

F-HZ-DZ-TR-0110

土壤—全锰的测定—高碘酸钾光度法

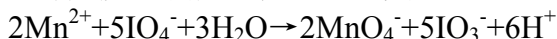
1 范围

本方法适用于土壤中全锰量的测定。

测定范围：质量分数为 0.015%~1.5% 锰。

2 原理

试样经氢氟酸-硫酸分解后，在酸性溶液中，用高碘酸钾将二价锰氧化成紫红色高锰酸，借此进行光度法测定。其反应式为：



在波长 540nm 处测量吸光度。

3 试剂

3.1 高碘酸钾(KIO₃)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)。

3.4 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

3.5 磷酸，1+1。

3.6 锰标准溶液

3.6.1 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，风干后的高纯金属锰溶于稀硝酸中，加热溶解，冷却后，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 锰。

3.6.2 锰标准溶液：50.0μg/mL，吸取上述标准贮备溶液，用水稀释 20 倍，配制成 1mL 含 50.0μg 锰标准溶液。

4 仪器

分光光度计。

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 氢氟酸、2mL 硫酸，置于电热板上加热至近干(糊状)，冷却。加 10mL~20mL 水，低温加热溶解残留物，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.2.2 显色、测量吸光度：吸取一定量溶液(含锰量约 0.01μg~0.3μg)置于 100mL 烧杯中，加 2mL 硝酸、10mL 磷酸(1+1)，用水稀释至约 40mL，加 0.3g 高碘酸钾，加盖表面皿，加热至沸，并保持微沸 5min，待显色完全再保温 10min，冷却至室温，移入 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上，于波长 540nm 处，以试剂空白为参比测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的锰量。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL 锰标准溶液(50μg/mL)，分别置于 100mL 烧杯中，以下按第 6.2.2 条操作步骤进行。配制成 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00μg/mL 锰的标准系列溶液。以锰的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算锰的含量，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 ——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；

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，1993，43.