \frac{m_1 \times t}{m \times k \times 10^3} \times 1000$$

式中： $W(\text{Fe}^{2+})$ —亚铁量，mg/kg；

m_1 —在工作曲线上查得铁量， μg ；

t —分取倍数（待测液体积 200mL/吸取待测液体积 mL）；

m —新鲜土样质量，g；

k —新鲜土样换算成烘干土样的水分换算系数。

硫酸铝溶液提取的亚铁是活性还原性物质的一部分，为了计算活性有机还原性物质，土壤中的亚铁量要换算成 cmol/kg ，按下式计算：

$$W(\text{Fe}^{2+}) = \frac{w(\text{Fe}^{2+}) \times 10^{-3}}{M} \times 100$$

式中： $W(\text{Fe}^{2+})$ —亚铁量， cmol/kg ；

$w(\text{Fe}^{2+})$ —亚铁量，mg/kg；

M —铁的摩尔质量，55.85g/mol；

10^{-3} —mg 换算成 g 的系数；

100—换算成 cmol/kg 的系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取两位小数。两份平行测定结果允许差为 $0.05\text{cmol/kg} \sim 0.10\text{cmol/kg}$ 。

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·2000，82·