

土壤有机质测定法

Method for determination of soil organic matter

1 主题内容与适用范围

本标准规定了土壤有机质测定方法的原理、步骤和计算方法。

本标准适用于测定土壤有机质含量在 15% 以下的土壤。

2 测定原理

用定量的重铬酸钾-硫酸溶液，在电砂浴加热条件下，使土壤中的有机碳氧化，剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定，并以二氧化硅为添加物作试剂空白标定，根据氧化前后氧化剂质量差值，计算出有机碳量，再乘以系数 1.724，即为土壤有机质含量。

3 仪器、设备

- 3.1 分析天平：感量 0.000 1 g；
- 3.2 电砂浴；
- 3.3 磨口三角瓶：150 mL；
- 3.4 磨口简易空气冷凝管：直径 0.9 cm，长 19 cm；
- 3.5 定时钟；
- 3.6 自动调零滴定管：10.00、25.00 mL；
- 3.7 小型日光滴定台；
- 3.8 温度计：200~300℃
- 3.9 铜丝筛：孔径 0.25 mm；
- 3.10 瓷研钵。

4 试剂

除特别注明者外，所用试剂皆为分析纯。

- 4.1 重铬酸钾（GB 642—77）；
- 4.2 硫酸（GB 625—77）；
- 4.3 硫酸亚铁（GB 664—77）；
- 4.4 硫酸银（HG 3—945—76）：研成粉末；
- 4.5 二氧化硅（Q/HG 22—562—76）：粉末状；
- 4.6 邻菲罗啉指示剂：称取邻菲罗啉 1.490 g 溶于含有 0.700 g 硫酸亚铁（4.3）的 100 mL 水溶液中。此指示剂易变质，应密闭保存于棕色瓶中备用。

施

4.7 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液：称取重铬酸钾（4.1）39.23 g，溶于 600~800 mL 蒸馏水中，待完全溶解后加水稀释至 1 L，将溶液移入 3 L 大烧杯中；另取 1 L 比重为 1.84 的浓硫酸（4.2），慢慢地倒入重铬酸钾水溶液内，不断搅动，为避免溶液急剧升温，每加约 100 mL 硫酸后稍停片刻，并把大烧杯放在盛有冷水和盆内冷却，待溶液的温度降到不烫手时再加另一份硫酸，直至全部加完为止。

4.8 重铬酸钾标准溶液：称取经 130℃ 烘 1.5 h 的优级纯重铬酸钾（4.1）9.807 g，先用少量水溶解，然后移入 1 L 容量瓶内，加水定容。此溶液浓度 $c(1/6K_2CrO_7) = 0.2000 \text{ mol/L}$ 。

4.9 硫酸亚铁标准溶液：称取硫酸亚铁（4.3）56 g，溶于 600~800 mL 水中，加浓硫酸（4.2）20 mL，搅拌均匀，加水定容至 1 L（必要时过滤），贮于棕色瓶中保存。此溶液易受空气氧化，使用时必须每天标定一次准确浓度。

硫酸亚铁标准溶液的标定方法如下：

吸取重铬酸钾标准溶液（4.8）20 mL 放入 150 mL 三角瓶中，加浓硫酸（4.2）3 mL 和邻菲罗啉指示剂（4.6）3~5 滴，用硫酸亚铁溶液滴定，根据硫酸亚铁溶液的消耗量，计算硫酸亚铁标准溶液浓度 c_2 。

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： c_2 ——硫酸亚铁标准溶液的浓度，mol/L；

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L；

V_1 ——吸取的重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定时消耗硫酸亚铁溶液的体积，mL；

5 样品的选择和制备

5.1 选取有代表性风干土壤样品，用镊子挑除植物根叶等有机残体，然后用木棍把土块压细，使之通过 1 mm 筛。充分混匀后，从中取出试样 10~20 g，磨细，并全部通过 0.25 mm 筛，装入磨口瓶中备用。

5.2 对新采回的水稻土或长期处于渍水条件下的土壤，必须地土壤晾干压碎后，平摊成薄层，每天翻动一次，在空气中暴露一周左右后才能磨样。

6 测定步骤

6.1 按表 1 有机质含量的规定称取制备好的风干试样 0.05~0.5 g，精确到 0.000 1 g。置于 150 mL 三角瓶中，加粉末状的硫酸银（4.4）0.1 g，然后用自动调零滴定管（3.6），准确加入 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液（4.7）10 mL 摇匀。

表 1 不同土壤有机质含量的称样量

有机质含量，%	试样质量，g
2 以下	0.4~0.5
2~7	0.2~0.3
7~10	0.1
10~15	0.05

6.2 将盛有试样的三角瓶装一简易空气冷凝管（3.4），移置已预热到 200~230℃ 的电砂浴（3.2）上加热（见图 1）。当简易空气冷凝管下端落下第一滴冷凝液，开始计时，煮沸 $5 \pm 0.5 \text{ min}$ 。

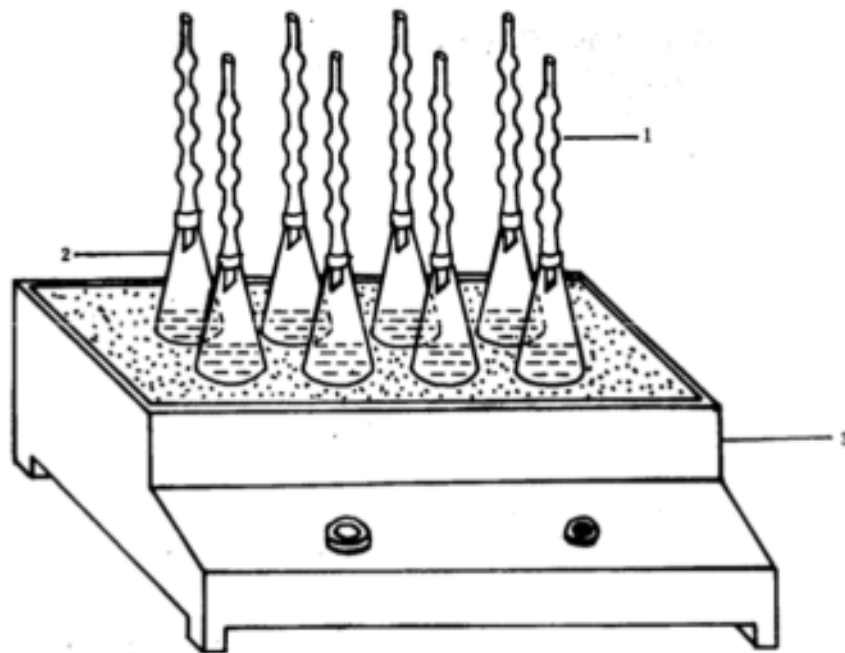


图1 消煮装置

1—简易空气冷凝管；2—三角瓶；3—电砂浴

6.3 消煮完毕后，将三角瓶从电砂浴上取下，冷却片刻，用水冲洗冷凝管内壁及其底端外壁，使洗涤液流入原三角瓶，瓶内溶液的总体积应控制在 60~80 mL 为宜，加 3~5 滴邻菲罗啉指示剂（4.6），用硫酸亚铁标准溶液（4.9）滴定剩余的重铬酸钾。溶液的变色过程是先由橙黄变为蓝绿，再变为棕红，即达终点。如果试样滴定所用硫酸亚铁标准溶液的毫升数不到空白标定所耗硫酸亚铁标准溶液毫升数的 1/3 时，则应减少土壤称样量，重新测定。

6.4 每批试样测定必须同时做 2~3 个空白标定。取 0.500 g 粉末状二氧化硅（4.5）代替试样，其他步骤与试样测定相同，取其平均值。

7 结果计算

7.1 土壤有机质含量 X （按烘干土计算），由式（2）计算：

$$X = \frac{(V_0 - V)c_2 \cdot 0.003 \times 1.724 \times 100}{m} \quad (2)$$

式中： X ——土壤有机质含量，%；

V_0 ——空白滴定时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，mL；

V ——测定试样时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，mL；

c_2 ——硫酸亚铁标准溶液的浓度，mol/L；

0.003——1/4 碳原子的摩尔质量数，g/mol；

1.724——由有机碳换算为有机质的系数；

m ——烘干试样质量，g。

平行测定的结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

7.2 允许差：当土壤有机质含量小于 1% 时，平行测定结果的相差不超过 0.05%；含量为 1%~4% 时，不得超过 0.10%；含量为 4%~7% 时，不得超过 0.30%；含量在 10% 以上时，不得超过 0.50%。

附加说明：

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由陕西省农业科学院黄土高原农业测试中心负责起草。

本标准主要起草人李鸿恩、程岩、刘惠馨、李果。