**土壤腐殖质组成的测定**

**焦磷酸钠-氢氧化钠提取重铬酸钾氧化容量法**

**一、方法原理**

土壤腐殖质按其溶解度分为可溶性腐殖质（胡敏酸和富里酸）及不溶性腐殖质（胡敏素）。用0.1mol/ L焦磷酸钠氢氧化钠混合液提取可溶性腐殖质，采用重铬酸钾氧化容量法测定胡敏酸和富里酸总量。提取液经酸化沉淀分离胡敏酸，并测定其含量，计算可得富里酸含量。测定土壤样品总碳量，减去胡敏酸和富里酸含量即为胡敏素含量。

**二、仪器**

分析实验室常用设备；恒温水浴锅；振荡机（控温25℃±2℃，满足180r/min±20r/min的振荡频率或达到相同效果）。

**三、实验试剂**

（1）氢氧化钠（0.1mol/L）-焦磷酸钠（0.1mol/L）混合提取液（pH13）：称取4.0g氢氧化钠和44.6g焦磷酸钠（）溶于水，稀释至1L。

（2）氢氧化钠溶液，：称取2.0 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至1 L。

（3）硫酸溶液，：吸取30 mL硫酸（ρ1.84g/mL），缓缓加入水中，冷却后定稀释至1L。

（4）硫酸溶液，：吸取1mol/L硫酸溶液50 mL，缓缓加入水中，冷却后定稀释至1L。

（5）0.8000 mol·L-1(1/6K2Cr2O7) 标准溶液：称取经130℃烘干的重铬酸钾(K2Cr2O7，GB642-77，分析纯)39.2245 g溶于水中，定容于1000 mL容量瓶中。

（6）H2SO4：浓硫酸（H2SO4，GB625-77，分析纯）。

（7）0.2 mol·L-1 FeSO4溶液：称取硫酸亚铁（FeSO4·7H2O，GB664-77，化学纯）56.0 g 溶于水中，加浓硫酸5mL，稀释至1L。

（8）邻啡罗啉指示剂：称取邻啡罗啉（GB1293-77，分析纯）1.485 g与FeSO4·7H2O 0.695 g，溶于100 mL水中。

**四、操作步骤**

（一）腐殖质总量的测定

按土壤有机质测定法规定测定，计算腐殖质总量。

（二）胡敏酸和富里酸含量的测定

（1）试样溶液的制备

称取过0.25mm孔径筛的风干试样5.00g于250mL三角瓶中，加入100mL氢氧化钠-焦磷酸钠混合提取液，塞紧瓶塞后于25℃±2℃、在恒温振荡机上振荡30min±2min，稍静止后，微微转动三角瓶，用上清液洗下黏在瓶壁上的土粒，静置约24h（温度约25℃），将溶液充分摇匀进行过滤或离心，使滤液清澈，弃去残渣，滤液收集于三角瓶中。

（2）胡敏酸和富里酸含量的测定

吸取试样溶液2. 00 mL ~ 10. 00 mL（视滤液颜色深浅而定）于150 mL三角瓶中，用1 mol/L硫酸溶液中和至pH7.0（可用pH试纸检验） ，放入水浴锅中蒸干，按土壤有机碳测定方法测定碳量，为胡敏酸+富里酸含量。

（3）胡敏酸含量的测定

吸取试样溶液20.0mL~50.0mL（视滤液颜色深浅而定）于200mL烧杯中，在加热条件下逐滴加入1mol/L硫酸溶液，使pH为1~1.5（可用pH试纸检验，此时应出现胡敏酸絮状沉淀）。将烧杯放入约80℃恒温水浴中保温30min后静置过夜，使胡敏酸与富里酸充分分离。次日用慢速滤纸过滤或离心，用0.05 mol/L硫酸溶液洗涤沉淀，至洗涤液无色为止（约150 mL洗涤液） ，弃去滤液，将沉淀用热的0.05mol/L氢氧化钠溶液少量多次快速洗涤溶解至25mL~100mL容量瓶中（视沉淀多少而定），用0.05 mol/L氢氧化钠溶液定容。吸取5. 00 mL~ 20.00 mL（视胡敏酸含量多少而定）于150 mL三角瓶中，用1 mol/ L硫酸溶液中和至pH7.0（可用pH试纸检验） ，放入水浴锅中蒸干，按土壤有机碳的测定方法测定碳量，为胡敏酸含量。

1. **结果计算**

（1）腐殖质总碳量以质量分数计，数值以克每千克（g/ kg）表示，按式（1）计算:



式中:

——空白试验时，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V——样品测定时，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，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 碳原子的毫摩尔质量，单位为克每摩尔（g/ mol） ；

m——试样的质量，单位为克（g）。

（2）胡敏酸十富里酸总碳量以质量分数计，数值以克每千克（g/ kg）表示，按式（2）计算:



式中:

——空白试验时，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

——样品测定时 ，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，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 碳原子的毫摩尔质量，单位为克每摩尔（g/ mol） ；

——测定胡敏酸+富里酸含量时分取倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

（3）胡敏酸碳量 以质量分数计，数值以克每千克（g/ kg）表示，按式（3）计算:



式中:

——空白试验时，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

——样品测定时，消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，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 碳原子的毫摩尔质量，单位为克每摩尔（g/ mol）；

——测定 胡敏酸含量时分取两次的倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

1. 富 里酸碳量以质量分数计，数值以克每千克（g/ kg）表示，按式（4）计算:



（5）胡敏素碳量以质量分数计，数值以克每千克（g/ kg）表示，按式（5）计算: .

