

土壤中有機質的速測法

A RAPID METHOD FOR DETERMINATION OF SOIL ORGANIC MATTER

中國科學院土壤研究所分析室

關於硫酸注入水溶液時能產生大量熱，是盡人皆知的。前人曾利用這一點於土壤有機質的測定中，以達到不需要其他加熱設備而能進行消化的目的。但在他們的試驗中，當有機質含量超過 2.5% 時，不易得出令人滿意的結果。考慮其原因：(1) 硫酸加入的速度仍不够快速，發熱量不大；(2) 熱量散發得太快；(3) 不易充分搖混。因此，我們研究用注射法迅速注入硫酸來代替從滴定管中加入的方法；其次用小三角瓶代替試管，這樣有可能充分搖動而且可以使作用更為完全；第三，把三角瓶埋在乾砂或灰中，使其溫度能保持較高，以利氧化作用進行得更趨完全。

一、硫酸用量的問題

取 50 毫升三角瓶若干只，加入 0.4N 的重鉻酸鉀溶液各 10 毫升，再用注射筒（醫學上用的）以垂直方向迅速注入濃硫酸 10、12、15、20 毫升，5 分鐘後，用硫酸亞鐵滴定，以鄰啡囉啉為指示劑，顏色由褐黃經綠變褐紅為止。結果如下：

表 1

重鉻酸鉀(毫升)	濃硫酸(毫升)	比 例	消耗的硫酸亞鐵 (毫升)	以 1:1 時所消耗的硫酸亞 鐵毫升數作為 100
10	10	1:1	21.30	100
10	12	1:1.2	21.30	100
10	15	1:1.5	21.26	99.8
10	20	1:2	21.24	99.2

上列結果表明，當硫酸用量增加時並不發生重鉻酸鉀被還原而影響它的濃度。

二、重鉻酸鉀溶液與硫酸比例的選擇

稱出苯二甲酸氫鉀若干分，放入 50 毫升的三角瓶中，加重鉻酸鉀溶液 (0.4N) 各 10 毫升，然後分區注入硫酸 10、12、15、20 毫升，搖混後埋在砂中（灰中也可以），5 分鐘後進行滴定，其結果如表 2 所示。

從表 2 可以看出，當碳量少時，1:2 的比例引起結果偏高，1:1 的比例而結果偏低。在碳量增高時，測出率以 1:1.5 或 1:2 最高。因此我們選擇了 1:1.5 的比例。即每 10 毫升重鉻酸鉀溶液加 15 毫升濃硫酸。

表 2

重鉻酸鉀硫酸	已知碳量 (毫克)	測出碳量 (毫克)	測出率(%)	重鉻酸鉀 硫酸	已知碳量 (毫克)	測出碳量 (毫克)	測出率(%)
1:1	0.96	0.93	96.9	1:1.5	0.93	0.92	98.9
	1.93	1.85	95.8		1.88	1.80	95.7
	2.85	2.63	92.3		2.78	2.75	98.9
	4.45	4.20	94.4		4.86	4.63	95.3
	7.13	6.37	89.3		7.08	6.71	94.8
	9.25	8.53	92.2		9.32	8.93	95.8
1:1.2	0.89	0.88	98.9	1:2	1.02	1.12	109.8
	1.79	1.75	97.8		1.95	1.96	100.5
	2.75	2.68	97.5		2.88	3.00	104.2
	4.91	4.63	94.3		4.61	4.23	93.9
	7.00	6.51	93.0		7.08	6.78	95.8
	9.31	8.82	94.7		9.42	8.93	94.8

三、測定土壤中有機質及其結果

我們用來進行比較的土壤標本共 37 個，計：紅壤 9 個，東北地區黑土等 14 個，西北地區土壤 14 個。其方法如下：

稱取土樣 0.1—1 克（視有機含量多少而定，有機質多時宜少稱，如無分析天平，即可稱 1—2 克，但重鉻酸鉀及硫酸用量相應增加）置入 50—100 毫升的三角瓶中（重鉻酸鉀用量大於 20 毫升時可選用 100 毫升三角瓶，否則以 50 毫升為宜，這樣才能保證一定的溶液厚度），然後用注射筒吸取相當於重鉻酸鉀溶液體積 1.5 倍的濃硫酸，以垂直方向迅速注入三角瓶，此時當發生大量水氣。稍加搖動後，即埋入乾砂中以保暖，最好是把砂裝在木盤中，在三角瓶埋入後，不時振動木盤，這樣更可保證作用趨於完全。稍待冷卻後（5 分鐘左右）加適量的蒸餾水，而後用標準的硫酸亞鐵滴定，以磷啡囉啉為指示劑。

計算公式：

$$\begin{aligned} \text{有機質}\% &= \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 0.003 \times 1.724 \times 100 \times 1.1}{W} \\ &= \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 0.569}{W} \end{aligned}$$

式中： $V_1 \times N_1$ ——為加入的重鉻酸鉀當量濃度及毫升數；

$V_2 \times N_2$ ——為滴定時消耗的硫酸亞鐵當量濃度及毫升數；

0.003——為每一毫當量的碳所有的克數；

1.724——把碳換算為有機質的常數；

100——把結果換算為百分數；

1:1——為丘林法改正常數。

測出結果，作成綫圖如下，從圖中可以看出，除個別點外，大體上都分佈在綫的附近，說明注射法的結果與丘林法之間具有直綫關係，從綫的斜度，我們可以求出注射法的改正值是 1.07，就是說用注射法測出的結果再乘上 1.07，則可得大體上與丘林法所得相同的

結果。

因此,上述的計算公式可以改爲:

$$\begin{aligned} \text{有機質}\% &= \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 0.569 \times 1.07}{W} \\ &= \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 0.61}{W} \end{aligned}$$

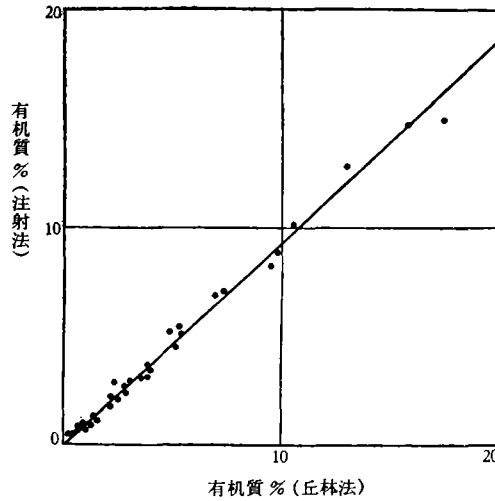


表 3 丘林法與注射法有機質分析結果比較

標本號碼	地 點	有機質 % 丘林法	注 射 法		標本號碼	地 點	有機質 % 丘林法	注 射 法	
			有機質 (%)	爲丘林 法的%				有機質 (%)	爲丘林 法的%
23763	黑龍江	5.23	4.83	92	31817	甘肅	3.87	3.80	98
27765	黑龍江	2.87	2.39	84	23696	甘肅	0.91	0.79	87
23784	黑龍江	4.66	4.28	92	23693	甘肅	1.97	1.38	70
22899	黑龍江	9.32	8.83	94	22792	陝西	1.42	1.11	78
23954	黑龍江	10.56	10.18	96	23614	陝西	15.70	14.68	94
23930	黑龍江	7.46	7.09	95	23589	陝西	20.86	20.19	97
23901	黑龍江	5.15	4.45	86	23612	陝西	5.30	5.46	103
29321	黑龍江	3.95	3.65	92	25463	山西	3.85	3.01	78
24292	吉林	13.01	11.85	91	25452	山西	6.89	6.82	99
24323	吉林	3.11	2.81	90	23180	廣東	0.99	0.98	99
24265	吉林	17.41	14.93	86	23181	廣東	0.77	0.75	97
24345	遼寧	0.69	0.72	104	23182	廣東	0.57	0.47	82
24131	遼寧	0.31	0.52	168	23200	廣東	1.29	0.90	70
24166	遼寧	2.17	2.21	102	23211	廣東	3.58	3.16	88
25118	甘肅	1.40	1.24	89	23212	廣東	2.92	2.71	93
25121	甘肅	0.58	0.60	103	23216	廣東	4.55	4.06	89
30931	甘肅	3.81	3.66	96	23267	江西	5.40	5.06	94
30933	甘肅	2.59	2.36	91	23269	江西	2.08	1.95	94
31098	甘肅	9.47	8.10	86					

四、本法所需的設備及藥品

1. 分析天平或千分之一天平(這是一般實驗室均備有的);
2. 50—100 毫升三角瓶;
3. 10, 25 毫升的滴定管;
4. 25 毫升的注射筒(醫學上用);
5. 砂盤;
6. 所需藥品與丘林法相同(重鉻酸鉀, 濃硫酸, 指示劑)。

指示劑配製方法如下:

稱出磷二氮菲 (*o*-phenanthroline $C_{12}H_8N$) 1.49 克, 硫酸亞鐵 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 0.7 克溶於 100 毫升蒸餾水中, 貯於棕色滴瓶中。