

ICS
B10

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1263—1999

森林土壤交换性锰的测定

Determination of exchangeable manganese in forest soil

1999 - 07 - 15 发布

1999 - 11 - 01 实施

国家林业局 发布

前 言

本标准是对GB/T 7882-1987《森林土壤交换性锰的测定》的修订。在修订中，对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改；在编写上，按GB/T 1.1-1993的要求执行。

土壤交换性锰常用1 mol/L乙酸铵浸提，浸提出的锰主要是二价锰离子，土壤样品的风干和放置都会使水溶性锰和交换性锰增加，为了避免土壤贮存条件给分析带来误差，应当使用保持田间水分的新鲜土壤，尽量减少贮存时间，同时测定土壤水分换算系数(K_f)对分析结果进行换算；浸出液中交换性锰用高锰酸钾比色法和原子吸收分光光度法测定；高锰酸钾比色法其灵敏度可满足土壤和植物中锰的分析要求，如用其他显色剂，如隐性孔雀绿和甲醛肟的比色法，虽比高锰酸钾法灵敏，但是受铁的干扰，需要萃取分离或者采取其他措施来消除干扰；浸出液中交换性锰用原子吸收分光光度法测定最为简便，浸出液中锰无需分离可直接测定。

自本标准实施之日起，原GB/T 7882-1987作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人：张万儒、杨光滢、屠星南、张萍。

森林土壤交换性锰的测定

1 范围

本标准规定了采用高锰酸钾比色法和原子吸收分光光度法测定森林土壤微量元素分析中交换性锰的方法。

本标准适用于森林土壤微量元素分析中交换性锰的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

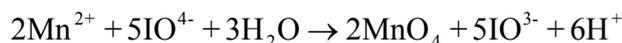
LY/T 1258-1999 森林土壤有效硼的测定

3 高锰酸钾比色法

3.1 方法要点

本方法用1 mol/L乙酸铵浸提。

高锰酸钾比色法，是用适当的强氧化剂将 Mn^{2+} 氧化成紫红色的 MnO_4^- 离子，即可直接进行比色。常用的氧化剂是高碘酸钾或过硫酸铵。高碘酸钾与 Mn^{2+} 的反应如下：



还原性物质及氯离子干扰显色，必须事先除去。 Fe^{3+} 能使溶液呈黄色，可用 H_3PO_4 掩蔽。

高锰酸钾离子的吸收峰在波长525 nm至545 nm处。浓度在0.6~25 $\mu g/mL$ 锰范围内符合比尔定律。在有过量高碘酸钾存在时，颜色在两个月内稳定。缺锰土壤主要是质地较轻的石灰性土壤。

3.2 试剂

3.2.1 浓硝酸(分析纯)。

3.2.2 浓过氧化氢(分析纯)。

3.2.3 浓磷酸(分析纯)。

3.2.4 碘酸钾(分析纯)。

3.2.5 1 mol/L 中性乙酸铵溶液：77.1 g 乙酸铵(NH_4OAc ，分析纯)溶于大约 900 mL 水中，用 3 mol/L 乙酸或 3 mol/L 氨水在 pH 计上调节 pH 值至 7.00 \pm 0.05，用水稀释至 1 L。

3.2.6 10 $\mu g/mL$ 锰标准溶液：0.2479 g 无水硫酸锰溶于水中，加 1 mL 浓硫酸，用水定容至 1 L，此为 100 $\mu g/mL$ 锰标准溶液。将此溶液用水稀释 10 倍，成为 10 $\mu g/mL$ 锰标准溶液(无水硫酸锰按下法制得：将硫酸锰($MnSO_4 \cdot 7H_2O$)于 150℃ 烘干，移入高温电炉中，于 400℃ 灼烧 2 h)。

3.3 主要仪器

往复振荡机；分光光度计。

3.4 测定步骤

3.4.1 待测液的制备：称取 10.0 g 新鲜土壤(土壤样品应事先用玻璃棒捣碎，并尽可能混匀。同时称取一份新鲜土壤测定水分，以便计算相当于 10 g 新鲜土的干土质量)，盛入 250 mL 锥形瓶中，加 100 mL 1 mol/L 中性乙酸铵溶液，加塞。在往复振荡机上振荡半小时，放置 6 h，并时加摇动。离心分离或过滤。

3.4.2 测定：吸取 50.0 mL 滤液(含 10~300 μg 锰)放入 100 mL 烧杯中，加 5 mL 浓硝酸和 2 mL 浓过氧化氢，盖上表面皿，蒸发至干。必要时再加硝酸和过氧化氢反复处理，直到有机质完全破坏。蒸发至干以除去过氧化氢。加 5 mL 浓磷酸，用表面皿加盖后煮沸。冷却到 50℃ 左右，加水 10 mL。旋转烧杯使之混合均匀。加 0.2~0.3 g 碘酸钾，盖上表面皿后继续加热到显色为止。加水使体积接近 50 mL，继续加热近沸，并且保持半小时左右。定量地移入 50 mL 容量瓶中，用水定容。在 540 nm 波长处比色测定吸收值。由工作曲线查得比色液中锰的浓度。

3.4.3 工作曲线的绘制：吸取 10 μg/mL 锰的标准溶液 5~30 mL，分别放入一系列 100 mL 烧杯中，按上述步骤显色，定容成 50 mL 后测定吸收值，绘制工作曲线。

3.5 结果计算

$$W_{Mn^{2+}} = \frac{c \times V \times t_s}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： $W_{Mn^{2+}}$ ——有效锰(Mn²⁺)含量，mg/kg；

c ——由工作曲线查锰的浓度，μg/mL；

V ——显色液体积，50 mL；

t_s ——分取倍数[$t_s = \text{浸提时所用浸提剂体积(mL)}/\text{测定时吸取浸出液体积(mL)} = 100/50$]；

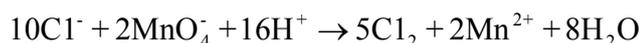
m ——土壤样品质量，g。

3.6 允许偏差

按LY/T 1258-1999中第7章的规定。

注：

注 1：氯离子会干扰显色，因为 Cl⁻ 能使 MnO₂ 还原成 Mn²⁺：



因而消耗多量的碘酸钾。除了盐土以外，一般土壤中少量氯离子不会造成严重的干扰。只要使碘酸钾保持过量，可以允许少量氯离子存在。当土壤中氯离子过多时，应加入硫酸后煮沸除去氯离子，或加入硫酸和硝酸煮沸除去氯离子。在本比色法的整个分析过程中不可加入盐酸或氯化物。

注 2：稀释与定容所用的水事先用氧化剂作如下处理：将 1 L 水盛在容积为 2 L 的烧瓶中，加 100 mL 浓磷酸和 1 g 碘酸钾，加热煮沸 1 h，严密加盖备用。

4 原子吸收分光光度法

4.1 方法要点

用原子吸收分光光度法测定土壤中的交换性锰和易还原锰，一般没有杂质干扰，可用浸出液直接测定，选用波长为279.5 nm。

4.2 试剂

4.2.1 1 mol/L 中性乙酸铵溶液和 10 μg/mL 锰标准溶液，均同 3.2.5、3.2.6，但锰标准溶液需用 1 mol/L 乙酸铵配制。

4.3 主要仪器

往复振荡机；原子吸收分光光度计。

4.4 测定步骤

4.4.1 土壤交换性锰的浸提与比色法 3.4.1 相同。浸出液可直接在原子吸收分光光度计上于 279.5 nm 处测定锰的吸收值。

4.4.2 工作曲线的绘制：用 1 mol/L 乙酸铵配制的锰标准溶液系列，浓度为 0.025~5.0 μg/mL 锰，直接在原子吸收分光光度计上测定吸收值后，绘制工作曲线。

4.5 结果计算

$$W_{Mn^{2+}} = c \times r \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $W_{Mn^{2+}}$ ——交换性锰(Mn^{2+})含量，mg/kg；

c ——由工作曲线查得锰的浓度，μg/mL；

r ——液土比(r =浸提时浸提剂毫升数/干土壤克数=100/ m)。

4.6 允许偏差

按LY/T 1258-1999中第7章的规定。