

F-HZ-DZ-TR-0109

土壤—全锰的测定—火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中全锰量的测定。

测定范围：质量分数为 0.02%~1%锰。

2 原理

试样经氢氟酸-硝酸分解，在 0.24mol/L 盐酸介质中，于原子吸收光谱仪上，以塞曼效应校正法或连续光谱灯背景校正法校正背景，在空气-乙炔火焰中原子化，用直接测定法测量锰 279.5nm 的原子吸收。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42g/mL)。

3.3 盐酸，1+1。

3.4 锰标准溶液

3.4.1 锰标准贮备溶液：1.00mg/mL，称取 1.0000g 预先经稀硫酸(5+95)处理，再用水洗，后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。

3.4.2 锰标准溶液：50.0 μ g/mL，吸取上述标准贮备溶液，稀释 20 倍，配制成 1mL 含 50.0 μ g 锰标准溶液。

4 仪器

火焰原子吸收光谱仪。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。称样测定时，另称一份试样测定吸附水，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 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于 30mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样，加 10mL 硝酸和 5mL 氢氟酸，低温消煮 1h 后，用调压变压器调节并升温至坩埚内的溶液连续出现小气泡逸出，蒸至糊状时取下。沿坩埚壁转动加入 2mL 硝酸蒸至近干。加 2mL 盐酸(1+1)，低温加热溶解残留物。将坩埚内容物移入 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

6.2.2 测量吸光度：稀释待测液，控制锰的浓度 ρ (Mn)为 2 μ g/mL~10 μ g/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，调节波长为 279.5nm，光谱带宽为 0.7nm~1.3nm，点燃空气-乙炔火焰，用水调零，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 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 锰标准溶液(50 μ g/mL)分别置于一组聚四氟乙烯坩埚中，配制成 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 μ g/mL 的锰标准系列溶液，以下按第 6.2.1 条~6.2.2 条操作步骤进行。以锰量为横坐标，将吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算全锰的含量，以质量分数表示：

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

式中：

w_{Mn} ——全锰的质量分数，mg/kg；

ρ ——测定液中锰的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_0 ——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；

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，1996，60.
- [2] GB/T14506.10-93. 硅酸盐岩石化学分析方法[S]. 北京：中国标准出版社，1993，45.