

土壤颗粒有机碳测定方法

(六偏磷酸钠提取-重铬酸钾-浓硫酸外加热法 德国普兰德 Titrette 滴定仪)

一、方法原理

土壤颗粒有机碳的测定: 部分采用六偏磷酸钠提取法进行提取测定。将采集土样剔除石砾与植株残茬在自然条件下风干, 过 2 mm 孔径筛待测。称取待测土样(10g 左右)至于 50 ml 塑料瓶中, 并加 5g/L 的六偏磷酸钠溶 30ml, 摇匀后置于摇床上振荡 18h, 将分散液和土壤全部置于 53 μm 和 250 μm 筛上, 清水冲至水流清晰不含细土颗粒为止。筛上大于 53 μm 的土壤转移到事先称好质量的铝盒中, 放置于 60°C 恒温烘箱中烘干并称重, 计算烘干后土样重占整个土样的比例, 即为土壤颗粒组分比例。

将筛上物按照筛网大小分为粗颗粒态有机碳 (>250 μm , 在本实验中没有粗颗粒态有机碳), 只有细颗粒态有机碳 (53-250 μm), 然后在 60°C 下烘干称重。测定各粒级有机碳含量 (C g/kg), 乘以各粒级所占土壤的百分比计算细颗粒有机碳的含量 (Cg/kg 全土) (Cambardella and Elliott 1993)。

二、操作步骤

烘干的样品经过研磨, 称取研细的样品 0.1~1 g(精确到 0.0001 g), 放入一干燥的硬质试管中, 用移液管准确加入 0.8000 mol·L⁻¹ (1/6 K₂Cr₂O₇)标准溶液 5 mL, 再加入浓 H₂SO₄ 5mL 充分摇匀。将试管盛于铁丝笼中 (每笼中均有 1~5 个空白试管和标样), 放入温度为 185~190°C 的石蜡油浴锅中, 要求放入后油浴锅温度下降至 170~180°C 左右, 以后必须控制电炉, 使油浴锅内温度始终维持在 170~180°C, 待试管内液体沸腾发生气泡时开始计时, 煮沸 5 min, 取出试管 (用油浴法, 稍冷, 擦净试管外部油液)。

冷却后, 将试管内容物倾入 250 mL 三角瓶中, 使三角瓶内溶液总体积为 60~70 mL, 保持混合液中 (1/2H₂SO₄) 浓度为 2~3 mol·L⁻¹, 邻啡罗啉指示剂,

加指示剂 2~3 滴, 溶液的变色过程中由橙黄→蓝绿→砖红色即为终点, 记取 FeSO_4 滴定 mL 数 (V)。

三、结果计算

颗粒有机碳的计算:

$$W_{\text{POC}} = M_1 / M_0 \times 100\%$$

式中, W_{POC} 为颗粒有机物所占土壤质量的比例(%),

M_0 为待测土样的重量(g),

M_1 为过筛后的烘干土壤重量(g)。

$$C_{\text{t-POC}} = C_{\text{POC}} \times (W_{\text{POC}} / 100)$$

式中, $C_{\text{t-POC}}$ 为供试土壤中颗粒态有机碳的含量($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$),

C_{POC} 为土壤颗粒组分中有机碳的含量($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)。

$$C_{\text{POC}} (\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{\frac{c \times 5}{V_0} \times (V_0 - V) \times 10^{-3} \times 3.0 \times 1.1}{m \times k} \times 1000$$

式中: c —— $0.8000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标准溶液的浓度;

5——重铬酸钾标准溶液加入的体积 (mL);

V_0 ——空白滴定用去 FeSO_4 体积 (mL);

V ——样品滴定用去 FeSO_4 体积 (mL);

3.0—— $\frac{1}{4}$ 碳原子的摩尔质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$);

10^{-3} ——将 mL 换算为 L;

1.1——氧化校正系数;

m ——烘干土样质量 (g);

k ——将风干土换算成烘干土的系数 (即为 $1 - W\%$, $W\%$: 风干土样含水量)。