

土壤有机质含量测定方法的改进研究

郝国辉, 邵劲松

(江苏省农产品质量检验检测中心, 江苏 南京 210036)

摘要:通过研究改进了土壤有机质含量的测定方法。首先称取适量土壤置于长管消解系统中进行消解, 然后采用全自动电位滴定仪进行滴定, 直接获得土壤的有机质含量。使用该方法测定的土壤标准样品的有机质含量均在保证值以内, 同时对实际样品进行精密密度测试, 得到相对标准偏差为 1.03%。该方法降低了土壤有机质含量检测的实验成本, 减少了环境污染, 同时提高了实验数据的准确度与精密密度, 值得推广。

关键词:土壤; 有机质含量; 长管消解系统; 电位滴定仪

中图分类号: X830.2

文献标志码: A

文章编号: 2095-6819(2014)02-0202-03

doi: 10.13254/j.jare.2014.0007

Improvement Research on the Measurement Method for Organic Matter Content in Soil

HAO Guo-hui, SHAO Jin-song

(Jiangsu Agro-Product Quality Test Center, Nanjing 210036, China)

Abstract: In this paper, an improvement of the measurement method for organic matter content in soil was made. First, a certain amount of soil was weighed and placed in a long tube digestion system, and then was titrated using an automatic potentiometric titrator to obtain the organic matter content in the soil. The organic matter contents of the standard soil samples were all within the guaranteed value. Meanwhile, a precision test of the actual samples was conducted and the relative standard deviation was found to be 1.03%. This method reduced the experimental cost and environmental pollution, and at the same time enhanced the accuracy and the precision of the experimental data.

Keywords: soil; organic matter content; long tube digestion system; potentiometric titrator

土壤有机质是指土壤含碳的有机化合物。它主要包括土壤中各种动物、植物残体, 微生物体及其分解和合成的各种有机化合物^[1], 一般以有机质占干土重的百分数表示。土壤有机质是土壤中各种营养元素特别是氮、磷的主要来源, 它能使土壤具有保肥力和缓冲性, 使土壤疏松和形成结构, 从而具有改善土壤理化性质的能力, 是土壤分类的依据之一。此外土壤的生物学特性也会随土壤有机质数量和质量的改变而起变化。因此有机质含量通常被作为土壤肥力水平高低的重要指标。

土壤有机质测定中普遍采用方法有重铬酸钾容量法、干烧法、灼烧法等。研究表明: 当前我国测定土壤有机质的国家标准方法为重铬酸钾容量法, 该方法在测定操作时, 数据结果准确, 但费时费力, 容易产生误差。干烧法可获得比较准确的结果, 但该法运行成本高。

灼烧法快速、简便, 适于大批量土样的分析, 但其应用领域受到限制^[2-4]。本文亦采用重铬酸钾容量法, 但通过使用长管消解系统进行外加热消解, 将消解过程中的酸蒸汽进行了自动中和, 降低了运行成本, 减少了环境污染, 同时比较常规的油浴消解, 降低了实验消解过程的危险性; 使用电位滴定仪进行自动滴定, 大大降低人工操作的工作量, 提高了工作效率, 更提高了实验数据的准确度, 该方法亦满足大批量处理样品的需求。

1 材料与方法

1.1 试剂

1.1.1 0.4 mol·L⁻¹ 重铬酸钾-硫酸溶液

称取 40.0 g 重铬酸钾(优级纯)溶于 600~800 mL 水中, 用滤纸过滤到 1 L 量筒内, 用水洗涤滤纸, 并加水至 1 L, 将此溶液转移入 3 L 大烧杯中。另取 1 L 密度为 1.84 的浓硫酸(优级纯), 慢慢倒入重铬酸钾水溶液中。

收稿日期: 2014-01-08

作者简介: 郝国辉(1979—), 女, 山东博兴人, 农艺师, 从事农业环境监测、评价及分析工作。E-mail: 31860763@qq.com

1.1.2 0.1 mol·L⁻¹ 硫酸亚铁标准溶液

称取 28.0 g 硫酸亚铁(优级纯)或 40.0 g 硫酸亚铁铵(优级纯)溶解于 600~800 mL 水中,加浓硫酸化学纯 20 mL 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。此溶液容易被空气氧化而致浓度下降,每次使用时应标定其准确浓度。

0.1 mol·L⁻¹ 硫酸亚铁溶液的标定:吸取 0.100 mol·L⁻¹ 重铬酸钾标准溶液 20.00 mL 放入 150 mL 三角瓶中,加浓硫酸 3~5 mL,以硫酸亚铁溶液滴定,根据硫酸亚铁溶液消耗量即可计算出硫酸亚铁溶液的准确浓度。该标定过程使用电位滴定仪进行,标定结果作为常量代入计算公式。

1.1.3 0.1 mol·L⁻¹ 重铬酸钾标准溶液

准确称取 130 ℃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 1 000 mL 容量瓶中,加水定容。

1.2 仪器

长管消解系统(德国 Velp42),电位滴定仪(瑞士万通 809)。

1.3 实验步骤

消解:称取 0.25 g(精确到 0.000 1 g)待测试样于长试管中,加入 10.00 mL 0.4 mol·L⁻¹ 重铬酸钾-硫酸溶液,将试管放入架子中,盖上连接盖,打开冷却水循环系统。将消解仪温度设置为 185 ℃^[5],当温度达到后,保持 5 min。开机并进入设定程序进行加热。加热结束,将试管架抬起冷却。待试管完全冷却后,使用 50~60 mL 去离子水将消解液转移至 100 mL 烧杯中,烧杯中加入磁力转子,待测。此过程中同时做 2 个空白试验。

检测:启动电位滴定仪进入自检过程,打开预设的有机质检测方法对待测溶液逐一进行检测,结果自动输出。检测样品之前,首先要在软件中预先设定计算公式如下:

有机质含量=‘CV.Titer of FeSO₄’×(‘CV.Blank of org’-‘DET U.EP{1}.VOL’)×0.003×1.724×1.10/‘MV.Sample size’×100

式中:CV.Titer of FeSO₄ 为硫酸亚铁标准溶液的浓度, mol·L⁻¹; CV.Blank of org 为空白滴定时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积, mL; DET U.EP{1}.VOL 为测定试样时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积, mL; 0.003 为 1/4 碳源的摩尔质量数, g·mol⁻¹; 1.724 为由有机碳换算为有机质的系数; MV.Sample size 为烘干试样质量, g。

滴定过程见图 1。

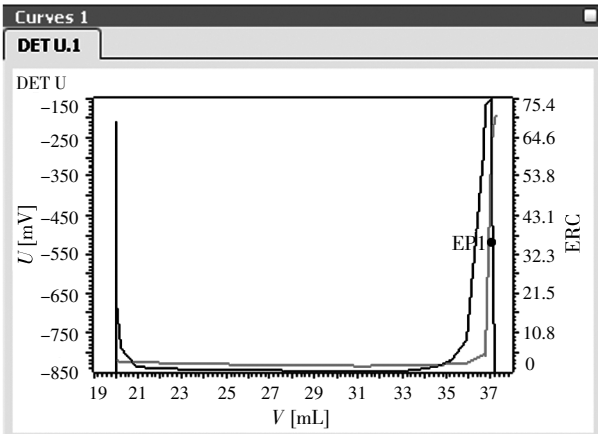


图 1 滴定终点示意图
Figure 1 Schematic diagram of titration end point

2 结果与讨论

2.1 准确度实验

为评价本方法的准确度,本实验将标准物质在系统中进行消解,每个样品做 3 个平行,同时做样品实验,结果见表 1。结果表明,通过长管消解系统对于土壤标准物质进行消解,冷却后使用全自动电位滴定仪对溶液进行检测,能够获得标准物质比较满意的结果,其测定值均在标准物质一倍的标准值差范围内,表明该方法的准确度良好。

表 1 方法的准确度试验
Table 1 Results of standard OM reference materials

样品编号	测定值/ g·kg ⁻¹	平均值/ g·kg ⁻¹	标准值/ g·kg ⁻¹	误差/ %	RSD/ %
GBW07413-1	1.378			-3.8	
GBW07413-2	1.450	1.430	1.43±0.06	1.4	3.2
GBW07413-3	1.461			2.2	

NY/T 1121.6—2006 使用 0.4 mol·L⁻¹ 重铬酸钾硫酸溶液 10 mL,在 170~180 ℃油浴保持沸腾 5 min,采用指示剂方法进行人工滴定;本文使用 0.4 mol·L⁻¹ 重铬酸钾硫酸溶液 10 mL,长管加热 185 ℃保持 5 min,电位滴定仪直接滴定。2 个方法都能获得准确数据,前者获得数据为 1.365 g·kg⁻¹,后者为 1.430 g·kg⁻¹。不同的是改进方法采取了相对安全的长管消解方式,另外采用电位滴定也省去了指示剂变色带来的人为操作误差。

2.2 精密度实验

对来源于宜兴市的实际农田土壤样品进行分析测定,得到该土壤中有机质含量为 2.33 g·kg⁻¹,重复测定 11 次,计算相对标准偏差(RSD)为 1.03%,表明该方法的精密度良好。

3 结论

本文沿用了 NY/T 1121.6—2006 土壤有机质的测定的方法,其中的消解、滴定部分不再使用传统方法,而是分别使用长管消解系统和全自动电位滴定仪。通过精密度、准确度实验的验证,该方法所得数据完全符合要求。长管消解系统的使用,将消解过程中的酸蒸汽进行了自动中和,降低了实验成本,减少了环境污染,同时比较常规的油浴消解,降低了实验消解过程的危险性。全自动电位滴定仪的使用大大降低人工操作的工作量,提高了工作效率,同时提高了数据准确性。该方法所得数据完全符合实验室质量控制中精密度准确度要求(NY/T 395—2012),是检测农田土壤中有机质含量较好的途径。

参考文献:

- [1] 孙向阳. 土壤学[M]. 北京:中国林业出版社,2005:93-94.
SUN Xiang-yang. Soil science[M]. Beijing: China Forestry Publishing House, 2005: 93-94.(in Chinese)
- [2] 康文靖,彭润英,蒋端生,等. 有机质四种检测方法的比较及影响因素研究[J]. 湖南农业科学,2010(13):89-91.
KANG Wen-jing, PENG Run-ying, JIANG Duan-sheng, et al. A comparison among four test methods for organic matter and its influence factors[J]. *Hunan Agriculture Sciences*, 2010(13):89-91.(in Chinese)
- [3] 钱宝,刘凌,肖潇. 土壤有机质测定方法对比分析[J]. 河海大学学报:自然科学版,2011(1):34-38.
QIAN Bao, LIU Ling, XIAO Xiao. Comparative tests on different methods for content of soil organic matter[J]. *Journal of Hohai University: Natural Sciences*, 2011(1):34-38.(in Chinese)
- [4] 张勇,庞学勇,包维楷,等. 土壤有机质及其研究方法综述[J]. 世界科技研究与发展,2005(5):78-84.
ZHANG Yong, PANG Xue-yong, BAO Wei-kai, et al. A review of soil organic matter and its research methods[J]. *World Sci-tech R & D*, 2005(5):78-84.(in Chinese)
- [5] 于彬,郭彦青,杨乐苏. 化学氧化法测定土壤有机质的研究进展[J]. 广东林业科技,2007(1):104-107.
YU Bin, GUO Yan-qing, YANG Le-su. Research progress on measurement soil organic matter[J]. *Guangdong Forestry Science and Technology*, 2007(1):104-107.(in Chinese)