

F-HZ-DZ-TR-0097

土壤—矿质全量元素（钙、镁）的测定—原子吸收分光光度法

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素（钙、镁）的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的溶液，以原子吸收分光光度法进行测定。铝、磷和高含量钛、硫对测定有影响，加入一定量氯化锶可消除干扰。大量钠离子对测定也有影响，在标准工作曲线中加入相应的氯化钠可消除干扰。盐酸浓度在 0.3mol/L 以上有较明显的影响，同样在标准工作曲线中加入相应的盐酸消除干扰。

3 试剂

3.1 钙标准溶液：称取已在 110℃ 烘 2h 的碳酸钙 2.4971g(CaCO₃)，精确至 0.0001g，置于 250mL 烧杯中，加少量水湿润，加入 10mL 盐酸溶液（1+1）溶解后，加热煮沸除去二氧化碳，用无二氧化碳的水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含 1000μg 钙。再用无二氧化碳的水稀释 5 倍得 1mL 含 200μg 钙标准溶液。

3.2 镁标准溶液：称取干燥的金属镁 1.0000g(Mg)，精确至 0.0001g，置于 250mL 烧杯中，加入少量水，再加入 10mL 盐酸溶液（1+1）溶解后，加热煮沸除去二氧化碳，用无二氧化碳的水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含 1000μg 镁。再用无二氧化碳的水稀释 20 倍得 1mL 含 50μg 镁标准溶液。

3.3 氯化锶溶液：称取 30g 氯化锶（SrCl₂·6H₂O）溶于水，再加水稀释至 1000mL。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 钙空心阴极灯。

4.3 镁空心阴极灯。

4.4 容量瓶，50mL。

5 操作步骤

5.1 试样测定：吸取 5.00mL 碱熔脱硅后的系统分析待测液[F-HZ-DZ-TR-0085 土壤矿质全量元素（硅）的测定（动物胶凝聚质量法）6.4 或 F-HZ-DZ-TR-0086 土壤矿质全量元素（硅）的测定（聚环氧乙烷凝聚质量法）6.3]置于 50mL 容量瓶中，加入 5mL 氯化锶溶液，加水稀释至刻度，摇匀。在选定工作条件的原子吸收分光光度计上于 422.7nm（钙）和 285.2nm（镁）波长处测定吸收值，从工作曲线上查得相应的钙量和镁量。同时做空白试验。

5.2 工作曲线：分别取 0、200、400、600、1000、1200、1400μg 钙标准溶液置于 50mL 容量瓶中，加入 2mL 盐酸溶液（1+4）和 1mL 100g/L 氯化钠溶液，再加入 5mL 氯化锶溶液，加水稀释至刻度，摇匀，然后在相同工作条件下测定吸收值，绘制钙工作曲线。另分别取 0、50、100、150、200、300、400μg 镁标准溶液置于 50mL 容量瓶中，与钙工作曲线同样操作，测定吸收值，绘制镁工作曲线。

注：标准工作曲线中要加入与待测液中相当量的盐酸和氯化钠，吸取 5mL 待测液，相当于 0.4mL 浓盐酸和 0.1g 氯化钠。如改变待测液吸取量，应相应改变盐酸溶液（1+4）和 100g/L 氯化钠溶液的加入量。

6 结果计算

土壤矿质全量元素（钙）量按（1）式或（2）式计算，土壤矿质全量元素（镁）量按（3）式或（4）式计算：

$$w_{\text{CaO}}(\text{g/kg}) = \frac{m_1 \times t \times 1.3992}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_{Ca}(g/kg)=w_{CaO}(g/kg) \times 0.7147 \dots \dots (2)$$

$$w_{MgO}(g/kg)=\frac{m_2 \times t \times 1.6583}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots \dots (3)$$

$$w_{Mg}(g/kg)=w_{MgO}(g/kg) \times 0.6030 \dots \dots (4)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得钙量， μg ；

m_2 ——从工作曲线上查得镁量， μg ；

t ——分取倍数（脱硅后系统分析待测液体积 250mL/吸取溶液体积 mL）；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数；

1.3992——钙换算成氧化钙的系数；

0.7147——氧化钙换算成钙的系数；

1.6583——镁换算成氧化镁的系数；

0.6030——氧化镁换算成镁的系数。

7 允许差

试样进行两份平行测定，取其算术平均值，取两位小数（大于 5g/kg 取一位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素（钙、镁）测定允许差

钙、镁量 (g/kg)	允许差 (g/kg)
>500	>2.5
50~500	1~2.5
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

8 参考文献

- [1] LY/T1253-1999. 森林土壤矿质全量元素（硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量）的测定.
- [2] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京：中国标准出版社. 1996，52.
- [3] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京：中国农业科技出版社. 1999，55.