

# 《FJA-1 型常规分析仪器工作站》测定土壤有机质

方建安 张连第

(中科院南京土壤研究所)

## 一、测定的意义与方法原理

土壤有机质是植物矿质营养和有机营养的源泉, 又是土壤中某些微生物的能源物质, 同时也是形成土壤结构的重要因素。因此土壤有机质与土壤的耐肥、保墒、透水、缓冲性、耕性、通气状况、土壤温度等物理化学性质有着密切的关系。所以土壤有机质是土壤肥力的重要指标之一, 是土壤分析必做的常规分析项目。

有机质含量的测定通常是采用中国土壤学会推荐的常规分析方法, 即先测定有机碳, 然后再计算机质的方法<sup>[1]</sup>。用  $\text{H}_2\text{SO}_4\text{—K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶液氧化有机碳, 再用  $\text{FeSO}_4$  标准溶液滴定过量的  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 。根据标准溶液  $\text{FeSO}_4$  的耗用量求出有机质的含量。有机质的百分含量用下式计算:

$$\text{有机质}\% = \frac{c \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.1}{m} \times 100$$

式中,  $c$  为  $\text{FeSO}_4$  标准溶液的摩尔浓度;  $V_0$  为 10mL 重铬酸钾硫酸溶液消耗的硫酸亚铁的毫升数;  $V$  为滴定等当点时滴定剂硫酸亚铁的耗用量(mL); 0.003 为 1/4C 摩尔质量(g); 1.724 为土壤有机碳换算成有机质的换算系数; 1.1 为校正系数; 100 为换算成百分含量;  $m$  为样品重量(g)。

通常都采用普通玻璃滴定管和化学指示剂进行手工滴定测定土壤有机质, 但具有一定的缺点, 如滴定速度和变色不明显等影响, 使分析产生较大的误差。在现代分析中采用电位滴定法测定有机质含量, 以白金电极作为指示电极, 甘汞电极作为参比电极。克服了由于终点变色不明显等造成的测量误差。尤其采用微机控制的电位自动滴定系统测定有机质含量时, 使分析速度和精度得到很大的提高, 同时减轻了劳动强度。

微机控制的电位自动滴定系统应用程序适用于酸碱滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定和络合滴定等具有 S 型滴定曲线的滴定。可以进行单终点或多终点滴定。

## 二、试剂及仪器设备

### 1. 试剂

(1)  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{—H}_2\text{SO}_4$  溶液: 39.225 克  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (GB642—77)溶于 1 升水中, 再缓缓加入 1 升浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (GB625—77)。边加边搅拌, 必要时用水冷却。溶液浓度为  $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.4\text{mol/L}$ 。

(2)  $\text{FeSO}_4$  溶液: 56 克  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (GB664—77)溶于 600mL 水中, 加  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (GB625—77) 5 mL。加水至 1 升, 用标准  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  标定浓度。

### 2 仪器设备

(1) 油浴锅、试管等消化有机质的设备;

(2) FJA-1 型常规分析仪器工作站; (中科院南京土壤所技术服务中心研制与生产)

(3) 微机滴定应用程序 (中科院南京土壤所技术服务中心提供)<sup>[2]</sup>。

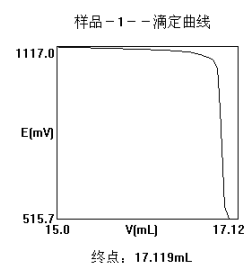
## 三、分析过程

### 1. 样品前处理

称土 0.1—0.5 克于硬质试管中, 准确加入  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{—H}_2\text{SO}_4$  溶液 10mL, 摇匀, 在油浴上 170—180℃ 消化 5 分钟, 冷却后用水洗入 100 mL 烧杯中, 体积约为 50mL。

### 2. 微机滴定操作

将准备好的溶液放在滴定台上, 以白金电极为指示电极, 饱和甘汞电极为参比电极, 在机械搅拌的情况下, 以  $\text{FeSO}_4$



为滴定剂，进行微机控制的电位自动滴定。

滴定程序启动后，首先进行人机对话，输入必要的参数、测量方式和滴定条件。

在作样品定分析时，不再打入上述参数，只要打入样品号和初给体积（视滴定剂用量大小来确定，这样可以加快滴定速度），就能自动滴定，直至滴定到终点。如图所示。也可以打印曲线和储存与打印测定结果。

#### 四、结果与讨论

1. 用 FJA-1 型常规分析仪器工作站(永停终点法)和手工滴定法以  $\text{FeSO}_4$  标准溶液对  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  进行六次平行滴定，其结果如表 1 所示。

表 1 用  $\text{FeSO}_4$  滴定  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  的结果

项目	次数						平均值 (mL)	标准差 $S_x$	变异系数 CV%
	1	2	3	4	5	6			
工作站滴定	17.20	17.12	17.12	17.12	17.12	17.14	17.14	0.032	0.19
手工滴定	17.20	17.15	17.10	17.10	17.20	17.15	17.15	0.045	0.26

用微机电位自动滴定系统和手工滴定的方法对土壤有机质样品进行了对照分析，分析结果如表 2 所示。

表 2 工作站(永停终点法)和手工滴定法测定土壤有机质结果比较

标本号	工作站滴定法 (有机质%)	手工显色滴定法 (有机质%)
1	0.57	0.57
2	0.47	0.45
3	0.51	0.48

根据实验结果，表明微机控制的电位滴定具有较高的测定精度和好的重现性。在滴定剂的耗用量在 17mL 左右时，变异系数小于 0.2%。两种滴定方法对样品的对比测定其结果完全符合要求。

2. 微机控制的电位自动滴定不但能打印出滴定结果，同时还能绘出滴定曲线和等当点在曲线上的位置，可以进一步判断结果的可靠性。

3. 整个滴定过程全部自动化，不需要操作者参与。因此在滴定时，操作者可以做其他工作，提高工作效率和分析速度。

#### 参考文献

- [1]、中国科学院南京土壤所，土壤理化分析，上海科学技术出版社，1978。
- [2]、方建安、王教生、杨坤奎、分析仪器，(2)，(26) 1989。