

电位滴定法测定有机肥腐殖酸含量

一、前言

腐植酸类肥料是一种有机肥料。天然的腐植酸，是由植物残体经过分解形成的。腐植酸具有良好生物活性，可以大幅度提高肥效，提高植物对养分的吸收，降低农药对于土壤的毒性。而且，这些性质和腐殖酸的含量有直接的关系，所以在研究和生产中，要对其指标进行严格的控制。

本方法采用电位滴定的方法测定有机肥中腐殖酸，重复性良好、突跃明显，能够准确地测出腐殖酸的含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动滴定仪，铂复合电极，水浴锅，粉碎机，试样筛，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），重铬酸钾溶液（0.8mol/L），硫酸亚铁（0.2mol/L）。

三、实验方法

3.1、分析步骤

3.1.1 试样溶解

称取 $0.2 \pm 0.01\text{g}$ (准确至 0.0002g) 试样于 250ml 锥形瓶中，加入 70ml 水中，于瓶口插上小玻璃漏斗，置于沸水浴中加热溶解 30min，并经常搅动，取出锥形瓶，冷却后将溶液机残渣全部转入 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用中速滤纸干过滤，弃去最初部分滤液。

3.1.2 试样的氧化

准确吸取干过滤液 5.0ml 于 250ml 锥形瓶中，加入重铬酸钾溶液 5.0ml，缓慢加入 15ml 浓硫酸，于沸水浴中加热氧化 30min。

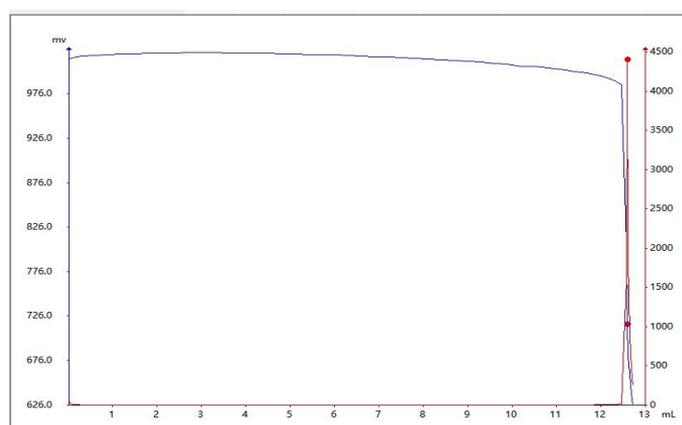
3.1.2 试样腐殖酸含量的滴定

将氧化的溶液从水浴上取出，冷却至室温，加入适量纯水，保证样品量能没过电极，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，滴定至电位突越终点，记录消耗体积。同时做空白实验。设定滴定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预添加体积：	0.001mL
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	30mL	相关系数：	13.33
电位突跃量：	1000	补液速度：	5
搅拌速度：	7	滴定前平衡电位：	10mv

3、测试图谱示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示：

表 2 测试结果

样 品	样品 序号	样品质量 g	硫酸亚铁铵浓度 mol/L	滴定体积 mL	水分含量 %	含量 %	平均值 %
有 机 肥	空白	/	0.2517	16.25	/	/	/
	1	0.2046		15.426	26.08	62.66	63.81
	2			13.357	26.08	64.20	
	3			13.378	26.08	64.56	

4.2、结论

电位滴定法测定有机肥中腐殖酸，快速并且数据重复性良好，唯一缺点就是样品的前处理时间较长，处理样品较为麻烦，但是该方法仍是目前来说最简单的方法之一。

参考文献

[1] HB/T3278-87 腐殖酸钠[S].