

前 言

本标准是对 GB/T 7881—1987《森林土壤有效铁的测定》的修订。在修订中,对不符合国家法定计量单位标准的单位,不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改;在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

酸性土壤有效铁含量高,植物一般不会有缺铁的现象;石灰性土壤及磷量高的土壤,植物常出现缺铁症状。造成缺铁的土壤条件是:土壤金属离子例如铜或锰过多,土壤中有过多的磷,土壤 pH 值高, CaCO_3 含量高,土壤湿度大,土壤温度低以及根际土壤中 HCO_3^- 浓度高等。石灰性土壤用 DTPA 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。微量铁的化学测定最常用的是比色法,常用的显色剂有邻菲罗啉(二氮菲)和 α, α' -联吡啶等,邻菲罗啉与 Fe^{2+} 生成深红色的螯合物,反应在微酸性条件下进行。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。 α, α' -联吡啶与 Fe^{2+} 生成深红色络合物,颜色稳定,专一性强,除了铁以外,几乎不与其他金属离子反应,是较为理想的比色试剂。原子吸收分光光度法测定铁最为简便快速,且能与铜、锌、锰等元素同时测定。

自本标准实施之日起,原 GB/T 7881—1987 作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光澄、屠星南、张萍。

森林土壤有效铁的测定

Determination of available iron in forest soil

1 范围

本标准规定了采用邻菲罗啉比色法和原子吸收分光光度法测定石灰性森林土壤微量元素分析中有效铁的方法。

本标准适用于石灰性森林土壤微量元素分析中有效铁的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1258—1999 森林土壤有效硼的测定

LY/T 1260—1999 森林土壤有效铜的测定

3 邻菲罗啉比色法

3.1 方法要点

土壤的全铁含量能作判断土壤铁的供应情况的指标,在酸性土壤上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。微量铁的化学测定最常用的是比色法,常用的显色试剂有邻菲罗啉(即二氮菲)和 α, α' -联吡啶等。

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关系,以此来测定有效铁的含量。

3.2 试剂

3.2.1 100 g/L 盐酸羟胺溶液:10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 化学纯)溶解于水,稀释至 100 mL。临用前配制。

3.2.2 1 g/L 邻菲罗啉溶液:称 0.1 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$)溶于 100 mL 水中,稍加热促使溶解,置于棕色瓶中。

3.2.3 100 g/L 乙酸钠溶液:称取 10 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 分析纯)溶于水,定容至 100 mL。

3.2.4 10 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液:称取约 0.100 0 g 光谱纯铁丝或 0.702 3 g 硫酸亚铁铵($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于 20 mL 0.6 mol/L 盐酸中,必要时加热使之溶解,移入 1 L 容量瓶中,用水定容。计算其准确浓度(约为 100 $\mu\text{g/mL}$ 铁),此为贮备标准溶液。用水准确稀释成 10 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液。

3.2.5 DTPA 浸提剂:同 LY/T 1260—1999 中 3.2.2。

3.3 主要仪器

往复振荡器;高温电炉;分光光度计。

3.4 测定步骤

3.4.1 待测液的制备及测定:土壤有效铁用 DTPA 浸提剂浸提,方法同 LY/T 1260—1999 中 3.4.1。吸取 5~10 mL 滤液(含铁不超过 100 μg)移入 50 mL 玻璃烧杯中,在电炉上于低温下蒸干。移入高温电炉中于 450℃ 灰化。用 2 mL 6 mol/L 盐酸溶解残渣,转入 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 100 g/L 盐酸羟胺溶液,摇匀后加 8 mL 100 g/L 乙酸钠溶液,使溶液的 pH 值为 5,再加 10 mL 1 g/L 邻菲罗啉溶液,进行显色,定容摇匀,半小时后在分光光度计上比色,波长选用 530 nm,读取吸收值。

3.4.2 工作曲线的绘制:吸取 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铁标准溶液 1~10 mL,分别放入系列 50 mL 容量瓶中,加水至约 20 mL,按上述步骤进行显色和比色后绘制工作曲线。

3.5 结果计算

$$W_{\text{Fe}} = \frac{c \times V \times t_s}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: W_{Fe} ——有效铁(Fe)含量,mg/kg;

c ——由工作曲线查得铁的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——显色液体积,50 mL;

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

m ——土壤样品质量,g。

3.6 允许偏差

按 LY/T 1258—1999 中第 7 章的规定。

注:用 DTPA 溶液浸提石灰性土壤中的有效铁时,同浸提锌和铜一样,应特别注意浸提过程的标准化。土壤样品的研磨过程应特别注意防止铁的污染。

4 原子吸收分光光度法

4.1 方法要点

用乙炔-空气火焰的原子吸收分光光度法直接测定土壤浸出液中的铁是较满意的,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 248.3 nm,测定下限可达 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铁,最佳测定范围为 2~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铁。

4.2 试剂

4.2.1 DTPA 浸提剂:同 3.2.5。

4.2.2 铁标准溶液:同 3.2.4。

4.3 主要仪器

往复振荡机;原子吸收分光光度计。

4.4 操作步骤

土壤有效铁的浸提同 LY/T 1260—1999 中 3.4.1。将滤液直接在原子吸收分光光度计上测定,选用波长 248.3 nm。

工作曲线的绘制:用 DTPA 浸提剂稀释配制 2~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铁的标准系列溶液,直接在原子吸收分光光度计上测定吸收值后绘制工作曲线。测定条件应与土样测定时完全相同。

4.5 结果计算

$$\text{有效铁(Fe,mg/kg)} = c \times r \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——由工作曲线查得铁的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

r ——液土比(r =浸提时浸提剂毫升数/土壤克数)。

4.6 允许偏差

按 LY/T 1258—1999 中第 7 章的规定。

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