

F-HZ-DZ-TR-0047

土壤—有机质的测定—重铬酸钾氧化稀释热法

1 范围

本方法适用于土壤有机质的测定。

2 原理

利用硫酸和重铬酸钾水溶液混合时产生的稀释热，促使有机质中的碳氧化为二氧化碳，而重铬酸钾中的六价铬被还原成三价铬，剩余的重铬酸钾再用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，然后根据有机碳被氧化前后重铬酸离子量的变化，就可算得有机质的含量。

3 试剂

3.1 重铬酸钾标准溶液：1mol/L，称取经 105℃烘干 2h 的 49.0313g 重铬酸钾 ($K_2Cr_2O_7$)，精确至 0.0001g，加 400mL 水，加热溶解，冷却后，加水稀释至 1000mL。

3.2 硫酸亚铁铵标准溶液：0.5mol/L，称取 200g 硫酸亚铁铵 [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]，溶解于水，加 15mL 硫酸 ($\rho 1.84g/mL$)，再加水稀释至 1000mL。

标定：吸取 10.00mL 重铬酸钾标准溶液置于 250mL 锥形瓶中，加入 40mL 水和 10mL 硫酸 (1+1)，再加 3 滴~4 滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由橙黄色经蓝绿色至棕红色为终点。同时做空白试验。

硫酸亚铁铵标准溶液浓度按下式计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V_2 - V_0}$$

式中：

C——硫酸亚铁铵标准溶液浓度，mol/L；

C_1 ——重铬酸钾标准溶液浓度，mol/L；

V_1 ——重铬酸钾标准溶液体积，mL；

V_2 ——硫酸亚铁铵标准溶液用量，mL；

V_0 ——空白试验消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，mL。

3.3 邻菲罗啉指示剂：称取 1.485g 邻菲罗啉 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) 和 0.695g 硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)，溶于 100mL 水中，形成的红棕色络合物贮于棕色瓶中。

3.4 硫酸：取 500mL 硫酸 ($\rho 1.84g/mL$)，加入 7.5g 硫酸银。

4 仪器

4.1 锥形瓶，500mL。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度小于 0.5mm。称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 称取通过 0.50mm 筛孔的风土土样 1.0000g~2.0000g(精确至 0.0001g，含 15mg~35mg 有机质)，置于 500mL 锥形瓶中，加入 10.00mL 重铬酸钾标准溶液，轻轻摇动，使土粒分散。用量筒迅速地将 20mL 硫酸直接注入土样悬浮液中，立即小心摇动锥形瓶，使土样与试剂充分混匀，再较剧烈地转动，前后共摇动 1min。

6.2 将锥形瓶静置在石棉板上 30min(室温应在 20℃以上)。然后加入 200mL 水和 3 滴~4 滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由橙黄色经蓝绿色到棕红色为终点。

6.3 同时做 2 个~3 个空白试验。

注 1：土样称取量视有机质含量而定：含有机质 5%左右的土壤称取 0.5g；含有机质 3%~4%的土壤称取 0.5g~1g；含有

机质 1%~3%的土壤称取 1g~2.5g; 含有机质 1%以下的称取 2.5g 以上。如土样滴定数小于空白试验滴定数的 1/3 时, 须减少称样量重做。有机质含量过低的土样, 称样量最多不要超过 10g。

注 2: 浓硫酸有吸水特性, 长时间暴露空气中会使浓度降低, 应即开瓶即使用。

7 结果计算

按下式计算土壤有机质:

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

式中:

$W_{O.M}$ ——有机质含量, g/kg;

C ——硫酸亚铁铵标准溶液浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积, mL;

V ——土样试验消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积, mL;

0.003——1/4 碳原子的毫摩尔质量, g/m mol;

1.724——有机碳换算成有机质系数;

m ——风干土样质量, g;

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

8 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取一位小数。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 有机质测定允许差

有机质量 (g/kg)	允许差(g/kg)
>100	>5
70~100	3.5~5
40~70	2.0~3.5
10~40	0.5~2.0
<10	<0.5

9 参考文献

[1] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 32.