

20013457



SL237-067-1999

游离氧化铁试验

SL237—067—1999

游离氧化铁总量（米拉-杰克逊法）

无定形游离氧化铁（达姆试剂法）

1 定义和适用范围

1.0.1 土中呈游离状态（即非硅酸盐形式）铁的氧化物及其水化物称游离氧化铁。游离氧化铁根据其结晶程度分为结晶态游离氧化铁和无定形（即非晶质）游离氧化铁，无定形游离氧化铁是指不能产生 X—射线衍射图谱的铁的氧化物。

1.0.2 本试验用于测定土中游离氧化铁的总量和无定形游离氧化铁的含量，二者差减可得结晶质游离氧化铁。

1.0.3 本规程适用各种土类。

2 仪器设备和试剂

2.1 仪器设备

2.1.1 离心机，大于 3000 r/min，50 ml 离心管。

2.1.2 分析天平，称量 200 g，分度值 0.0001 g。

2.1.3 分光光度计，72 型或 721 型。

2.1.4 水浴锅（附温度控制器）。

2.1.5 振荡器。

2.1.6 其他设备：天平（分度值 0.1 克）、容量瓶、移液管、量杯、量筒、100 ml 棕色广口瓶、100 ml 试剂瓶。

2.2 仪器设备的检定和校准

2.2.1 分析天平：按相应的检定规程进行检定；

2.2.2 容量瓶：参照 JJG196—90《常用玻璃量器检定规程》进行

检定。

2.3 试剂

2.3.1 连二亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$)，化学纯。

2.3.2 氯化钠饱和溶液。

2.3.3 10% 盐酸羟氨。

2.3.4 1 mol/l 碳酸氢钠溶液：84.01g 碳酸氢钠 (NaHCO_3 ，化学纯) 溶于 1000 ml 纯水中。

2.3.5 0.3 mol/l 柠檬酸钠溶液：104.45 g 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，化学纯) 溶于 1000 ml 纯水中。

2.3.6 醋酸—醋酸钠缓冲溶液：68 g 醋酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot \text{H}_2\text{O}$) 溶于 500 ml 纯水中，加入 28.8 ml 冰醋酸，用纯水稀释至 1000 ml。

2.3.7 0.1% 邻菲罗啉：称取 1.0 g 邻菲罗啉 ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 溶于 1000 ml 纯水中（内含 0.1 mol/l 盐酸 5ml）。

2.3.8 达姆试剂：称 62.1 g 草酸铵、31.5 g 草酸溶于 2.5 l 纯水中，pH 约 8.2。

2.3.9 铁标准溶液：称 0.7017g 硫酸亚铁铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 溶于纯水中，加浓硫酸 5 ml，最后定容至 1000 ml，此时溶液含铁 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

2.3.10 铁标准溶液使用液：将 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 铁标准溶液稀释 10 倍成为 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的使用液，供比色制标准曲线。

3 操作步骤

3.1 试样处理

3.1.1 用分析天平称取 0.1~0.5 g 风干土样（游离氧化铁含量很低时要称 0.5~1.0 g），放入 50 ml 离心管中，加入 0.3mol/l 柠檬酸钠溶液 20 ml，1 mol/l 碳酸氢钠溶液 2.5 ml。

3.1.2 将离心管在水浴锅上加热至 80℃（不能超过此温度）后，加固体连二亚硫酸钠 0.5 g，不断搅拌 15 min，然后再加饱和氯化

钠溶液 5 ml, 取出冷却, 用离心机分离, 清液倒入 250 ml 容量瓶中, 如此反复处理至土样呈灰白色。

3.1.3 用 1 mol/l 氯化钠溶液洗涤离心管内残渣 2~3 次, 清液一并倒入容量瓶中, 定容待测游离氧化铁总量。

3.1.4 用分析天平称取 1~2g 土样, 放入 100ml 经过烘干的棕色广口瓶中, 用移液管或酸式滴定管加入 0.2mol/l 草酸铵缓冲溶液 50ml, 加塞振荡 2h 后, 立即倒入离心管中用离心机分离, 将澄清液倒入烘干的 100ml 试剂瓶中待测无定形铁之用。

3.2 测试

3.2.1 分别吸取一定量的上述两种待测液至 50 ml 容量瓶中, 加入 10% 盐酸羟氨 1 ml 摇匀放置 10 min, 加醋酸-醋酸钠缓冲溶液 5 ml, 加入 0.1% 邻菲罗啉 3 ml, 加水至刻度, 摇匀使其充分显色, 1 h 后于 508 nm 波长处用 1 cm 比色皿比色, 测定其消光值;

3.2.2 分别吸取 10 μ g/ml 铁标准溶液使用液 0、1、3、5、7、9 ml, 相应的含铁量为 0、10、30、50、70、90 μ g, 按本规程 3.2.1 的规定与待测液做同样处理显色, 比色测定其对应的消光值, 然后以含铁量为横坐标, 以消光值为纵坐标绘制标准曲线。

4 计 算

4.0.1 按式 (4.0.1) 计算游离氧化铁总量:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{F \times \frac{V_w}{V} \times n \times 10^{-6}}{m_d \times 10^{-3}} \quad (4.0.1)$$

式中 Fe_2O_3 ——游离氧化铁总量, g/kg;

F ——按待测液的消光值在标准曲线上查的得铁含量,
 μ g;

m_d ——烘干土质量, g;

V ——吸取待测液的体积, ml;

V_w ——浸提液的总体积, ml;

n ——Fe 与 Fe_2O_3 的换算系数, 1.4297;

10^{-6} —— μ g 换算成 g 的因数;

10^{-3} ——将 g 换算成 kg 的因数。

计算至 0.1 g/kg, 平行误差不大于 1 g/kg, 取算术平均值。

4.0.2 按式 (4.0.2) 计算无定形游离氧化铁:

$$\text{无定形游离氧化铁 Fe}_2\text{O}_3 = \frac{F_1 \times \frac{V_w}{V_1} \times n \times 10^{-6}}{m_d \times 10^{-3}} \quad (4.0.2)$$

式中 F_1 ——标准曲线上查的得铁含量, μ g;

m_d ——烘干土质量, g;

V_w ——达姆试剂浸提液的总体积, ml;

V_1 ——吸取待测液的体积, ml;

其余符号见本规程式 (4.0.1)。

计算至 0.1 g/kg, 平行误差不大于 1 g/kg, 取算术平均值。

4.0.3 按式 (4.0.3) 计算结晶态游离氧化铁:

$$\text{结晶态游离氧化铁} = \text{游离氧化铁总量} - \text{无定形游离氧化铁} \quad (4.0.3)$$

5 记 录

5.0.1 本试验记录格式如表 5.0.1-1、表 5.0.1-2。