

T/ZNZ

浙江省农产品质量安全学会团体标准

T/ZNZ 292—2024

土壤中有机质的测定 重铬酸钾氧化-全自动滴定法

Determination of organic matter in soil—oxidation of potassium
dichromate-fully automatic intelligent analysis

2024-10-28 发布

2024-11-28 实施

浙江省农产品质量安全学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由浙江省农产品质量安全学会提出并归口。

本文件起草单位：绿城农科检测技术有限公司、杭州市余杭区生态农业和植物保护服务站、杭州市临平区农业技术推广中心、浦江县农产品质量安全中心。

本文件主要起草人：孙文闪、邢丽丽、叶文容、吴思远、张舟娜、孟鹏翔、任骞栋、段晓婷、傅国斌、李闻洁、何天豪、余文丹、谢梦华、陈央川、姚晨、官浩博、周俊宇、杨冰冰、任烨晨。

土壤中有机质的测定 重铬酸钾氧化-全自动滴定法

1 范围

本文件规定了土壤中有机质的重铬酸钾氧化-全自动滴定测定方法。

本文件适用于有机质含量 ≤ 150 g/kg的土壤。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 1121.1 土壤检测第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

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，过量的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定，滴定终点通过色度传感器识别，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。

5 试剂与材料

本试验方法所用试剂和水，除另有规定外，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。

5.1 试剂

5.1.1 硫酸亚铁（ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，CAS号:7720-78-7）。

5.1.2 重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，基准试剂，CAS号:7778-50-9）。

5.1.3 重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，CAS号:7778-50-9）。

5.1.4 硫酸（ H_2SO_4 ，密度 1.84 g/mL，CAS号:7664-93-9）。

5.1.5 邻菲啰啉（ $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ，CAS号: 5144-89-8）。

5.2 溶液配制

5.2.1 0.2 mol/L 硫酸亚铁标准溶液：称取 56.0 g 硫酸亚铁溶解于水中，加硫酸 20 mL 搅拌均匀，用水定容至 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。

5.2.2 0.0457 mol/L 硫酸亚铁溶液：称取 6.95 g 硫酸亚铁，加适量水溶解后，用水定容至 1 L。

5.2.3 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液：称取 40.0 g 重铬酸钾（5.1.3）溶于 600 mL~800 mL 水中，用水定容至 1 L，将此溶液转移入 5 L 烧杯中。另取 1 L 硫酸，缓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 硫酸后可稍停片刻，并把烧杯放在冰水浴内冷却，当溶液的温度降至室温时继续加入剩余的硫酸。

5.2.4 邻菲罗啉指示剂：称取邻菲罗啉 1.485 g 溶于 100 mL 硫酸亚铁溶液（5.2.2），保存于棕色瓶中，有效期 24 小时。

5.2.5 0.1000 mol/L 重铬酸钾标准溶液：准确称取 130 °C 烘 2 h~3 h 的重铬酸钾（5.1.2）4.904 g，先用少量水溶解，然后移入 1 L 容量瓶中，加水定容。

5.3 材料

5.3.1 滴定杯：高 9.5 cm，外径 4.5 cm。

5.3.2 转子：长 2.4 cm，外径 0.6 cm。

6 仪器

6.1 电子天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg。

6.2 土壤有机质智能分析仪：温度控制精度和色度传感器控制精度应满足本方法的要求。

7 样品的制备与保存

按照 NY/T 1121.1 的规定执行。

8 分析步骤

8.1 土壤水分测定

按照 NY/T 52 的规定执行。

8.2 称样

准确称取风干试样 0.05 g~0.5 g（精确到 0.0001 g，称样量根据有机质含量范围而定）至滴定杯中，每个滴定杯放入转子 1 个。

8.3 硫酸亚铁标准溶液的标定

准确吸取重铬酸钾标准溶液（5.2.5）20.00 mL 至滴定杯（已放入转子）中，分别加入硫酸 5 mL 和水 20 mL，开始标定。

8.4 测定

土壤有机质智能分析仪条件设置：加热温度 180 °C，加热时间 9 min，0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液 10 mL，邻菲罗啉指示剂 1.7 mL。将滴定杯（8.2）放入仪器指定位置，当温度达到 180 °C 时，开始测定。如果滴定所用硫酸亚铁溶液的毫升数不到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。
注：测定过程溶液颜色变化顺序：橙黄-蓝绿-棕红。

8.5 空白实验

以 0.2 g 灼烧浮石粉代替土样，其他步骤与 8.1 相同。

9 结果计算与表示

土壤有机质含量按公式(1)计算，结果保留三位有效数字。

$$\omega = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.10}{m \times (1 - W/100)} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
ω—土壤有机质的质量分数，单位为克每千克(g/kg)；
V₀—空白试验所消耗硫酸亚铁标准溶液体积的平均值，单位为毫升(mL)；
V₁—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 毫摩尔碳原子质量，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—称取风干试样的质量，单位为克(g)；
W—试样的水分，%；
1000—换算成每千克含量的系数。

10 质量控制

10.1 每批样品应至少做 10 %的平行样品测定，样品数不足 10 个时，每批样品应至少做一个平行样品测定，平行测定结果的允差要求见表 1。

表1 平行测定结果允许相差

有机质含量ω, g/kg	允许绝对相差, g/kg
ω≤10	≤0.5
10<ω≤40	≤1.0
40<ω≤70	≤3.0
70<ω≤150	≤5.0

10.2 每批样品测定时，应分析一个有证标准样品，其测定值应在标准物质的范围内。