

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1867—2010

**土壤腐殖质组成的测定
焦磷酸钠-氢氧化钠提取
重铬酸钾氧化容量法**

Determination of humus content in soil

2010-05-20 发布

2010-09-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：全国农业技术推广服务中心、中国农科院农业资源与农业区划研究所、中国农业大学资源与环境学院、太原土壤肥料测试中心。

本标准主要起草人：杜森、李秀英、李花粉、郭延峰、孙立艳、杨帆、马常宝。

www.hmdzkj.com

土壤腐殖质组成的测定

焦磷酸钠-氢氧化钠提取重铬酸钾氧化容量法

1 范围

本标准规定了焦磷酸钠-氢氧化钠提取,重铬酸钾氧化容量法测定土壤腐殖质组成的方法。
本标准适用于各类土壤腐殖质组成的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 85 土壤有机质测定法

3 原理

土壤腐殖质按其溶解度分为可溶性腐殖质(胡敏酸和富里酸)及不溶性腐殖质(胡敏素)。用 0.1 mol/L 焦磷酸钠-氢氧化钠混合液提取可溶性腐殖质,采用重铬酸钾氧化容量法测定胡敏酸和富里酸总量。提取液经酸化沉淀分离胡敏酸,并测定其含量,计算可得富里酸含量。测定土壤样品总碳量,减去胡敏酸和富里酸含量即为胡敏素含量。

4 试剂和材料

本标准所用试剂在未注明规格时,均为分析纯试剂。本标准用水应符合 GB/T 6682 中三级水之规定。

4.1 氢氧化钠(0.1 mol/L)-焦磷酸钠(0.1 mol/L)混合提取液(pH13):称取 4.0 g 氢氧化钠和 44.6 g 焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至 1 L。

4.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$,称取 2.0 g 氢氧化钠溶于水,稀释至 1 L。

4.3 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$,吸取 30 mL 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$),缓缓加入水中,冷却后稀释至 1 L。

4.4 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.05 \text{ mol/L}$,吸取 1 mol/L 硫酸溶液 50 mL,加入水中,冷却后稀释至 1 L。

4.5 其他试剂:同 NY/T 85 中第 4 章。

5 仪器与设备

5.1 分析实验室通常使用的仪器设备。

5.2 恒温水浴锅。

5.3 振荡机(控温 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$,满足 $180 \text{ r/min} \pm 20 \text{ r/min}$ 的振荡频率或达到相同效果)。

5.4 其他设备同 NY/T 85 中第 3 章。

6 分析步骤

6.1 腐殖质总量的测定

按 NY/T 85 土壤有机质测定法规定测定,按 7.1 公式计算腐殖质总量。

6.2 胡敏酸和富里酸含量的测定

6.2.1 试样溶液的制备

称取过 0.25 mm 孔径筛的风干试样 5.00 g 于 250 mL 三角瓶中,加入 100 mL 氢氧化钠-焦磷酸钠混合提取液,塞紧瓶塞后于 25℃±2℃、在恒温振荡机上振荡 30 min±2 min,稍静止后,微微转动三角瓶,用上清液洗下黏在瓶壁上的土粒,静置约 24 h(温度约 25℃),将溶液充分摇匀进行过滤或离心,使滤液清澈,弃去残渣,滤液收集于三角瓶中。

6.2.2 胡敏酸和富里酸含量的测定

吸取试样溶液 2.00 mL~10.00 mL(视滤液颜色深浅而定)于 150 mL 三角瓶中,用 1 mol/L 硫酸溶液中和至 pH7.0(可用 pH 试纸检验),放入水浴锅中蒸干,按 NY/T 85 中 6.1~6.4 规定测定碳量,为胡敏酸+富里酸含量。

6.2.3 胡敏酸含量的测定

吸取试样溶液 20.0 mL~50.0 mL(视滤液颜色深浅而定)于 200 mL 烧杯中,在加热条件下逐滴加入 1 mol/L 硫酸溶液,使 pH 为 1~1.5(可用 pH 试纸检验,此时应出现胡敏酸絮状沉淀)。将烧杯放入约 80℃ 恒温水浴中保温 30 min 后静置过夜,使胡敏酸与富里酸充分分离。次日用慢速滤纸过滤或离心,用 0.05 mol/L 硫酸溶液洗涤沉淀,至洗涤液无色为止(约 150 mL 洗涤液),弃去滤液,将沉淀用热的 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液少量多次快速洗涤溶解至 25 mL~100 mL 容量瓶中(视沉淀多少而定),用 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液定容。吸取 5.00 mL~20.00 mL(视胡敏酸含量多少而定)于 150 mL 三角瓶中,用 1 mol/L 硫酸溶液中和至 pH7.0(可用 pH 试纸检验),放入水浴锅中蒸干,按 NY/T 85 中 6.1~6.4 规定测定碳量,为胡敏酸含量。

7 结果计算

7.1 腐殖质总碳量 X_0 以质量分数计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(1)计算:

$$X_0 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.003}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——样品测定时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,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,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.2 胡敏酸+富里酸总碳量 X_1 以质量分数计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_{01} - V_1) \times c \times 0.003 \times D_1}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_{01} ——空白试验时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——样品测定时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,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,单位为克每摩尔(g/mol);

D_1 ——测定胡敏酸+富里酸含量时分取倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.3 胡敏酸碳量 X_2 以质量分数计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(V_{02} - V_2) \times c \times 0.003 \times D_2}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_{02} ——空白试验时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——样品测定时,消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,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,单位为克每摩尔(g/mol);

D_2 ——测定胡敏酸含量时分取两次的倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.4 富里酸碳量 X_3 以质量分数计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(4)计算:

$$X_3 = X_1 - X_2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

7.5 胡敏素碳量 X_4 以质量分数计,数值以克每千克(g/kg)表示,按式(5)计算:

$$X_4 = X_0 - X_1 \quad \dots\dots\dots (5)$$

8 允许差

平行测定结果的相对误差不大于 8%。

不同实验室间测定结果的相对误差不大于 15%。