

前 言

本标准是对 GB/T 7858—1987《森林土壤腐殖质组成的测定》的修订。在修订中,对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改;在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

土壤腐殖质由胡敏酸、富啡酸和存在于残渣中的胡敏素组成。本标准采用 0.1 mol/L 焦磷酸钠和 0.1 mol/L 氢氧化钠混合溶液提取土壤腐殖酸的方法,用重铬酸钾氧化-外加热法测定。土壤在焦磷酸钠-氢氧化钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -NaOH)混合溶液的强碱和络合剂的双重作用下,能将土壤中游离态和络合态的腐殖酸,形成易溶于碱的腐殖酸钠盐,从而比较完全地将腐殖酸溶解出来,可省去脱钙手续,从溶液中直接测定腐殖酸总碳量,并从腐殖酸中分离富啡酸后测定胡敏酸碳量,以两项的差值求得富啡酸碳量,其残渣中的碳即总称为胡敏素碳量,其量按腐殖质全碳量与腐殖酸碳量的差值求得。

自本标准实施之日起,原 GB/T 7858—1987 作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光澄、屠星南、张萍。

森林土壤腐殖质组成的测定

LY/T 1238—1999

Determination of humus fractionation in forest soil

1 范围

本标准规定了采用于焦磷酸钠浸提-重铬酸钾氧化法测定森林土壤腐殖质组成的方法。

本标准适用于森林土壤腐殖质组成的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1237—1999 森林土壤有机质的测定及碳氮比的计算

3 方法要点

土壤腐殖质由胡敏酸、富啡酸和存在于残渣中的胡敏素等组成。采用 0.1 mol/L 焦磷酸钠和 0.1 mol/L 氢氧化钠浸提剂提取腐殖质,在强碱性的介质中具有极强的络合能力,能将土壤中的难溶于水和易溶于水的结合态的腐殖质,一次结合成易溶于水的腐殖酸钠盐,从而比较完全地将腐殖质浸出到溶液中来。浸出液的一部分测定其含碳量(g/kg),作为胡敏酸与富啡酸的总量。吸取另外一部分浸出液,经酸化后,使胡敏酸沉淀,分离富啡酸,并把沉淀溶解于氢氧化钠中,再测定其含碳量(g/kg),作为胡敏酸的含量(g/kg)。富啡酸则可按差数算出。胡敏素(留在土壤残渣中的有机质)则由腐殖质测定中的全碳量(g/kg)减去胡敏酸与富啡酸的含碳量(g/kg)算出。测定碳素用重铬酸钾氧化-外加热法。

4 试剂

4.1 浸提液(0.1 mol/L 焦磷酸钠与 0.1 mol/L 氢氧化钠混合液):44.6 g 焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$,分析纯)与 4.0 g 氢氧化钠(分析纯)溶于水并定容到 1 L,此液的 pH 值在 13 左右。

4.2 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液:2 g 氢氧化钠(分析纯)溶于水,定容至 1 L。

4.3 0.5 mol/L 硫酸溶液:28 mL 浓硫酸缓缓注入水中,定容至 1 L。

4.4 0.025 mol/L 硫酸溶液:20 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液用水稀释至 1 L。

4.5 其余试剂同 LY/T 1237—1999 中 3.1,3.2,3.3,3.4。

5 主要仪器

油浴锅;水浴;锥形瓶(250 mL)。

6 测定步骤

6.1 土样的制备:取 10 g 未磨过的均匀风干土样,挑去石砾及植物残体,研磨,并通过 0.149 mm 筛孔,装于小广口瓶中备用。

6.2 腐殖质中全碳量的测定:同 LY/T 1237。

6.3 待测液的制备:称取 5.0 g(精确到 0.000 1 g)上述土样于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 浸提剂,加塞,振荡 5 min,放在沸水中煮 1 h。摇匀,用细孔滤纸过滤。如有浑浊,倒回重新过滤。如过滤太慢也可用离心机离心澄清,清液收集于锥形瓶中,加塞,待测。弃去残渣。

6.4 胡敏酸和富啡酸中总碳量的测定:吸取 5~15 mL 浸出液(视溶液颜色深浅而定)移入盛有少量(黄豆大小)石英砂的大试管中,逐滴加入 0.5 mol/L 硫酸,中和到 pH7(用 pH 试纸试验),使溶液出现混浊为止。将锥形瓶放在水浴上蒸发至近干,然后按重铬酸钾氧化-外加热法测定胡敏酸和富啡酸总碳量。

6.5 胡敏酸中碳量的测定

6.5.1 胡敏酸和富啡酸的分离:吸取待测液 20~50 mL(视颜色深浅而定)移入 250 mL 锥形瓶中,加热近沸,逐滴加入 0.5 mol/L 硫酸,使溶液的 pH 调到 2~3(用 pH 试纸试验),此时应出现胡敏酸絮状沉淀。在水浴上 80℃保温半小时,静置过夜,使胡敏酸充分分离。取细孔滤纸,先用 0.025 mol/L 硫酸湿润,将上面清液倒入过滤,用 0.05 mol/L 硫酸洗涤沉淀多次,直到滤液无色为止,沉淀即为胡敏酸。弃去滤液。

6.5.2 溶解胡敏酸:沉淀用热的 0.05 mol/L 氢氧化钠少量多次地洗涤溶解,并经细孔滤纸滤入 100 mL 容量瓶中,一直到滤液无色为止,用水定容到标度,摇匀。待测。

6.5.3 测定胡敏酸:吸取 10~25 mL 上述溶液(视颜色深浅而定)移入盛有少量石英砂的大试管中,用 0.5 mol/L 硫酸调到 pH7(用 pH 试纸试验),使溶液出现混浊为止。放在水浴上蒸至近干,然后按重铬酸钾氧化-外加热法测定胡敏酸碳量。

7 结果计算

$$\text{腐殖质全碳量(g/kg)} = \frac{\frac{0.8000 \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V_1) \times 0.003 \times 1.1}{m_1 \times K_2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{胡敏酸和富啡酸总碳量(g/kg)} = \frac{\frac{0.8000 \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V_2) \times t_s \times 0.003 \times 1.1}{m_1 \times K_2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{胡敏酸碳量(g/kg)} = \frac{\frac{0.8000 \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V_3) \times t_s \times 0.003 \times 1.1}{m_1 \times K_2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{富啡酸碳量(g/kg)} = \text{胡敏酸和富啡酸总碳量(g/kg)} - \text{胡敏酸碳量(g/kg)} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{胡敏素碳量(g/kg)} = \text{腐殖质全碳量(g/kg)} - \text{胡敏酸和富啡酸总碳量(g/kg)} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:0.800 0——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

5.0——重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

V_0 ——测空白标定用去硫酸亚铁标准溶液的体积, mL;

V_1 ——测腐殖质全碳量用去硫酸亚铁标准溶液的体积, mL;

V_2 ——测胡敏酸和富啡酸总碳量用去硫酸亚铁标准溶液的体积, mL;

V_3 ——测胡敏酸碳量用去硫酸亚铁标准溶液体积, mL;

0.003—— $\frac{1}{4}$ 碳原子的摩尔质量, g/mmol;

1.1——氧化校正系数；

m_1 ——风干土样质量，g；

K_2 ——将风干土换算成烘干土的水分换算系数；

t_s ——分取倍数。

8 允许偏差

按 LY/T 1237—1999 中表 1 的规定。

注：测定土壤腐殖质与土壤腐殖质组成的样品必须采用同一土样；测定前在放大镜下把肉眼能看清的全部有机残体挑选干净，然后磨细通过 0.149 mm 筛孔。
