

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.6—2006

### 土壤检测 第6部分：土壤有机质的测定

Soil Testing

Part 6: Method for determination of soil organic matter

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 6 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、华中农业大学、北京市土壤肥料工作站。

本部分主要起草人:任意、辛景树、田有国、徐爱国、贺立源、朱莉、曲华。

## 土 壤 检 测

### 第 6 部分:土壤有机质的测定

#### 1 应用范围

本部分适用于有机质含量在 15% 以下的土壤。

#### 2 方法提要

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。

#### 3 主要仪器设备

##### 3.1 电炉(1 000 W)

##### 3.2 硬质试管( $\phi 25 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ )

##### 3.3 油浴锅

用紫铜皮做成或用高度约为 15 cm~20 cm 的铝锅代替,内装甘油(工业用)或固体石蜡(工业用)。

##### 3.4 铁丝笼

大小和形状与油浴锅配套,内有若干小格,每格内可插入一支试管。

##### 3.5 自动调零滴定管

##### 3.6 温度计(300℃)

#### 4 试剂

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

##### 4.1 0.4 mol/L 重铬酸钾—硫酸溶液

称取 40.0 g 重铬酸钾(化学纯)溶于 600 mL~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(化学纯),慢慢地倒入重铬酸钾水溶液中,不断搅动。为避免溶液急剧升温,每加约 100 mL 浓硫酸后可稍停片刻,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浓硫酸,直到全部加完为止。

此溶液浓度  $c(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.4 \text{ mol/L}$ 。

##### 4.2 0.1 mol/L 硫酸亚铁标准溶液

称取 28.0 g 硫酸亚铁(化学纯)或 40.0 g 硫酸亚铁铵(化学纯)溶解于 600 mL~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 容量瓶内,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浓度。

0.1 mol/L 硫酸亚铁溶液的标定:吸取 0.100 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液 20.00 mL 放入 150 mL 三角瓶中,加浓硫酸 3 mL~5 mL 和邻菲罗啉指示剂 3 滴,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。

##### 4.3 重铬酸钾标准溶液

准确称取 130℃ 烘 2 h~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,此标准溶液浓度  $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0.100 0 \text{ mol/L}$ 。

4.4 邻菲啰啉( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ )指示剂

称取邻菲啰啉 1.49 g 溶于含有 0.70 g  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  或 1.00 g  $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$  的 100 mL 水溶液中。此指示剂易变质,应密闭保存于棕色瓶中。

5 分析步骤

准确称取通过 0.25 mm 孔径筛风干试样 0.05 g~0.5 g(精确到 0.000 1 g,称样量根据有机质含量范围而定),放入硬质试管中,然后从自动调零滴定管准确加入 10.00 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾—硫酸溶液,摇匀并在每个试管口插入一玻璃漏斗。将试管逐个插入铁丝笼中,再将铁丝笼沉入已在电炉上加热至 185℃~190℃ 的油浴锅内,使管中的液面低于油面,要求放入后油浴温度下降至 170℃~180℃,等试管中的溶液沸腾时开始计时,此刻必须控制电炉温度,不使溶液剧烈沸腾,其间可轻轻提起铁丝笼在油浴锅中晃动几次,以使液温均匀,并维持在 170℃~180℃,5 min ± 0.5 min 后将铁丝笼从油浴锅内提出,冷却片刻,擦去试管外的油(蜡)液。把试管内的消煮液及土壤残渣无损地转入 250 mL 三角瓶中,用水冲洗试管及小漏斗,洗液并入三角瓶中,使三角瓶内溶液的总体积控制在 50 mL~60 mL。加 3 滴邻菲啰啉指示剂,用硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的  $K_2Cr_2O_7$ ,溶液的变色过程是橙黄—蓝绿—棕红。

如果滴定所用硫酸亚铁溶液的毫升数不到下述空白试验所耗硫酸亚铁溶液毫升数的 1/3,则应减少土壤称样量重测。

每批分析时,必须同时做 2 个空白试验,即取大约 0.2 g 灼烧浮石粉或土壤代替土样,其他步骤与土样测定相同。

6 结果计算

$$O.M = \frac{c \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.10}{m} \times 1\ 000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

O.M——土壤有机质的质量分数,单位为克每千克(g/kg);

$V_0$ ——空白试验所消耗硫酸亚铁标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V——试样测定所消耗硫酸亚铁标准溶液体积,单位为毫升(mL);

c——硫酸亚铁标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.003——1/4 碳原子的毫摩尔质量,单位为克(g);

1.724——由有机碳换算成有机质的系数;

1.10——氧化校正系数;

m——称取烘干试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算成每千克含量。

平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

7 精密度

表 1 平行测定结果允许相差

有机质含量, g/kg	允许绝对相差, g/kg
<10	≤0.5
10~40	≤1.0

表 1 (续)

有机质含量, g/kg	允许绝对相差, g/kg
40~70	≤3.0
>70	≤5.0

## 8 注释

- 1) 氧化时,若加 0.1 g 硫酸银粉末,氧化校正系数取 1.08。
- 2) 测定土壤有机质必须采用风干样品。因为水稻土及一些长期渍水的土壤,由于较多的还原性物质存在,可消耗重铬酸钾,使结果偏高。
- 3) 本方法不宜用于测定含氯化物较高的土壤。
- 4) 加热时,产生的二氧化碳气泡不是真正沸腾,只有在真正沸腾时才能开始计算时间。

www.hmdzkj.com



NY/T 1121.6-2006