

# 快速测定有机原料中有机质含量的研究

唐玉霞,王慧敏

(河北省农林科学院 农业资源环境研究所,河北 石家庄 050051)

**摘要:** 为了快速、准确地测定有机原料中有机质含量,以中华人民共和国农业行业标准 NY-2011 有机肥料中有机质的测定方法为标准方法,对其中的沸水浴加热氧化条件进行了改进,即恒温烘箱加热氧化法。同时对恒温烘箱加热氧化法测定有机原料中有机质的加热温度、加热时间进行了研究。研究表明,与标准方法相比,恒温烘箱 100℃ 加热氧化 30 min 和 175℃ 加热氧化 10 min 这 2 种方法所测的结果准确可靠,而且高效、快捷、更为实用。

**关键词:** 有机原料; 有机质; 快速测定

中图分类号: S141 文献标识码: A 文章编号: 1000-7091(2012)增刊-0354-04

## Study on the Rapid Determination of Organic Matter Content in Organic Raw Material

TANG Yu-xia, WANG Hui-min

(Institute of Agro-resources and Environment, Hebei Academy of Agriculture and Forestry  
Sciences, Shijiazhuang 050051, China)

**Abstract:** In order to determine organic matter content in organic raw material rapidly and precisely, the determining method of organic matter in organic manure (NY-2011) was regarded as a standard method. That was the Potassium dichromate volumetric method by the boiling water bath heating. It was improved by the oven heating instead of the boiling water bath heating. At the same time the oven heating temperature and heating time were studied by the oven heating oxidation. The results showed that two methods of oven heating 30 min/100℃ and 10 min/175℃ had the same accuracy and precision compared with the standard method. But they were efficiency, rapidity and practicality.

**Key words:** Organic raw material; Organic matter; Rapid determination

重铬酸钾容量法测定有机质被认为是最好也是应用最为广泛的方法<sup>[1-3]</sup>,它具有操作简便、重现性好、且设备简单,目前有机肥料和有机无机复混肥料中有机质的测定均采用沸水浴重铬酸钾容量法。有机原料是生产有机肥料和有机无机复混肥料的重要原料,对于肥料生产企业而言,为了克服选料上的盲目性,保证产品质量,快速、准确地测定有机原料中有机质含量,以选取适宜的生产原料尤为必要。沸水浴重铬酸钾容量法由于水浴升温慢、耗时长,而且每次所做样品数量有限,因此工作效率较低。本项研究基于快速、准确、高效、实用的原则,以现行的中华人民共和国农业行业标准 NY525-2011 有机肥料

中有机质的测定方法为标准方法,对有机质测定中的沸水浴加热方法加以改进,以期为肥料生产企业更加快速选取有机原料提供依据。

## 1 材料和方法

### 1.1 试验材料

供试代表性样品有风化煤、鸡粪、猪粪、牛粪、泥炭、污泥、糠醛渣,样品经风干、磨粹、过筛装瓶备用。

试验所用试剂有二氧化硅粉末、浓硫酸、邻菲罗啉指示剂、重铬酸钾、硫酸亚铁,除标定所用的重铬酸钾基准试剂外,其他试剂均为分析纯;试验用水为蒸馏水。

收稿日期: 2012-09-20

基金项目: 河北省自然科学基金资助项目(c2007001005)

作者简介: 唐玉霞(1963-),女,河北行唐人,研究员,主要从事农业环境与植物营养方面的研究。

试验所用主要仪器有恒温水浴锅、电热恒温烘箱、万分之一分析天平、三角瓶、容量瓶、滴定管、移液管、弯茎漏斗等。

## 1.2 方法原理

用定量的重铬酸钾-硫酸溶液,在加热条件下,使有机原料中的有机碳氧化,剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁溶液滴定,同时以二氧化硅为添加物做空白试验,根据氧化前后氧化剂的消耗量,乘以换算系数1.724,即可计算出有机质含量。

## 1.3 试验方法

1.3.1 沸水浴重铬酸钾容量法<sup>[3]</sup> 称取过0.25 mm筛的风干试样0.1~0.5 g(精确至0.000 1 g)置于500 mL三角瓶中,准确加入0.8 mol/L重铬酸钾溶液50 mL,再加入50 mL浓硫酸,加一弯颈小漏斗,轻轻摇匀混合,趁热放入沸水浴中,待水沸腾后保持30 min,氧化过程中每隔5 min,轻轻摇晃一次。取出三角瓶冷却至室温,用蒸馏水冲洗小漏斗,洗液承接于三角瓶中,然后将三角瓶中反应物无损转入250 mL容量瓶中,冷却至室温,定容。吸取50 mL溶液于250 mL三角瓶内,加水约至100 mL,加2~3滴邻菲罗啉指示剂,用0.2 mol/L硫酸亚铁标准溶液滴定,被滴定溶液由橙色转为亮绿色,最后变成砖

红色为滴定终点。同时以二氧化硅代替试样进行空白试验。

### 1.3.2 恒温烘箱 100℃保温氧化重铬酸钾容量法

方法同1.3.1,只是将沸水浴中加热氧化30 min改为恒温烘箱100℃保温氧化30 min。在放入烘箱前将三角瓶内反应物充分摇匀混合,放入烘箱后等烘箱恒温100℃时开始记时,保温过程中不再摇动三角瓶。

### 1.3.3 恒温烘箱 175℃保温氧化重铬酸钾容量法

方法同1.3.2,只是将恒温烘箱100℃保温氧化30 min改为175℃保温氧化,氧化时间分别为5,10,15 min。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同有机原料中的有机质含量

以NY525-2011有机肥料中有机质的测定方法即1.3.1的方法为标准方法,测定了不同有机原料的有机质含量,测定结果见表1。从表1可看出,沸水浴重铬酸钾容量法测得的不同有机原料的有机质含量的重现性和精密度很好,这充分体现了沸水浴加热温度均匀的优越性与可操作性。

表1 沸水浴条件下不同有机原料中有机质的含量

Tab.1 The contents of organic matter in different organic raw material by boiling water bath method

原料种类 Kinds of raw material	重复测定值/% Determined value of repeat					平均值/% Average	标准差/% S	变异系数/% CV
	1	2	3	4	5			
风化煤 Weathered coal	78.52	78.39	78.35	78.42	78.48	78.43	0.068	0.09
鸡粪 Chicken manure	45.24	45.46	45.38	45.36	45.29	45.35	0.085	0.19
猪粪 Pig manure	48.46	48.54	48.34	48.52	48.47	48.47	0.078	0.16
牛粪 Cow manure	58.52	58.34	58.46	58.51	58.45	58.46	0.071	0.12
糠醛渣 Furfural	86.36	86.51	86.39	86.48	86.42	86.43	0.062	0.07
污泥 Sewage sludge	42.15	42.32	42.35	42.24	42.27	42.27	0.078	0.18
泥炭 Fen peat	60.35	60.56	60.48	60.44	60.38	60.44	0.083	0.14

注:不同有机原料有机质的测定值=平均值±标准差(S)。

Note: The determined( Estimated) value of the content of organic matter in different organic raw material equals average value ± S.

表2 恒温烘箱 100℃保温氧化条件下不同有机原料有机质的含量

Tab.2 The contents of organic matter in different organic raw material by oven100℃method

原料种类 Kinds of raw material	重复测定值/% Determined value of repeat					平均值/% Average	标准差/% S	变异系数/% CV
	1	2	3	4	5			
风化煤 Weathered coal	78.42	78.34	78.45	78.50	78.48	78.44	0.063	0.08
鸡粪 Chicken manure	45.48	45.31	45.36	45.45	45.52	45.42	0.087	0.19
猪粪 Pig manure	48.46	48.48	48.34	48.50	48.52	48.46	0.071	0.15
牛粪 Cow manure	58.42	58.58	58.45	58.61	58.54	58.52	0.082	0.14
糠醛渣 Furfural	86.49	86.61	86.44	86.55	86.48	86.51	0.067	0.08
污泥 Sewage sludge	42.27	42.34	42.45	42.48	42.37	42.38	0.085	0.20
泥炭 Fen peat	60.38	60.55	60.49	60.46	60.52	60.48	0.065	0.11

## 2.2 恒温烘箱加热氧化测定有机原料中有机质的研究

2.2.1 恒温烘箱 100℃ 保温氧化测定有机原料有机质的研究 将标准方法中沸水浴加热氧化 30 min 改为恒温烘箱 100℃ 保温氧化 30 min ,测定结果见表 2。

从表 1 2 可看出 ,恒温烘箱 100℃ 保温氧化 30 min 条件下 ,所测得的不同有机原料的有机质含量均在标准方法的测定值范围内 ,而且其精密度与沸水浴法相比 ,没有明显变化。由于水浴升温比烘箱升温慢 ,且不宜大量样品的同时测定 ,因此采用恒温烘

箱加热氧化测定有机原料的有机质含量可缩短分析时间 ,提高工作效率。

2.2.2 恒温烘箱 175℃ 保温氧化测定有机原料有机质的研究 参照土壤有机质的测定条件<sup>[2]</sup> ,重铬酸钾-硫酸溶液氧化有机碳需要 170 ~ 180℃ 的温度环境 ,而沸水浴法仅提供 100℃ 的加热环境 ,为了缩短分析时间 ,简化试验所用的仪器设备 ,提高分析效率 ,选择恒温烘箱 175℃ 下不同保温氧化时间进行了试验 ,测定结果(表 3) 表明 ,175℃ 下不同保温氧化时间所测得的不同有机原料有机质的重现性很好。

表 3 恒温烘箱 175℃ 不同保温氧化时间测得不同有机原料有机质的含量

Tab.3 The contents of organic matter in different organic raw material by oven 175℃ method

原料种类 Kinds of raw material	175℃ 5 min		175℃ 10 min		175℃ 15 min	
	平均值/% Average	变异系数/% CV	平均值/% Average	变异系数/% CV	平均值/% Average	变异系数/% CV
风化煤 Weathered coal	78.45	0.08	78.47	0.09	78.43	0.07
鸡粪 Chicken manure	45.37	0.15	45.38	0.18	45.37	0.17
猪粪 Pig manure	48.49	0.14	48.52	0.16	45.51	0.17
牛粪 Cow manure	58.51	0.16	58.48	0.13	58.54	0.15
糠醛渣 Furfural	86.48	0.09	86.45	0.08	86.52	0.09
污泥 Sewage sludge	42.31	0.21	42.34	0.19	42.30	0.18
泥炭 Fen peat	60.46	0.11	60.45	0.12	60.42	0.11

以恒温烘箱 175℃ 不同保温氧化时间为试验处理 ,不同有机原料种类的有机质测定结果为试验重复 ,进行统计分析<sup>[4]</sup> ,结果表明 , $F = 1.01 < F_{0.05}$  ( $F_{0.05} = 3.88$  , $F_{0.01} = 6.93$ ) 即置信度为 95% 时 , $F$  值未达到显著水平 ,这说明恒温烘箱 175℃ 保温氧化时间 5 ~ 15 min 所测得的同一有机原料有机质含量没有明显差异 ,这与刘长风等<sup>[5]</sup> 利用电热恒温油浴 ,将有机碳在重铬酸钾-硫酸溶液中的氧化温度提高到 170 ~ 180℃ 的研究结果一致。为了保证不同种类有机原料中有机碳的充分氧化 ,建议选择恒温烘箱 175℃ 保温氧化 10 min 为宜 ,该方法比沸水浴

加热氧化时间缩短了 2/3。

## 2.3 恒温烘箱加热保温氧化测定有机原料有机质的准确度

为了进一步验证恒温烘箱加热保温氧化测定有机原料有机质的可行性 ,分别将其与标准方法所测不同有机原料有机质结果采用配对法进行  $t$  检验<sup>[4]</sup> ,检验结果表明 ,恒温烘箱 100℃ 保温氧化 30 min( $t = 1.85$  小于  $t_{0.05}$ ) 和恒温烘箱 175℃ 保温氧化 10 min( $t = 2.00$  小于  $t_{0.05}$ ) 所测的有机质含量与标准方法没有差异即恒温烘箱加热保温氧化这 2 种方法的分析结果准确可靠。

表 4 恒温烘箱加热氧化测定不同有机原料有机质的准确度

Tab.4 The accuracy of determining organic matter in different organic raw material by oven heating

原料种类 Kind of raw material	沸水浴保温 30min Boiling bath 30 min	恒温烘箱 100℃ 保温 30 min Oven 100℃ 30 min		恒温烘箱 175℃ 保温 10 min Oven 175℃ 10 min	
	平均值/% Average	平均值/% Average	$t$ 值	平均值/% Average	$t$ 值
	Average	Average		Average	
风化煤 Weathered coal	78.43	78.44		78.47	
鸡粪 Chicken manure	45.35	45.42		45.38	
猪粪 Pig manure	48.47	48.46		48.52	
牛粪 Cow manure	58.46	58.52	1.85	58.48	2.00
糠醛渣 Furfural	86.43	86.51		86.45	
污泥 Sewage sludge	42.27	42.38		42.34	
泥炭 Fen peat	60.44	60.48		60.45	

### 3 结论与讨论

恒温烘箱加热氧化测定有机原料有机质与沸水浴加热氧化测定有机质有着同样的精度和准确度,但电热恒温烘箱升温非常快,而水浴升温较慢,耗时长,因此恒温烘箱加热氧化测定有机原料有机质,可节省时间,提高工作效率,而且简化了试验设备。刘长风等<sup>[5]</sup>利用电热恒温油浴 170 ~ 180℃ 氧化有机-无机复混肥中的有机碳,与本试验恒温烘箱 175℃ 保温氧化测定有机原料有机质的研究结果一致,但恒温烘箱加热氧化测定有机质可以避免油浴加热法存在的环保和安全问题以及试验器皿难以清洗的麻烦,而且更为实用。

需要注意的是,在测定有机原料有机质时,样品加入重铬酸钾溶液和浓硫酸后,小心摇匀,趁热放入已恒温的烘箱中,当烘箱再次恒温后开始记时。如

样品测定时所用硫酸亚铁溶液体积小于空白标定时所消耗硫酸亚铁溶液体积的 1/3 时,需减少称样量重做。

#### 参考文献:

- [1] 刘凤枝,马锦秋. 土壤监测分析实用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012: 99 - 102.
- [2] 中国土壤学会农业化学专业委员会. 土壤农业化学常规分析方法[M]. 北京: 科学出版社, 1984: 68 - 74, 272 - 273.
- [3] 中华人民共和国农业部. NY525-2011 有机肥料[M]. 北京: 中国农业出版社, 2011: 2 - 4.
- [4] 西北农学院、华南农学院. 农业化学研究法[M]. 北京: 农业出版社, 1982: 173 - 174, 185 - 186.
- [5] 刘长风, 吴健铭, 林志锋, 等. 提高有机碳氧化温度快速测定有机-无机复混肥料中有机质的含量[J]. 磷肥与复肥, 2011, 26(3): 68 - 69.