



王春丽, 王一凡, 吴昊, 等. 东北黑土有机质检测方法优化[J]. 黑龙江农业科学, 2019(7):69-70.

东北黑土有机质检测方法优化

王春丽, 王一凡, 吴昊, 高一娜, 李环宇, 陈福海

(哈尔滨市农产品质量安全检验检测中心, 黑龙江 哈尔滨 150028)

摘要:为进一步提高检测工作效率, 促进环境保护及农牧业可持续发展, 本文采用自动消化炉——自动电位滴定仪方法对土壤进行了有机质测定, 同时进行样品空白和黑土标准物质的测定。结果表明: 同农业标准(NY/T 85-1988)和农业标准(NY/T 1121.6-2006)检测方法相比, 本试验方法操作简单易行, 结果准确可靠。采用此方法进行批量样品检测时, 可以减少环境污染, 大大提高工作效率。

关键词:土壤; 有机质; 消解; 测定

土壤有机质是指土壤中含碳的有机物质。它既是植物矿质营养和有机营养的源泉, 又是土壤中异养型微生物的能源物质, 同时也是形成土壤结构的重要因素^[1-3]。土壤有机质含量水平是衡量土壤肥力和土壤质量的重要指标之一。黑土地是大自然赋予人类得天独厚的宝藏, 是一种性状好、肥力高, 非常适合农作物生长的土壤^[4-5]。东北地区黑土地资源丰富, 是全国的粮食主产区。随着土地资源的过度开发利用, 耕地质量面临的压力越来越大, 土壤趋于盐渍化和贫瘠化^[6-8]。本文对土壤有机质测定方法进行改进, 旨在提高检测工作效率, 为政府掌握土壤肥力、实施环境保护及农牧业可持续发展等方面提供有效依据。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 试剂 重铬酸钾、硫酸、硫酸亚铁、邻啡罗啉; 黑土标准物质(GBW07458)等。

1.1.2 仪器与设备 全自动电位滴定仪, 型号 T50 瑞士梅特勒-托利多; FOSS 消化炉, 型号 DT208 丹麦福斯; 分析天平, 型号 ME204 瑞士梅特勒-托利多; 移液器等。

1.2 方法

1.2.1 消解 准确称取通过 0.25 mm 孔径筛的风干试样 0.05~0.50 g (精确到 0.000 1 g), 于 250 mL 凯氏定氮消解管中, 缓慢加入 10.00 mL 0.4 mol·L⁻¹ 重铬酸钾—硫酸溶液。轻轻摇动后置于提前预热至 180~185 °C 的消化炉上, 待消解管中液体微沸冒气泡时开始计时, 煮沸 5 min ± 0.5 min 后, 取出消解管。冷却后, 将消解管内的

消煮液及土壤残渣无损地转到 100 mL 滴定杯中, 用水冲洗消解管, 洗液并入滴定杯中, 使滴定杯内总体积在 60 mL 左右, 保持硫酸浓度为 1.0~1.5 mol·L⁻¹, 此时溶液的颜色应为橙黄色或淡黄色。同时以 0.2 g 灼烧浮石粉或土壤代替土样做两个空白试验。

1.2.2 测定 启动自动电位滴定仪, 选择设定方法并输入称样量, 滴定管内加入已标定的 0.1 mol·L⁻¹ FeSO₄ 滴定试剂, 将滴定杯置于电极和搅拌器下方进行样品空白、标准物质和样品的测量, 测量数据自动输出。

1.2.3 数据分析 试验数据采用 Excel 2010 处理。

2 结果与分析

2.1 三种检测方法比较

将农业标准(NY/T 85-1988)、农业标准(NY/T 1121.6-2006)和本试验改进方法进行比较, 具体见表 1。

本试验采用的自动消化炉——自动电位滴定仪改进方法, 一方面采用的 250 mL 凯氏定氮管底表面积大, 增大样品受热面积, 使溶液沸腾时间变短, 减少环境污染和副产物的产生; 另一方面降低了指示剂变色范围和人为因素引起的误差。

2.2 准确度和精密度试验

本试验取黑龙江当地 3 个不同地区的黑土为测试样本, 同时采用国家黑土标准物质(GBW 07458)作为参照, 进行有机质含量的测定, 每个样本做 7 个平行, 结果见表 2。

从对黑土标准物质的检测结果来看, 采用自动消化炉——自动电位滴定仪方法进行土壤有机质的测定, 黑土标准物质的 7 个平行测定值均在标准值范围内, 平均值与标准值的相对误差为 0.87%, 测定值的相对标准偏差为 2.10%。能够

收稿日期: 2019-04-01

第一作者简介: 王春丽(1980-), 女, 硕士, 高级农艺师, 从事农产品质量安全和风险防控工作。E-mail: 736269409@qq.com。

获得非常满意的结果,表明该方法的准确度和精密度良好。

表 1 三种检测方法比较

Table 1 Comparison of three detection methods

方法类型 Method type	0.4 mol·L ⁻¹ 重铬酸钾硫酸加入量 Addition of potassium dichromate and sulfuric acid/mL	加热方式 Heating mode	加热温度 Heating temperature/℃	加热时间 Heating time/min	滴定方式 Titration method
农标(NY/T 85-1988)	10	电砂浴	200~230	5.0±0.5	指示剂法人工滴定
农标(NY/T 1121.6-2006)	10	油浴	170~180	5.0±0.5	指示剂法人工滴定
本试验改进方法	10	自动消化炉	180~185	5.0±0.5	自动电位滴定仪 直接滴定

表 2 黑土标准物质检测结果

Table 2 Test results of reference materials in black soil

样品名称 Sample name	标准值 Standard value/ (g·kg ⁻¹)	平行测定值 Parallel measurements/(g·kg ⁻¹)								平均值 Average value/ (g·kg ⁻¹)	平均值与标准值相对误差 Relative error between average value and standard value/%	测定值 RSD Measured value RSD/%
GBW07458	34.5±1.3	35.13	34.85	33.28	35.51	34.55	35.26	34.69	34.8		0.87	2.10
方正黑土	—	28.72	28.26	26.93	27.74	29.01	28.55	27.51	28.1		—	—
五常黑土	—	37.54	36.89	36.87	37.95	37.15	36.92	38.23	37.4		—	—
双城黑土	—	31.60	33.02	32.24	32.96	31.88	32.35	32.10	32.3		—	—

3 结论

农业标准(NY/T 85-1988)电砂浴加热法和农业标准(NY/T 1121.6-2006)油浴加热法在测定有机质时,操作繁琐,环境污染大。本文对标准中消解和滴定这两部分进行了优化改进。进行样品测定的同时,采用国家黑土标准物质进行对照,同时对准确度和精密度进行验证,所得数据与标准值对照完全符合要求。本试验采用的自动消化炉——自动电位滴定仪改进方法,一方面采用的凯氏定氮管底表面积大,增大样品受热面积,使溶液沸腾时间变短,减少环境污染和副产物的产生;另一方面降低了指示剂变色范围和人为因素引起的误差。该方法操作简便易行,广泛适用于土壤有机质批量样品的测定。

参考文献:

[1] 辜忠春,李光荣,李军章,等. 正交试验优化分光光度法测定森林土壤有机质[J]. 浙江农林大学学报,2017(2): 239-243.

[2] 徐虎,申华平,周世伟,等. 铝模块消解仪加热法测定土壤中有机质含量[J]. 中国土壤与肥料,2016(3):140-144.

[3] 吴才武,夏建新,段峥嵘. 土壤有机质测定方法述评与展望[J]. 土壤,2015(3):453-459.

[4] 徐爽,杨凯,德永军,等. 棕壤有机质测定方法研究[J]. 中国农学通报,2014(18):89-94.

[5] 郝国辉,邵劲松. 土壤有机质含量测定方法的改进研究[J]. 农业资源与环境学报,2014(2): 202-204.

[6] 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(9): 291-292.

[7] 钱宝,刘凌,肖潇. 土壤有机质测定方法对比分析[J]. 河海大学学报(自然科学版),2011(1): 34-38.

[8] 康文靖,彭润英,蒋端生,等. 有机质四种检测方法的比较及影响因素研究[J]. 湖南农业业学,2010(13): 81-83,86.

Optimization of Organic Matter Detection Method
for Black Soil in Northeast China

WANG Chun-li, WANG Yi-fan, Wu-hao, GAO Yi-na, LI Huan-yu, CHEN Fu-hai

(Harbin Examining and Inspection Center for Agricultural Products Safety and Quality, Harbin 150028, China)

Abstract: In order to further improve the detection efficiency and promote environmental protection and sustainable development of agriculture and animal husbandry. In this paper, the organic matter in soil was determined by automatic digestion furnace-automatic potentiometric titrator, and the sample blank and black soil reference materials were also determined. The results showed that compared with the agricultural standard (NY/T 85-1988) and the agricultural standard (NY/T 1121.6-2006), the method was simple and easy to operate, and the results were accurate and reliable. When using this method to detect batch samples, the environmental pollution can be reduced and the work efficiency can be greatly improved.

Keywords: soil; organic matter; digestion; determination