ICS 13.080
CCS B10

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

土壤有机质的测定

Determination of soil organic matter

（工作组讨论稿）

（本草案完成时间：2024.10.10）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

目　　次

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会（SAC/TC404）归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所，农业农村部耕地质量监测保护中心，南京农业大学，南京林业大学，江苏省地质工程勘察院，农业农村部环境保护科研监测所，中国农业科学院农业资源与农业区划研究所，中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所，中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所，四川省耕地质量与肥料工作总站，广西壮族自治区土壤肥料工作站，吉林省土壤肥料总站，华中农业大学，江苏农林职业技术学院，北京山水云图科技有限公司，江苏省质量和标准化研究院等。

本文件主要起草人：

土壤有机质的测定

1 范围

本文件描述了采用重铬酸钾氧化外加热法和高温燃烧法测定土壤有机质的方法。

重铬酸钾氧化外加热法适用于所有类型的土壤样品有机质的测定。高温燃烧法适用于酸性土壤有机质的测定。焦磷酸钠-氢氧化钠混合溶液浸提-比色法作为土壤有机质含量测定的辅助预测方法。重铬酸钾氧化外加热法为仲裁法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 重铬酸钾氧化外加热法

4.1 方法原理

在加热条件下，用过量的重铬酸钾－硫酸溶液氧化土壤有机碳，多余的重铬酸钾用硫酸亚铁溶液滴定，由消耗的重铬酸钾量按氧化校正系数计算出有机碳量，再乘以常数1.724，即为土壤有机质含量。

4.2 试剂和材料

本试验方法所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和GB/T6682中规定的三级水。

4.2.1 浓硫酸[ρ（H_2SO_4）=1.84 g/mL]。

4.2.2 重铬酸钾标准溶液[c（1/6$K_2Cr_2O_7$）=0.8 mol/L]：

重铬酸钾（优级纯）在130 ℃烘箱中烘3～4 h后，在干燥器中冷却30 min。准确称取烘干的重铬酸钾39.2245 g，溶于800 mL水中，用纯水定容至1 L。确保溶液使用前，不能产生结晶析出。

4.2.3 邻菲啰啉指示剂：

称取邻菲啰啉（$C_{12}H_8N_2$·H_2O）1.485 g和0.695 g硫酸亚铁（$FeSO_4$·$7H_2O$）溶于100 mL水，形成红棕色络合物。该溶液应密闭保存于棕色瓶中。

4.2.4 0.2 mol/L 硫酸亚铁溶液[c（$FeSO_4$·$7H_2O$）=0.2 mol/L]：

称取56.0 g硫酸亚铁（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）溶解于600 mL~800 mL水中，加浓硫酸（4.2.1）5.0 mL搅拌均匀，静止片刻后转移至1 L容量瓶内，定容至刻度线。现配现用。

4.3 仪器和设备

4.3.1 调温电炉。

4.3.2 硬质试管（Φ25 mm×200 mm）。

4.3.3 油浴锅（控温范围为0～250℃，高度约为15 cm~20 cm，内装有二甲基硅油等高温导热油或液体石蜡等），或者能够保证等效控温效果的其他设备。

4.3.4 铁丝笼（大小和形状与油浴锅配套，内有若干小格，每格内可插入一支试管）。

4.3.5 滴定管，25 mL棕色滴定管。

4.3.6 温度计（300 ℃）。

4.3.7 分析天平：精度为0.0001 g。

4.4 分析步骤

4.4.1 试样准备

称取0.1～0.5 g（精确到0.0001 g）通过0.149 mm筛的风干土样于硬质试管中，准确加入5.00 mL 0.8000 mol/L重铬酸钾标准溶液（4.2.2），然后用加入5.0 mL浓硫酸（4.2.1），摇匀。管口盖上弯颈小漏斗，以冷凝蒸出的水汽。

注：如果土壤中含有氯化物，称样后需要加粉末状的硫酸银0.1 g，此时氧化矫正系数取1.08。土壤的称样量应根据有机质含量范围而定。有机质含量若超过150 g/kg，也可采用固体稀释法后再测定。

4.4.2 试样消煮

预先将油浴锅加热至185～190 ℃，将装有试管的铁丝笼架放入油锅（4.3.3）中加热，此时应控制锅内温度在170～180 ℃。从试管内溶液表面开始翻动沸腾开始计时，保持沸腾5 min，然后取出铁丝笼架（4.3.4），待试管稍冷后，擦去试管外部的油液。

注：油浴锅加热预先加热的温度可根据室温的高低相应调节，最终保证消煮时锅内温度准确控制在170～180 ℃，油液面应超过试管中溶液。

4.4.3 滴定

如煮沸后的溶液呈绿色，表示重铬酸钾用量不足，应再称取较少的土样重做；如溶液呈橙黄色或黄绿色，则冷却后将试管内混合物用纯水洗入250 mL锥形瓶中，使瓶内体积在60～80 mL，加邻菲啰啉指示剂3～5滴，用0.2 mol/L硫酸亚铁滴定，溶液由橙黄色经蓝绿色突变到棕红色即为终点。记录硫酸亚铁用量(V)。

4.4.4 空白试验

每批分析时，应做2～3个空白。空白不加土样，但加入0.1～0.5 g石英砂，其他步骤与测定土样时完全相同，记录硫酸亚铁用量(V_0)。

注：当样品滴定消耗硫酸亚铁体积小于空白的三分之一时，需减少称样量重做。同一批次样品与空白需要使用同一份硫酸亚铁溶液。

4.5 结果计算与表示

土壤中有机质含量以质量分数 ω 计，单位为克每千克（g/kg），按下式计算：

$$\omega = \frac{\frac{c \times 5.0}{V_0} \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.1}{m} \times 1000 \cdots\cdots (1)$$

式中：

c——0.8000 mol/L（1/6 $K_2Cr_2O_7$）标准溶液的浓度；

5.0——重铬酸钾标准溶液加入的体积，单位为毫升（mL）；

V_0——空白试验所消耗硫酸亚铁溶液体积，单位为毫升（mL）；

V——样品测定所消耗硫酸亚铁溶液体积，单位为毫升（mL）；

0.003——1/4碳原子的毫摩尔质量，单位为克（g）；

1.724——由有机碳换算成有机质的系数；

1.1——氧化校正系数；

m——称取风干试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算成每千克含量。

平行测定结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

4.6 精密度

两次平行测定结果允许差见表1。

表1 两次平行测定结果允许差

有机质含量，g/kg	允许绝对相差，g/kg
＜10	≤0.5
10～40	≤1.0
40～70	≤3.0
＞70	≤5.0

4.7 质量保证与质量控制

4.7.1 每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个平行样品，平行样品测定结果应满足方法精密度的要求。

4.7.2 每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个有证标准样品，其测定结果要落在证书给出的标准值与不确定度范围内。

5 高温燃烧法

5.1 原理

酸性土壤样品（pH＜6.5）在高温和富氧环境下灼烧释放出的二氧化碳（CO_2），经过吸附柱分离后通过热导池检测器，或直接通过非色散红外检测器测定土壤碳含量。酸性土壤的碳含量乘以1.724，得出土壤有机质含量。

5.2 试剂或材料

5.2.1 校准试剂：国家一级有证土壤标准物质或乙酰苯胺（C_8H_9NO，纯度≥99.5％）、邻苯二甲酸氢钾

（$C_8H_5KO_4$，纯度≥99.5 %）等纯度较高的化学试剂。

5.2.2 载气：氦气（He），纯度不低于99.99%（v/v），或其他合适的气体。

5.2.3 助燃气：氧气（O_2），纯度不低于99.99%（v/v）。

5.2.4 净化剂：如高氯酸镁[$Mg(ClO_4)_2$]、五氧化二磷（P_2O_5）、三氧化钨（W_2O_3）等，根据仪器要求选择配备。

5.3 仪器和设备

5.3.1 元素分析仪（有机碳分析仪）：样品燃烧温度可达 900 ℃以上，配备样品杯。根据仪器的说明书配备相应的耗材。

5.3.2 分析天平：精度为0.1 mg或0.01 mg。

5.4 分析步骤

5.4.1 校准曲线

称取不同质量的一种或多种校准试剂（5.2.1）制作校准曲线，曲线应覆盖待测样品的碳含量范围。以校准试剂灼烧产生的二氧化碳浓度为横坐标，以仪器响应值为纵坐标，绘制碳校准曲线，多点拟合曲线的相关系数（r）≥0.999。若校准曲线适用，可每次测定时调用，不必重新制作。

5.4.2 酸性土壤试样的测定

根据仪器进样条件，称取通过0.149 mm筛的土壤试样不低于10 mg，置于样品杯，上机测定。

5.4.3 空白试验

每次测定前，应对样品杯进行空白试验。

5.5 结果计算与表示

土壤有机质（SOM）含量以质量分数计，单位为克每千克（g/kg），按公式（2）计算：

$$\mathrm{SOM} = C \times 10 \times 1.724 \quad \text{.....（2）}$$

式中：

C ——仪器测得碳的质量分数，单位为百分率（%）。

10——百分率（%）换算成克每千克（g/kg）。

1.724——由有机碳换算成有机质的系数。

平行测定结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

5.6 精密度

方法精密度要求见表2。

表 2 方法的精密度要求

有机质含量，g/kg	允许相对偏差，%
≤10	≤20

10～20	≤15
≥20	≤10

5.7　质量控制与质量保证

5.7.1　每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个平行样品，平行样品测定结果应满足方法精密度的要求。

5.7.2　每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定一个有证标准样品，其测定结果要落在证书给出的标准值与不确定度范围内。

附 录 A
（资料性）
焦磷酸钠-氢氧化钠混合溶液浸提-比色法

A.1 原理

使用焦磷酸钠-氢氧化钠混合溶液作为浸提液，将土壤样品中易溶于水和难溶于水的有机物质完全浸提出来，利用分光光度计测定浸提液在530nm波长处的特征吸收峰，浸提溶液颜色深浅与有机质含量成正比，且在一定范围内符合朗伯比尔定律，通过分光光度法测定预测土壤有机质含量。本方法可用于现场或者快速预测土壤有机质含量，作为土壤有机质含量测定的辅助预测。

本文件适用于有机质含量在100 g/kg（含）以内的土壤的测定。

A.2 试剂或材料

除特殊注明外，均指分析纯试剂或材料和GB/T 6682中规定的三级水。

A.2.1 十水焦磷酸钠（$Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$）。

A.2.2 氢氧化钠（NaOH）。

A.2.3 浸提剂（0.05 mol/L焦磷酸钠 + 0.25 mol/L氢氧化钠）：

称取22.30 g十水焦磷酸钠（A.2.1）溶于400 mL水中，称取10.00 g氢氧化钠（A.2.2）溶于400 mL水中，将上述溶液混合，用水定容至1000 mL。

A.3 仪器和设备

A.3.1 分光光度计。

A.3.2 天平：精度为0.01 g。

A.3.3 恒温振荡机：控温20℃~25℃。

A.3.4 一般实验室常用仪器和设备。

A.4 分析步骤

称取经风干、研磨并过2 mm（10目）孔径筛的土壤样品0.50 g，置于50 mL塑料瓶中，准确加入5.00 mL浸提剂（A.2.3），在20℃~25℃条件下，振荡3 min（振荡频率160 r/min），静置10 min后，用干滤纸过滤至烧杯中，如滤液不澄清可多次过滤，滤液备用。

用移液器吸取0.50 mL滤液于10 mL带盖比色管中，准确加入5.50 mL水，摇匀，在20℃~25℃条件下，在分光光度计上用10 mm比色皿在波长530 nm处，用纯水调节仪器的零点后进行吸光度测定。同样方法测定空白溶液。

除不加试样外，其他实验操作与样品操作一致。

A.5 结果计算与表示

土壤有机质（SOM）含量以质量分数计，单位为克每千克（g/kg），按公式（A.1）计算：

$$\mathrm{SOM} = [(162.4 \times A + 24.97)^{0.5} - 4.19] \times 10 \quad \text{(A.1)}$$

式中：

A—试样溶液中吸光度的数值；

162.4—校准曲线的斜率，相当于由朗伯-比耳定律中的光程长度、吸光系数及腐殖质溶液浓度与有机质含量之间转换的系数；

4.19—校准曲线的截距；

10—由%换算成克每千克的系数。

结果保留至小数点后第一位结果保留至小数点后第一位。

A.6 精密度

方法精密度应符合表A.1要求。

表 A.1 方法的精密度要求

序号	试样中有机质的质量分数 g/kg	在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比率 %
1	＜10	≤10
2	10 ~40	≤10
3	＞40	≤8

A.7 检出限和定量限

当称样量为0.50 g时，本方法的检出限为0.3 g/kg，定量限为0.8 g/kg。

A.8 质量控制和保证

A.8.1 每20个样品或每批次（少于20个样品/批时）至少做1个空白实验。

A.8.2 每20个样品或每批次（少于20个样品/批时）应测定至少1个平行样，平行样品测定结果的精密度应符合表A.1要求。