

**F-HZ-DZ-TR-0094**

土壤—矿质全量元素（锰）的测定—光度法

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素（锰）的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的溶液，在 pH10~14 条件下，二价锰与甲醛肟反应生成红褐色的甲醛肟锰络合物，以光度法测定锰。本法显色迅速，颜色可稳定 16h 以上。铁与甲醛肟生成褐色络合物，影响锰的测定，可加入盐酸羟胺和 EDTA 消除。

3 试剂

3.1 甲醛肟溶液：称取 4g 盐酸羟胺溶于水，加入 2mL 浓甲醛，用水稀释至 100mL，贮于棕色瓶中，冷藏可使用 1 个月。

3.2 缓冲溶液：pH10，称取 6.8g 氯化铵溶于 30mL 水中，加入 57mL 氢氧化铵( $\rho$  0.90g/mL)，再加水稀释至 100mL。

3.3 氢氧化铵，1+1。

3.4 盐酸羟胺溶液：称取 10g 盐酸羟胺，溶于 100mL 水中，现用现配。

3.5 EDTA 溶液：称取 3.7g EDTA 二钠盐，溶于 100mL 水中。

3.6 酚酞试纸。

3.7 锰标准溶液：取一定量七水硫酸锰 ( $MnSO_4 \cdot 7H_2O$ )，先置于 150℃烘箱中烘干，再移入高温炉中于 400℃灼烧 2h，放入干燥器中冷却，制得无水硫酸锰 ( $MnSO_4$ )。称取 0.2749g 无水硫酸锰（精确至 0.0001g）溶于水，加入 10mL 盐酸( $\rho$  1.19g/mL)，再用水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 锰。再用水稀释 1 倍，得到 1mL 含 50 $\mu$ g 锰标准溶液。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 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，加水至约 20mL，用氢氧化铵(1+1)调节至 pH10（酚酞试纸刚变红色），加入 2mL 缓冲溶液，摇匀，再加 2mL 甲醛肟溶液，摇匀。放置 3min 后，加入 2mL 盐酸羟胺溶液，摇动 1min 后加入 1mL EDTA 溶液，再用水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 使甲醛肟铁络合物分解后，在分光光度计上，于 455nm 波长处，用 1cm~2cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的锰量。同时做空白试验。

5.2 工作曲线：分别取 0、50、100、150、200、250、300 $\mu$ g 锰标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.1 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注：pH<9，锰吸光度降低。pH>10，铁络合物较难分解，使测定结果偏高。

6 结果计算

土壤矿质全量元素（锰）量按（1）式或（2）式计算：

$$w_{MnO}(\text{g/kg}) = \frac{m_1 \times t \times 1.2912}{m \times K \times 10^6} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_{Mn}(\text{g/kg}) = w_{MnO}(\text{g/kg}) \times 0.7745 \dots\dots(2)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得锰量， $\mu$ g；

$t$ ——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；

1.2912——锰换算成氧化锰的系数；

0.7745——氧化锰换算成锰的系数。

## 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（锰）测定允许差

锰量 (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. 1996，51.