

土壤有机质的测定

徐泽宇, 周冲, 杜珺天, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 文章采用滴定的方法测定土壤有机质, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 土壤;碳酸根;碳酸氢根

本实验是在加热条件下, 用过量的重铬酸钾-硫酸溶液氧化土壤有机碳, 多余的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定, 由消耗的重铬酸钾量按氧化校正系数计算出有机碳量, 再乘以常数 1.724, 即为土壤有机质含量。

1 基本信息

1.1 样品信息

土壤样品

1.2 测试项目

土壤有机质的测定

1.3 测试仪器

T960 系列全自动滴定仪、氧化还原电极、VAV-40 加热板

1.4 参考方法

《耕地质量等级》附录 C 土壤有机质的测定 (GB/T 33469-2016)

《森林土壤有机质的测定及碳氮比的计算 (LY/T1237-1999)》

《土壤干物质和水分的测定 重量法 (HJ 613-2011)》

2 样品测试

2.1 样品前处理

风干土壤样品的制备: 取适量新鲜土壤样品铺在干净的玻璃板上, 避免阳光直射, 在环境温度不超过 40 °C 的条件下自然风干, 去除石头、树枝等杂物, 过 2 mm 样品筛。将 >2mm 的土块粉碎后过 2 mm 样品筛, 混匀, 待测。其干物质采用重量法测定。(参考《土壤干物质和水分的测定 重量法 (HJ 613-2011)》)。

重铬酸钾-硫酸溶液 (0.4 mol/L) 的配制: 取 40.0 g 重铬酸钾 (化学纯) 溶于 600-800 mL

水中，用滤纸过滤过滤到 1 L 量筒内，用水洗涤滤纸，并加水至 1 L。将此溶液移至 3 L 的大烧杯中；另取 1 L 密度为 1.84 g/mL 的浓硫酸（化学纯）慢慢地倒入重铬酸钾水溶液中，不断搅拌。为避免溶液急剧升温，每加约 100 mL 浓硫酸后可稍等片刻，并把大烧杯放在盛有冷水的大塑料盆内冷却，当溶液的温度降到不烫手时再加另一份硫酸，直到全部加完为止。

重铬酸钾溶液的配制（0.1 mol/L）：准确称取 130 °C 烘 2~3 h 的重铬酸钾（优级纯）4.904 g，先用少量水溶解，然后无损地移入 1000 mL 容量瓶中，加水定容至 1 L。

邻菲罗啉指示剂的配制：称取 1.49 g 邻菲罗啉溶于含有 1.00 g 六水合硫酸亚铁铵的 100 mL 的水溶液中。此指示剂易变质，密闭保存于棕色瓶中。

硫酸亚铁溶液（0.1 mol/L）的配制及标定：称取 40.0 g 硫酸亚铁铵（化学纯）溶解于 600~800 mL 水中，加浓硫酸（化学纯）20 mL 后搅拌均匀，静止片刻后用滤纸过滤到 1 L 容量瓶中，再用水洗涤滤纸并加水至 1 L。此溶液易被空气氧化而致浓度下降，每次使用时应标定其准确度。标定时吸取 0.1000 mL/L 重铬酸钾标准溶液 20.00 mL 放入样品杯中，加浓硫酸 3~5 mL 和邻菲罗啉指示剂 3 滴，以硫酸亚铁溶液滴定，根据溶液消耗量计算硫酸亚铁溶液的浓度。

2.2 测试过程

准确称取通过 0.25 mm 孔径筛风干试样 0.05~0.5 g（精确到 0.0001 g，称样量根据有机质含量范围而定），放入硬质试管中，然后准确加入 10.00 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液。将试管放入提前加热至 185~190 °C 的加热板中，放入后控制加热板温度为 170~180 °C，等溶液沸腾时开始计时，5 min±0.5 min 后将试管取出，冷却片刻后将试管内的消煮液及土壤残渣无损地转入至样品杯中，用水清洗试管，洗液并入样品杯中并控制总体积在 50~60 mL，加入 3 滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的重铬酸钾，溶液由橙黄经蓝绿到棕红色为终点。如滴定所用的硫酸亚铁溶液不到空白试验所耗硫酸亚铁溶液的 1/3，则应减少土壤称样量重新测定。每次分析时，应同时做 2 个空白试验，即取约 0.2 g 石英砂或土壤替代样品，其他步骤与土样测定相同。

2.3 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	5
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mV	滴定速度：	标准

最小添加体积:	0.02mL	预滴定添加体积:	15mL
结束体积:	50mL	预滴定搅拌时间:	30s
滴定前平衡电位:	10mV	补液速度:	5
电位突跃量:	300	预控 mV 值:	无

3 实验结果

3.1 计算结果

$$O.M = \frac{C \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.10}{m \times K_2} \times 1000$$

式中:

O.M——土壤有机质的质量分数, g/Kg;

C—硫酸亚铁标准溶液的浓度,mol/L;

V₀—空白标定用去硫酸亚铁溶液体积,mL;

V—滴定土样用去硫酸亚铁溶液体积,mL;

0.003— $\frac{1}{4}$ 碳原子的摩尔质量,g/mmol;

1.1—氧化校正系数;

1.724—将有机碳换算成有机质的系数;

m—风干土样质量,g;

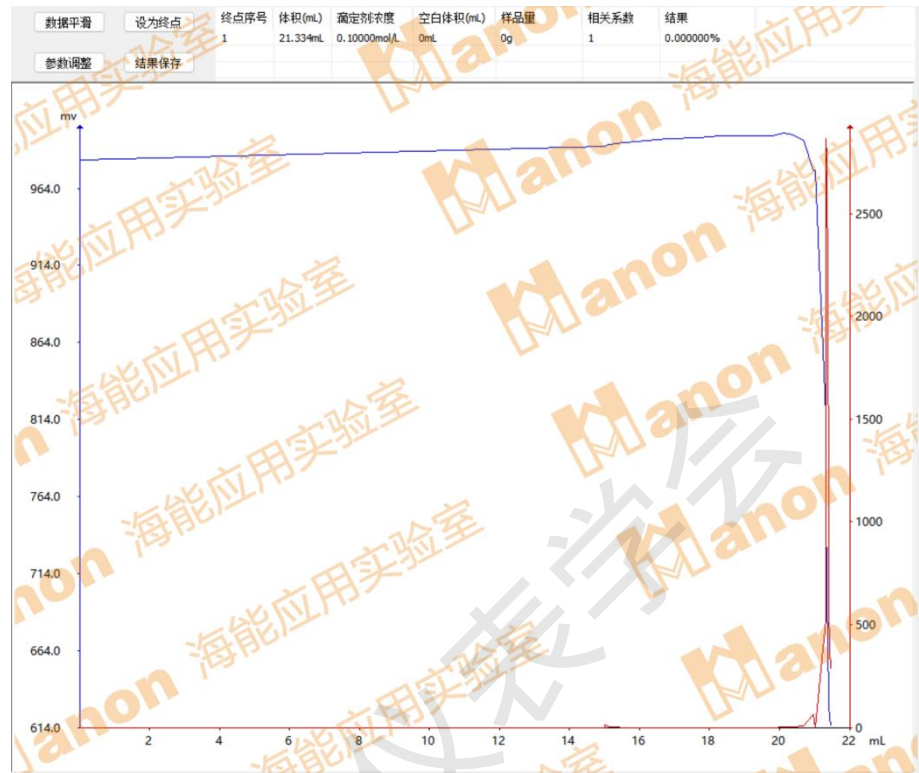
K₂—将风干土换算成烘干土的水分换算系数;

1000——换算成每公斤含量。

全自动滴定结果

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样质量 (g)	滴定体积 (mL)	有机质含量 (g/kg)	平均值 (g/kg)	RSD(%)
空白 1		0	42.114	/		
空白 2		0	41.853	/		
土样样 品	0.1009	0.2120	20.560	58.24	57.77	1.694
		0.1971	22.787	56.13		
		0.2035	21.334	58.48		
		0.2067	21.542	57.00		
		0.2023	21.522	58.29		

3.2 图谱



4 实验小结

本次实验主要通过加热板加热使过量的重铬酸钾氧化土壤中的有机碳，用 T960 全自动滴定仪滴定多余的重铬酸钾，实验所得结果重复性较好。使用 T960 全自动滴定仪自动识别的滴定终点与指示剂显示的滴定终点一致。预添加体积约为空白试验消耗的 1/3（若预添加完成后已达到滴定终点，应减少取样量重新测定），有效减少了滴定所需的时间。