

电位滴定法测定有机肥黄腐酸含量

一、前言

黄腐酸是一种溶于水的红棕色或灰黑色粉末状物质。能促进植物生长，对抗旱有重要作用，能提高植物抗逆能力，增产和改善品质作用。主要应用对象为小麦、玉米、红薯、谷子、水稻、棉花、花生、油菜、烟草、蚕桑、瓜果、蔬菜等。合理的使用黄腐酸，可以使农作物增收，所以在确定其使用量的时候，就要提前知道有机肥中黄腐酸的含量，检测黄腐酸含量就是十分重要的项目了。

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

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），磷酸三钠。

三、实验方法

3.1、分析步骤

3.1.1 试样提取

称取固体试样 $0.2 \pm 0.01\text{g}$ (准确至 0.0002g) 或液体试样 5.0g (精确值 0.001g) 于 300ml 锥形瓶中，固体试样加入氢氧化钠溶液 70ml，液体试样加入 70ml 水。摇动锥形瓶使试样湿润，并在锥形瓶口加小漏斗，置于 98~100°C 沸水浴中加热溶解 30min，并经常搅动。取出锥形瓶，用中速滤纸干过滤，适量的水冲

洗锥形瓶 3 次，过滤到沉淀无色，并收集到一起。

3.1.2 酸化分离腐殖酸

向滤液中加入适量硫酸，再加硫酸溶液调节 PH 为 1，搅拌均匀，沉淀腐殖酸，静置 30min，用中速滤纸干过滤，用约 100ml 水冲洗沉淀不低于 5 次，合并滤液，并定容至 250ml 容量瓶中。

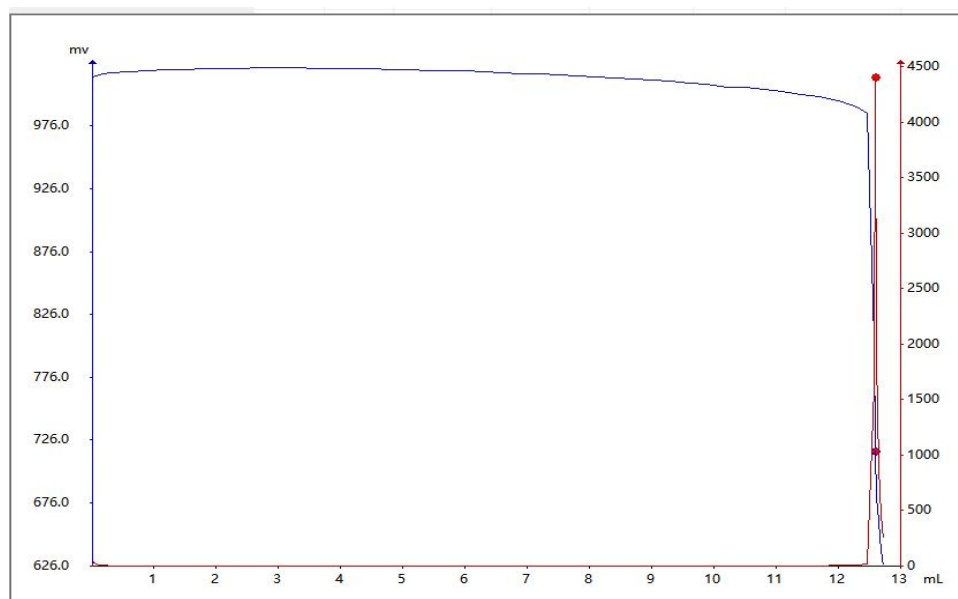
3.1.2 氧化及滴定

准确吸取酸化分离后的溶液 5.0ml 于滴定杯中，加入重铬酸钾溶液 5.0ml，随后缓慢加入浓硫酸 15ml，置于 98~100℃水浴中加热 30min，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：	0.003×稀释倍数
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	滴定液浓度 (硫酸 亚铁铵)/(mol/L)	滴定体 积/mL	水分含 量 (%)	黄腐酸含量 (%)	平均值
有机肥	空白	/	0.2517	16.25	/	/	/
	1	0.2315		15.562	26.08	62.88	62.32
	2			15.620	26.08	61.42	
	3			15.580 76	26.08	62.67	

4.2、结论

电位滴定法测定有机肥中黄腐酸，快速并且数据重复性良好，需要注意的点是在取样量方面，需要样

品消耗的滴定液体积超过空白体积的 3/1，否则应该从新确定取样量，以保证数据的准确性。

参考文献

[1] GB/T 34765-2017 矿物源黄腐酸含量的测定[S] .