电位滴定仪测试土壤有机质

1 前言

土壤有机质是存在于土壤中所有含碳有机物，包括动植物残体、微生物及其分解合成各类有机物。作为土壤重要组分，土壤有机质通常作为土壤肥力水平高低一个重要指标，其不仅是土壤各种养分特别是氮、磷重要来源。由于土壤有机质对土壤肥力起着重要作用，因此土壤有机质测定具有十分重要意义。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

150mL 滴定杯、SH60A 全自动消解仪、T960 电位滴定仪、复合氧化还原电极、10mL 滴定管单元、其他实验室设备

2.2 试剂

重铬酸钾标准溶液（0.8000mol/L）、硫酸亚铁溶液（0.5mol/L）、浓硫酸（AR）、硫酸银（AR）：研成粉末。

3 实验方法

3.1 实验步骤

称样：用减量法准确称取通过 0.149mm（100 目）孔径筛风干试样 0.1～0.5g（精确至 0.0001g，称样量根据有机质含量范围而定），放入硬质试管中，加入粉末状的硫酸银 0.1g，用吸管加入 5mL 重铬酸钾标准溶液，然后用注射器注入 5mL 浓硫酸，并小心旋转摇匀。

消煮：石墨消解炉加热至 185～190℃，将盛土样的大试管插入消解炉中加热，此时应控制锅内温度 170～180℃，并使溶液保持沸腾 5min，然后取出试管，稍冷后，如煮沸后的溶液呈绿色，表示重铬酸钾用量不足，应再称取较少的土样重做。

滴定：如果溶液呈橙黄色或黄绿色，则冷却后将试管内的消煮液及土壤残渣无损地转入 150mL 滴定杯中，用水冲洗试管，洗液并入三角瓶中，使滴定杯内溶液的总体积控制在 60～80mL。用 0.2mol/L 硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的重铬酸钾。每批分析时，必须同时做 2-3 个空白试样标定：空白标定不加土样，但加入大约 0.1~0.5g 石英砂，其他步骤与土样测定完全相同，记录硫酸亚铁用量。

4 结果与计算

4.1 计算公式

$$W_{c.o} = \frac{\frac{c \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.1}{m_1 \times K_2} \times 1000$$

$$W_{om} = W_{c.o} \times 1.724$$

式中：

$W_{c.o}$ —有机碳含量，g/kg；

W_{om} —有机质含量，g/kg；

c —重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L；

5.0 —重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

V_0 —空白标定用去硫酸亚铁标准溶液体积，mL；

V —滴定土样用去硫酸亚铁标准溶液体积，mL；

0.003 —1/4 碳原子的毫摩尔质量，g/mmol；

1.1 —氧化校正系数；

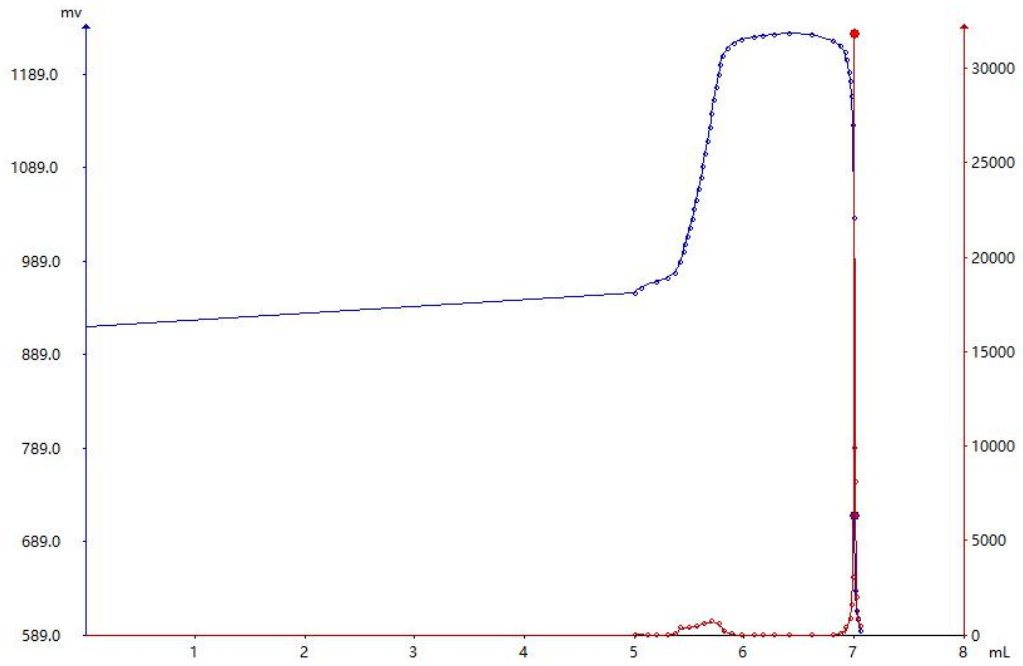
1.724 —由有机碳换算成有机质的系数；

m_1 —风干土样的质量，g；

K_2 —将风干土换算到烘干的水分换算系数；

1000 —换算成每千克含量。

4.2 图谱



参考文献

LY/T1237-1999 森林土壤有机质的测定及碳氮比的计算。

注意事项

1、为了保证有机碳氧化完全，如样品测定时所用硫酸亚铁溶液体积小于空白标定时所消耗硫酸亚铁体积的三分之一时，需减少称样量重做。

2、空白标定同时得硫酸亚铁的精确浓度。

3、如样品的有机质含量大于 150g/kg 时，可用固体稀释法来测定。方法如下：称以磨细的样品 1 份（准确到 1mg）和经过高温灼烧并磨细的矿质土壤 9 份（准确度同上），使之充分混合均匀后，再从中称样分析，分析结果以称量的十分之一计算。重铬酸钾容量法不宜用于测定含氯化物的土壤，如土样中含 Cl^- 量不多，加此硫酸银可消除部分干扰，但效果并不理想，凡遇到含 Cl^- 多的土壤，可考虑用水洗的办法来克服，经水洗处理后测出的土壤有机质总量不包括水溶性有机质组分，应加以说明。