

测定土壤全铁的方法

——氢氧化钠碱熔比色法

李治祥

(安徽省农牧渔业厅土肥处)

本文推荐的氢氧化钠碱熔比色法是一种既简便又无需重要设备的测定土壤全铁的方法,适用于地、县级土壤化验室。

一、方法原理

土壤样品经氢氧化钠熔融后,铁、铝、锰、钛等矿质元素则以可溶性盐类存在,硅亦成为可溶性硅酸钠盐。熔块经盐酸溶解后,用盐酸羟胺还原三价铁,以邻啡罗啉显色,在72型分光光度计上用波长508纳米(nm)比色。本法可与土壤全磷、全钾联合测定。

二、比色波长的选择和对比较试验

(一)比色波长的选择 比色测定法,选择比色波长十分重要。据《化学分析手册》介绍,用邻啡罗啉作显色剂测定铁,其最大吸收波长为508纳米,测定范围0.25至2.5ppm,测定条件为pH2—9,有盐酸羟胺、柠檬酸存在。作者据此进行的实验结果列于表1。结果表明,最

表1 比色波长的选择试验

光密度 浓度 (ppm)	波 长 (nm)												
	500	502	504	506	508	510	515	520	530	540	550	560	570
0.5	0.102	0.102	0.102	0.104	0.105	0.102	0.102	0.097	0.084	0.058	0.036	0.020	0.013
1.0	0.193	0.193	0.193	0.104	0.195	0.193	0.190	0.181	0.149	0.107	0.063	0.032	0.018
1.5	0.288	0.290	0.291	0.292	0.293	0.292	0.290	0.275	0.222	0.158	0.096	0.046	0.028

3. 连续流动分析仪法与Olsen法测定土壤有效磷量时,二者所得数据基本接近,前者略大于后者,但在统计分析上无显著差异。而连续流动分析仪具有的快速、准确、省工、省力、省钱等优点则是Olsen法无可比拟的。

参 考 文 献

- [1] 顾益初、蒋柏藩, 农业化学中磷素分析方法概述, 土壤, 3期, 98页, 1980。
- [2] 中国土壤学会农业化学专业委员会编, 土壤农业化学常规分析方法, 99—101页, 科学出版社, 1984。
- [3] 中国科学院南京土壤研究所编, 土壤理化分析, 105—107页, 上海科学技术出版社, 1978。

大吸收峰位于508纳米处。故选择波长508纳米进行比色。

(二)对比试验 作者就土壤用铂金坩埚 + Na_2CO_3 熔融与用银坩埚 + NaOH 熔融对测定土壤全铁量的影响进行了对比试验,结果列于表 2。结果表明,两种方法的测定值之差,均在允许误差范围之内。可见,在测定中用银坩埚代替价格昂贵的铂金坩埚;用 NaOH 代替 Na_2CO_3 进行熔融,用一般的光电分光光度计代替原子吸收分光光度计,对分析结果并无明显影响。

(三)关于干扰元素 根据已有的资料来看,钛不干扰测定。其它元素只有在含量很高时才发生干扰。例如,锡、铝、钙、镁和硅的含量不超过铁的含量40倍;铬、锰、钒和磷的含量不超过铁的含量20倍;镍、铜、钴的含量不超过铁含量的5倍均不致发生干扰现象。

表 2 两种熔融方法对测定土壤全铁量的影响

土壤名称	铂坩埚96℃ 碳酸钠熔融法 ($\text{Fe}_2\text{O}_3\%$)	银坩埚720℃ 氢氧化钠熔融法 ($\text{Fe}_2\text{O}_3\%$)	两法结果相差
红松泥	9.94	9.91	0.03
黄斑田	4.81	4.82	-0.01
省参1号	5.75	5.73	0.02
省参2号	5.90	5.99	-0.09
坡黄土(P)	4.95	4.94	0.01
坡黄土(B)	4.45	4.54	-0.09
坡黄土(C)	5.80	5.97	-0.17
麻沙土	1.89	1.94	-0.05
两合土	5.60	5.61	-0.01

三、试剂和主要仪器

(一)试剂

1. 氢氧化钠(固体),分析纯。
2. 无水乙醇,分析纯。
3. 1:1HCl:量取250毫升浓盐酸倒入已有250毫升蒸馏水的烧杯中,搅匀,备用。
4. 1:9 H_2SO_4 :量取50毫升浓硫酸慢慢注入已有450毫升蒸馏水烧杯中,搅匀,备用。
5. 0.1%邻啡罗啉:称1克邻啡罗啉溶于1升蒸馏水中(内含0.1N HCl 5毫升)。
6. 10%盐酸羟胺:称10克盐酸羟胺溶于100毫升水中。
7. 10%醋酸钠:称10克醋酸钠溶于100毫升水中。
8. 铁标准溶液:称取1.0000克分析纯铁粉于烧杯中,加入167毫升1:1盐酸,加热溶解,冷却后,小心地移入1000毫升容量瓶中,最后用水定容至刻度。使用时应稀释40倍,使Fe浓度为25ppm。

(二)主要仪器 高温电炉(马福炉);银坩埚;72型分光光度计。

四、操作步骤

(一)试样分析步骤

1. 熔融:准确称取过100目筛的土样0.25克(精至0.1毫克)置于银坩埚中,用无水乙醇润样,加2克固体氢氧化钠盖于样品上。另称2克氢氧化钠置于另一银坩埚中作空白试验。将坩

坩置于马福炉内加热,先低温(200℃以下)脱水,然后逐渐升温直至720℃,保持30分钟后,关闭高温电炉。

2. 溶解:取出坩埚,稍冷,加入15毫升蒸馏水溶解(需浸泡2—3小时);或低温溶解。溶解毕,小心地移入250毫升容量瓶中,用少量水和1:9硫酸洗涤坩埚数次,各次洗涤液均移入容量瓶内,加入30毫升1:1盐酸,摇匀,用蒸馏水定容至刻度,供测全铁用,交可用以测定全磷和全钾。

3. 显色和比色:吸取上述溶液1毫升于50毫升容量瓶中,加蒸馏水约10毫升及10%盐酸羟胺1毫升。置10分钟后,加10%醋酸钠5毫升,然后加0.1%邻啡罗啉5毫升,摇匀,定容,在室温下放置1.5小时,充分显色。将此溶液注入1厘米比色皿中,在72型分光光度计上用波长508纳米进行比色。

(二)铁标准曲线的绘制

将已配妥的Fe浓度为1000ppm的标准溶液稀释40倍,制成Fe浓度为25ppm的溶液。吸此溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0毫升分别置于50毫升容量瓶中,并各加入1毫升空白熔融液作为背景。然后按本节(一)3中步骤进行显色和比色。

此铁标准液的色阶分别为0、0.5、1.0、1.5、2.0和2.5ppm。最后将结果绘制成标准曲线图。

五、结果计算

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = 1.43 \times r \times \frac{V}{W} \times \frac{V_2}{V_1} \times H \times \frac{100}{10^6}$$

式中:1.43——Fe与Fe₂O₃的换算因数;

r——由铁标准曲线上查得的待测液中Fe的ppm数;

V——样品制成溶液的体积;

W——风干土重;

V₁——吸取待测液的体积;

V₂——显色体积;

H——样品的含水率;

$\frac{100}{10^6}$ ——把ppm换算成%含量的常数。

参 考 文 献

- (1) 中国科学院南京土壤研究所,土壤理化分析,253—254页,上海科学技术出版社,1978。
- (2) 中南矿冶学院分析化学教研室等,化学分析手册,480页,科学出版社,1982。
- (3) 岩石矿物分析编写小组,岩石矿物分析,234—235页,地质出版社,1974。