

李优琴, 吕 康. 土壤有机质测定方法中消解条件的优化[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(9): 291–292.

# 土壤有机质测定方法中消解条件的优化

李优琴, 吕 康

(江苏省农业科学院食品质量与安全检测研究所/江苏省省部共建食品质量安全重点实验室, 江苏南京 210014)

**摘要:**为优化土壤有机质测定方法, 利用可控温消解炉加热样品反应液进行土壤有机质测定, 研究消解炉加热法的最适反应条件。结果表明, 最适消解条件为: 消解炉温度 230 ℃, 反应液微沸 5 min。测定结果准确可靠, 稳定性好, 方法较国标法中的油浴加热法方便且易于控制, 经标准样品测试, 结果均在标准定值范围内, 重复测定相对标准偏差小于 0.49%。利用消解炉加热消解反应液测定土壤有机质方法简便可行。

**关键词:**土壤有机质; 消解方法; 改进; 消解炉

**中图分类号:** S151.9<sup>+</sup>3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002–1302(2013)09–0291–02

土壤有机质是存在于土壤中的所有含碳的有机化合物, 主要包括土壤中各种动物、植物残体, 微生物及其分解和合成的各种有机化合物。土壤有机质含量是衡量土壤肥力的重要指标之一, 它能促使土壤形成结构, 改善土壤物理、化学及生物学过程的条件, 提高土壤的吸收性能和缓冲性能, 同时其本身又含有植物所需要的各种养分, 如碳、氮、磷、硫等, 因此, 要了解土壤的肥力状况, 必须进行土壤有机质含量的测定。我国地域辽阔, 由于各地的自然条件和农林业经营水平不同, 土壤有机质含量差异较大, 低者少于 1%, 多者高达 20%<sup>[1]</sup>。

土壤有机质的测定方法有重铬酸钾容量法(外加热法)、目视比色法、灼烧法(重量法)、光度比色法等。我国测定土壤有机质现行的林业、农业行业标准方法分别为 LY/T 1237—1999《森林土壤有机质的测定及碳氮比的计算》与 NY/T 1121.6—2006《土壤检测 第 6 部分: 土壤有机质的测定》, 均为重铬酸钾氧化外加热法, 是沿用多年的经典方法,

原理是利用油浴加热重铬酸钾使土壤有机质氧化。此法温度波动大, 需凭经验控制, 且试样在油浴锅中受热不均, 易产生误差, 试验中要特别注意保持溶液呈微沸状态, 以防止重铬酸钾的分解, 又要准确计算沸腾时间 5 min; 同时甘油在高温下挥发, 会污染实验室空气。也有报道采用烘箱加热反应液, 但反应温度高, 且反应产生的废气等会污染实验室空气。笔者利用实验室现有消解炉对重铬酸钾容量法加热消解条件进行了优化, 建立了简便易控制的加热消解方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 设备与试剂

EHD20 型 DigiBlock 智能样品消解炉(莱伯泰科有限公司), 40 mm × 300 mm 消化管。

试验所用试剂除特别注明外均为分析纯, 试验用水符合 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》中三级水规定, 所述溶液如未指明溶剂, 均系水溶液。

浓硫酸; 0.2 mol/L 重铬酸钾–硫酸溶液; 0.2 mol/L 硫酸亚铁溶液, 用前标定; 0.100 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液; 邻菲罗啉指示剂; 国家标准物质中心标准土壤样品 GBW07412、GBW07415, 有机质含量标准定值分别为 (1.82 ± 0.09)%、(3.83 ± 0.12)%。

收稿日期: 2013–06–24

基金项目: 江苏省农业科技自主创新资金[编号: CX(13)4025]。

作者简介: 李优琴(1963—), 女, 浙江黄岩人, 副研究员, 主要从事农产品及产地环境检测与控制技术研究。Tel: (025) 84390422;

E-mail: lyq@jaas.ac.cn。

[15] 张李阳, 周业飞, 张敦林. 药用真菌发酵产物对 AA 肉鸡免疫功能及生长的影响[J]. 饲料研究, 2005(1): 44–47.

[16] 陈玉胜, 张李阳, 霍光明, 等. “芝芪菌质”超细粉对小鼠的抗疲劳及促生长效应[J]. 江苏农业科学, 2010(2): 318–320.

[17] 陆明鸣, 陆 潭, 张雪明, 等. 芝芪菌质水提物抗抑郁作用研究[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(18): 10818–10819.

[18] Carroll J J, Coburn H, Douglass R, et al. A simplified alkaline phosphotungstate assay for uric acid in serum[J]. Clinical Chemistry, 1971, 17(3): 158–160.

[19] Wang Y, Zhu J X, Kong L D, et al. Administration of procyanidins from grape seeds reduces serum uric acid levels and decreases hepatic xanthine dehydrogenase/oxidase activities in oxonate-treated mice[J]. Basic & Clinical Pharmacology & Toxicology, 2004, 94(5): 232–237.

[20] Huang J, Wang S, Zhu M, et al. Effects of genistein, apigenin, quer-

cetin, rutin and astilbin on serum uric acid levels and xanthine oxidase activities in normal and hyperuricemic mice[J]. Food and Chemical Toxicology, 2011, 49(9): 1943–1947.

[21] 张 宇, 李玉莲, 管海波, 等. 黄芪皂苷水解前后黄芪甲苷的含量测定[J]. 中华医药学杂志, 2003, 2(1): 56–57.

[22] 刘维周, 阮 鸣, 张李阳, 等. 6-O-β-D-葡萄糖基-3,6,16,25-四羟基环菠萝蜜烷的制备方法: 中国, 200810156224 [P]. 2008–10–07.

[23] Verotta L, Guerrini M, El-Sebakhy N A, et al. Cycloartane and oleanane saponins from Egyptian *Astragalus* spp. as modulators of lymphocyte proliferation[J]. Planta Medica, 2002, 68(11): 986–994.

[24] Yesilada E, Bedir E, Çaltış I, et al. Effects of triterpene saponins from *Astragalus* species on *in vitro* cytokine release[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2005, 96(1/2): 71–77.

1.2 试验方法

1.2.1 消解炉温度选择优化 称取一定量风干磨细的土样于消解管中,向消解管中加入 10 mL 0.2 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液,管口放上表面皿或小漏斗,设置不同的消解炉加热温度,分别为 190、200、210、220、230、240 ℃,将消解管移至消解炉中,观察记录从消解管放入消解炉到反应液开始微沸的时间。

1.2.2 反应时间优化 采用标准土样 GBW07412,根据优化后的消解炉加热温度,设定不同的反应时间(反应液开始微沸到取出消解管结束反应的时间):5、10、15、20、25 min,测定土样有机质含量,依据结果确定最佳反应时间。

2 结果与分析

2.1 消解炉温度对测定结果的影响

190、200、210、220、230、240 ℃ 各温度处理微沸时间分别为 >10、>10、>10、8、4、3.5 min,可见消解炉温度在 220 ℃ 及以下时,从消解管放入炉中到反应液沸腾的时间在 8 min 以上,只有炉温达 230 ℃ 以上才可满足快速测定要求;再用标准土样 GBW07412 分别在消解炉温度为 230、240 ℃ 时反应 5 min,有机质含量测定结果分别为 1.78%、1.76%,均在标准土样定值范围内,综合考虑采用消解炉温度 230 ℃。

2.2 反应时间对测定结果的影响

由图 1 可见,反应 5、10、15、20、25 min 时有机质测定结

果分别为 1.78%、1.79%、1.79%、2.08%、2.39%,样品反应 5 min 时测得的有机质结果已稳定且符合定值要求,在 5 ~ 15 min 之间测定值变化很小,随着反应时间的延长有机质含量升高,当反应时间为 20 min 时,测得的结果已超出定值范围,故取反应时间为 5 min。

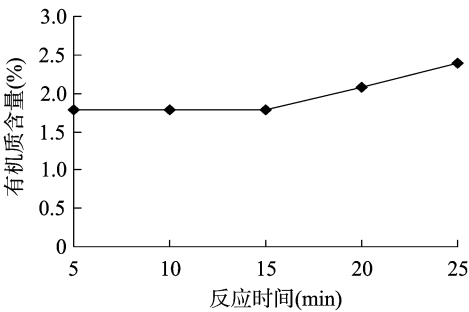


图1 不同反应时间标准土样GBW07412有机质测定数据

2.3 方法准确度和精确度

分别测定标准土样 GBW07412、GBW07415 有机质含量,每个土样 7 次重复,结果见表 1。由表 1 可见,2 个标准样品每个重复测定结果均在各自定值范围内,测定平均值与标准值的相对误差分别为 1.98%、0.23%,相对偏差分别为 0.38%、0.14%,7 次重复的相对标准偏差分别为 0.49%、0.20%。

表 1 标准土样有机质含量测试结果

样品	标准值 (%)	每重复测定值 (%)	平均值 (%)	测定值相对标准偏差 (%)	平均值与标准值相对误差 (%)
GBW07412	1.82 ± 0.09	1.785, 1.778, 1.781, 1.788, 1.790, 1.770, 1.797	1.784	0.49	1.98
GBW07415	3.83 ± 0.12	3.840, 3.823, 3.845, 3.845, 3.842, 3.840, 3.835	3.839	0.20	0.23

3 讨论

3.1 土壤成分对测定结果的影响

土壤中的氯化物对重铬酸钾容量法测定有干扰,会使结果偏高。如样品中 Cl<sup>-</sup> 含量低,可加入 Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 消除部分干扰;如含量较高,可考虑用水洗法加以克服,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。新采回的水稻土或长期处于渍水条件下的土壤,由于其低价铁、锰等较多还原物质的存在,可消耗过多的重铬酸钾,使结果偏高,影响分析准确性,必须将土壤充分自然风干才可进行分析。

3.2 试剂添加量对测定结果的影响

煮沸好的溶液颜色应该是橙黄色或黄中稍带绿色,如果以绿色为主,则说明煮沸溶液主要呈现 Cr<sup>3+</sup> 的绿色,即重铬酸钾用量不足,应采取减少称样量的方法重新测定。如果样品测定时消耗硫酸亚铁溶液体积小于空白对照所消耗硫酸亚铁溶液体积的 1/3,有氧化不完全的可能,也应减少称样量,重新测定。消解管口放入小漏斗的目的是冷凝蒸出的水汽,以减少蒸发。

3.3 沸腾的正确判断

消解管内起初有少量的小气泡产生,这是有机质被氧化而释放出的二氧化碳,并不是真正的沸腾。特别是含碳酸盐的土壤,刚加热就有大量的二氧化碳产生,这也不是真正的沸腾。只有在真正沸腾时才能开始计时。

3.4 测定结果的校正

采用重铬酸钾法并不能完全氧化土壤中的有机化合物,因此需要用一个校正系数来校正未反应的有机碳的含量,一般认为该方法所氧化的有机碳仅为实际含量的 90%,即校正系数为 1.1。

4 结论

采用消解炉进行有机质测定的加热方法简便、易于控制,设置消解炉温度 230 ℃,反应液微沸 5min,反应后溶液无需转移,直接滴定,方法准确、稳定性好,普通实验室均适用。

参考文献:

[1] 鲍士旦. 土壤农化分析[M]. 北京:中国农业出版社,2000.