

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 3000r/min,50ml 离心管。

2.1.2 分析天平,称量 200g,分度值 0.0001g。

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、100ml 棕色广口瓶、100ml 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 1mol/l 碳酸氢钠溶液:84.01g 碳酸氢钠(NaHCO_3 ,化学纯)溶于 1000ml 纯水中。

2.3.5 0.3mol/l 柠檬酸钠溶液:104.45g 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 1000ml 纯水中。

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

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

2.3.8 达姆试剂:称 62.1g 草酸铵、31.5g 草酸溶于 2.5l 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 5ml,最后定容至 1000ml,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 0.1~0.5g 风干土样(游离氧化铁含量很低时要称 0.5~1.0g),放入 50ml 离心管中,加入 0.3mol/l 柠檬酸钠溶液 20ml,1mol/l 碳酸氢钠溶液 2.5ml。

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 0.5g,不断搅拌 15min,然后再加饱和氯化钠溶

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

3.1.3 用 1mol/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 草酸氨缓冲溶液 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 试剂瓶中待测定无定形铁之用。

3.2 测试

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

3.2.2 分别吸取 10μg/ml 铁标准溶液使用液 0、1、3、5、7、9ml,相应的含铁量为 0、10、30、50、70、90μg,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:

$$Fe_2O_3 = \frac{F \times \frac{V_w}{V} \times n \times 10^{-6}}{m_d \times 10^{-3}} \quad (4.0.1)$$

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得的铁含量, μg;

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} —— μg 换算成 g 的因数;

10^{-3} ——将 g 换算成 kg 的因数。

计算至 0.1g/kg ,平行误差不大于 1g/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:

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

式中 F_1 ——标准曲线上查的得铁含量, μg ;

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 0.1g/kg ,平行误差不大于 1g/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。

表 5.0.1—1 游离氧化铁总量试验记录表

工程名称 _____ 试验者 _____
 试验方法 米拉—杰克逊法 _____ 计算者 _____
 试验日期 _____ 校核者 _____

| 土样 编号 | 烘干 土质量 m_d (g) | 浸提液 | | 消光值 | 从标准曲线 上查得的含 铁量 F (10^{-6}g) | 换算系数 n | 游离氧化铁含量 (g/kg) | |
|----------|---------------------------|----------------------|-------------------|-----|---|-------------|-------------------|-----|
| | | 总体积 V_w (ml) | 用量 V (ml) | | | | 计算值 | 平均值 |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |

表 5.1.1—2 无定形(非晶质)游离氧化铁试验记录表

工程名称 _____ 试验者 _____
 试验方法 达姆试剂法 _____ 计算者 _____
 试验日期 _____ 校核者 _____

| 土样 编号 | 烘干 土质量 m_d (g) | 浸提液 | | 消光值 | 从标准曲线 上查得的含 铁量 F (10^{-6}g) | 换算系数 n | 无定形游离 氧化铁含量 (g/kg) | |
|----------|---------------------------|----------------------|---------------------|-----|---|-------------|--------------------------|-----|
| | | 总体积 V_w (ml) | 用量 V_1 (ml) | | | | 计算值 | 平均值 |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |