

## F-HZ-DZ-TR-0111

### 土壤—有效锰的测定—火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本方法适用于土壤中有有效锰量的测定。

测定范围：质量分数为 0.02%~1% 锰。

#### 2 原理

土壤有效态锰包括水溶性锰、交换性锰和易还原性锰。有效锰用含有还原剂对苯二酚的中性乙酸铵溶液浸取，浸出液中的锰用火焰原子吸收光谱法测定。

#### 3 试剂

3.1 对苯二酚[C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(OH)<sub>2</sub>]。

3.2 中性乙酸铵溶液[c(NH<sub>4</sub>OAC)=1mol/L]：称取 77.1g 乙酸铵溶于 900mL 水中，用 3mol/L 乙酸或 3mol/L 氢氧化铵在 pH 计上调节 pH 至 7.00±0.05，用水稀释至 1L，摇匀。

#### 3.3 锰标准溶液

3.3.1 锰标准贮备溶液：1.00mg/mL，称取 1.0000g 预先经稀硫酸(5+95)处理，然后用水洗，再用无水乙醇洗净表面的氧化物的金属锰(99.99%)溶解于少量盐酸(优级纯)中，在水浴上蒸干后，加入 5mL 盐酸，再蒸干。加数滴盐酸和水溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 锰。

3.3.2 锰标准溶液：50.0μg/mL，吸取上述锰标准贮备溶液，用空白浸提剂稀释 20 倍，配制成 1mL 含 50.0μg 锰标准溶液。

#### 4 仪器

火焰原子吸收光谱仪。

#### 5 试样制备

新鲜土壤。在称取新鲜土壤测定时，另称一份土壤测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

#### 6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行空白试验。

#### 6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：称取 10.0g 新鲜土壤，精确至 0.01g。置于 200mL 三角瓶内，加 100mL 中性乙酸铵溶液和 0.2g 对苯二酚，塞紧瓶口放入振荡机内，振荡 30min，放置 6h，并时加摇动，离心分离或过滤。

注：有效锰浸出液应及时测定，因浸出液放置时间长了会发生沉淀而吸附 Mn<sup>2+</sup>，使测定结果偏低。

6.2.2 测量吸光度：吸取部分滤液稀释至待测液质量浓度 ρ(Mn) 为 2μg/mL~10μg/mL，用原子吸收光谱仪测定。

测定时按仪器最佳工作条件调节仪器。锰的分析谱线为 279.5nm，测量锰的吸光度，从工作曲线查得相应的锰量。

6.3 工作曲线的绘制：吸取锰标准溶液(50.0μg/mL)，用空白浸提剂配制成 ρ(Mn) 为 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00μg/mL 的标准系列溶液，以下步骤按第 6.2.2 条进行。以锰量为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：因浸提剂中盐浓度较高，容易堵塞燃烧器狭缝，因此测定完后，应用水较长时间洗涤毛细管和燃烧器狭缝。每测定 5 个~8 个试样后，要用标准溶液校正。

#### 7 结果计算

按下式计算有效锰的含量，以质量分数表示：

$$w_{\text{有效 Mn}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times t_s}{m \times k}$$

式中：

$w_{\text{有效 Mn}}$ ——有效锰的质量分数，mg/kg；

$\rho$ ——测定液中锰的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\rho_0$ ——试样空白溶液中锰的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——测定液体积，mL；

$t_s$ ——分取倍数；

$t_s$ —— $t_s = \text{浸提时所用浸提剂体积(mL)}/\text{测定时吸取浸出液体积(mL)}$ ；

$m$ ——试样质量，g；

$k$ ——水分系数。

## 8 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，62.