

前 言

本标准是对 GB/T 7857—1987《森林土壤有机质的测定及碳氮比的计算》的修订。在修订中,对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改;在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

土壤有机质测定的方法很多,有重量法、容量法和比色法等。重量法又可分为干烧法和湿烧法两种,重量法的测定结果虽然比较准确,但手续繁长,并且还要有较高的分析技术和特殊的仪器设备,也不适用于含有碳酸盐的土壤。碱溶比色法测定土壤有机质的依据是因为土壤有机质的分子结构中含有生色基团,这个方法的准确度较低。本标准采用的是容量分析法,所用的氧化剂为重铬酸钾,重铬酸钾法的优点是:可以获得相当准确的分析结果又不需要特殊的仪器设备,操作过程比较简便,并且不受土样中碳酸盐的干扰,它的缺点是:待测试样中有机质含量过高或者土样中有氟化物或低价铁、锰化合物存在,就会影响分析结果的准确度。在重铬酸钾法中,加热消煮的方式有外加热和稀释热法两种;外加热法有油浴加热和红外消煮炉加热,稀释热法是直接利用浓硫酸与水(重铬酸钾水溶液)混合时产生的稀释热(或称水合热)来促使有机质氧化的。这些方法对有机质氧化的程度完全不同,需要分别采用不同的、相应的校正系数来计算有机质含量。

自本标准实施之日起,原 GB/T 7857—1987 作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光滢、屠星南、张萍。

中华人民共和国林业行业标准

森林土壤有机质的测定 及碳氮比的计算

LY/T 1237—1999

Determination of organic matter in forest soil
and calculation carbon-nitrogen ratio

1 范围

本标准规定了采用重铬酸钾氧化-外加热法测定森林土壤有机质的方法。

本标准适用于森林土壤有机质的测定。

2 方法要点

重铬酸钾氧化-外加热法是利用油浴加热消煮的方法来加速有机质的氧化,使土壤有机质中的碳氧化成二氧化碳,而重铬酸离子被还原成三价铬离子,剩余的重铬酸钾用二价铁的标准溶液滴定,根据有机碳被氧化前后重铬酸离子数量的变化,就可算出有机碳或有机质的含量。本法采用氧化校正系数 1.1 来计算有机质含量。

3 试剂

3.1 重铬酸钾标准溶液 $[c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.8000\text{ mol/L}]$:39.224 5 g 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$,分析纯)加 400 mL 水,加热使溶解,冷却后用水定容至 1 L。

3.2 0.2 mol/L 硫酸亚铁溶液:56.0 g 硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$,化学纯)或 80.0 g 硫酸亚铁铵 $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$,化学纯],溶解于水,加 15 mL 浓硫酸,用水定容至 1 L。

3.3 N-苯基邻胺基苯甲酸($C_{13}H_{11}O_2N$)指示剂:溶 0.2 g 指示剂于 100 mL 2 g/L 碳酸钠溶液中,稍加热并不断搅拌,促使浮于表面的指示剂溶解。

3.4 邻菲罗啉指示剂:1.485 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)及 0.695 g 硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于 100 mL 水,形成红棕色络合物 $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$,贮于棕色瓶中。

3.5 浓硫酸(密度 1.84 g/mL,化学纯)。

3.6 硫酸银(化学纯):研成粉末。

4 主要仪器

调温电炉,温度计(250℃),硬质试管(25 mm×100 mm),油浴锅(内装固体石蜡或植物油),铁丝笼(大小和形状与油浴配套,内有若干小格,每格内可插入一支试管),锥形烧瓶(250 mL)。

5 测定步骤

5.1 称样:用减量法称取 0.1~0.5 g(精确到 0.000 1 g)通过 0.149 mm 的风干土样于硬质大试管中,加粉末状的硫酸银 0.1 g。用吸管加入 5 mL 0.800 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液,然后用注射器注入

5 mL浓硫酸,并小心旋转摇匀。

5.2 消煮:预先将油浴锅加热至 185~190℃,将盛土样的大试管插入铁丝笼架中,然后将其放入油锅中加热,此时应控制锅内温度在 170~180℃,并使溶液保持沸腾 5 min,然后取出铁丝笼架,待试管稍冷后,用干净纸擦净试管外部的油液,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。

5.3 滴定:如溶液呈橙黄色或黄绿色,则冷却后将试管内混合物洗入 250 mL 锥形瓶中,使瓶内体积在 60~80 mL 左右,加邻菲罗啉指示剂 3~4 滴,用 0.2 mol/L 硫酸亚铁滴定,溶液由橙黄经蓝绿到棕红色为终点;如用 N-苯基邻胺基苯甲酸指示剂,变色过程由棕红色经紫至蓝绿色为终点。记录硫酸亚铁用量(V)。

每批分析时,必须做 2~3 个空白标定;空白标定不加土样,但加入 0.1~0.5 g 石英砂,其他步骤与测定土样时完全相同,记录硫酸亚铁用量(V_0)。

6 结果计算

$$W_{c.o.} = \frac{0.8000 \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.1 \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$W_{om} = W_{c.o.} \times 1.724 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $W_{c.o.}$ ——有机碳含量, g/kg;

W_{om} ——有机质含量, g/kg;

0.8000——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溶液体积, mL;

V ——滴定土样用去硫酸亚铁溶液体积, mL;

0.003—— $\frac{1}{4}$ 碳原子的摩尔质量, g/mmol;

1.1——氧化校正系数;

1.724——将有机碳换算成有机质的系数;

m_1 ——风干土样质量, g;

K_2 ——将风干土换算到烘干的水分换算系数。

土壤有机质碳氮比的计算:

$$\text{碳氮比} = \frac{\text{土壤有机碳 (g/kg)}}{\text{土壤全氮 (g/kg)}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

7 允许偏差

按表 1 规定。

表 1 允许偏差

测定值 g/kg	绝对偏差 g/kg
>100	>5
100~70	5~3.5
70~40	3.5~2.0
40~10	2.0~0.5
<10	<0.5

注

1 测定全氮及有机质的样品必须采用同一个处理的样品。

- 2 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溶液体积的三分之一时,需减少称样量重做。
- 3 空白标定同时得硫酸亚铁的精确浓度。

$$c_{\text{FeSO}_4} = \frac{0.800(\text{mol/L}) \times 5(\text{mL})}{V_0(\text{mL})}$$

- 4 如样品的有机质含量大于 150 g/kg 时,可用固体稀释法来测定。方法如下:称取磨细的样品 1 份(准确到 1 mg)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。
- 5 重铬酸钾容量法不宜用于测定含有氯化物的土壤,如土样中含 Cl^- 量不多,加些硫酸银可以消除部分干扰,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中不包括水溶性有机质组分,应加以说明。