

ICS 67.040  
X 00

# DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/T 2265—2014

---

## 窖泥中腐殖质的测定 重铬酸钾氧化法

The determination of humus in pit mud—Potassium dichromate oxidation method

2014 - 12 - 17 发布

2015 - 01 - 17 实施

---

安徽省质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省浓香型白酒标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：安徽瑞思威尔科技有限公司、安徽古井贡酒股份有限公司。

本标准主要起草人：刘国英、汤有宏、周庆伍、李安军、何宏魁、余秀娟、万春环、袁志强、聂加燕。

## 窖泥中腐殖质的测定 重铬酸钾氧化法

### 1 范围

本标准规定了窖泥中腐殖质的测定方法。  
本标准适用于窖泥中腐殖质含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法原理

用焦磷酸钠碱溶液提取腐殖酸，得到的可溶性的腐殖酸钠盐在浓硫酸中被重铬酸钾氧化，生成二氧化碳和水，根据重铬酸钾消耗量，计算出腐殖质的含量。

化学反应如下：



### 4 试剂与材料

- 4.1 本标准中所用的水，在未注明其他要求时，均指符合 GB/T 6682 中要求的三级水。
- 4.2 焦磷酸钠：分析纯。
- 4.3 氢氧化钠：分析纯。
- 4.4 重铬酸钾：优级纯。
- 4.5 重铬酸钾：分析纯。
- 4.6 1-10 菲罗啉：指示剂。
- 4.7 七水合硫酸亚铁：分析纯。
- 4.8 浓硫酸：分析纯。
- 4.9 硫酸溶液：3 mol/L。
- 4.10 焦磷酸钠碱溶液：准确称取 15 g 焦磷酸钠（4.1）、7 g 氢氧化钠（4.2），加水溶解并定容至 1000 mL，用带橡皮塞试剂瓶贮存。
- 4.11 重铬酸钾溶液（0.8 mol/L）：准确称取 40 g 重铬酸钾（4.4），加水溶解并定容至 1000 mL。
- 4.12 1-10 菲罗啉亚铁指示剂：准确称取 1.485 g 1-10 菲罗啉（4.5）、0.695 g 七水合硫酸亚铁（4.6），加水溶解并定容至 100 mL，于棕色试剂瓶中密闭保存。

4.13 重铬酸钾基准溶液 (0.10 mol/L)：准确称取 4.903 g 预先经 130℃ 烘干 3 h 至恒重的重铬酸钾 (4.3) 溶解于水中，徐徐加入约 70 mL 浓硫酸 (4.7)，并轻轻搅动，冷却后加水定容至 1000 mL，计算其准确浓度。

4.14 硫酸亚铁溶液 (0.2 mol/L)：准确称取 56 g 七水合硫酸亚铁 (4.6) 溶解于水，加入 30 mL 3mol/L 硫酸溶液 (4.8) 并加水定容至 1000 mL。

4.15 硫酸亚铁溶液的标定：分别吸取 0.1 mol/L 重铬酸钾基准溶液 (4.12) 20 mL 于 150 mL 三角瓶中，加 2~3 滴 1-10 菲罗啉亚铁指示剂 (4.11)，用 0.2 mol/L 硫酸亚铁标准溶液 (4.13) 滴定，待溶液颜色由橙黄色变为棕红色为终点。同时做平行实验。

硫酸亚铁溶液经标定后的实际浓度 (mol/L) 按公式 (1) 进行计算：

$$X = \frac{C_1 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$  —— 硫酸亚铁标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$C_1$  —— 重铬酸钾基准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V_1$  —— 重铬酸钾基准溶液的用量，单位为毫升 (mL)；

$V$  —— 滴定消耗硫酸亚铁溶液的用量，单位为毫升 (mL)。

注：计算结果保留小数点后 4 位有效数字。

## 5 测定步骤

### 5.1 浸提液的制备

称取风干窖泥 2 g 于 250 mL 三角瓶中，加入 70 mL 焦磷酸钠碱溶液 (4.9)，摇匀，插上直形冷凝管，置于预先加热至沸腾的水浴锅中沸水浴 30 min，沸腾期间每隔 15 min 摇匀一次。30 min 后，取下三角瓶，冷却至室温，并用定性滤纸过滤定容至 100 mL，得浸提液。

### 5.2 待测液的制备

吸取 5 mL 的浸提液于 250 mL 三角瓶中，分别加入 5 mL 0.8 mol/L 重铬酸钾溶液 (4.10)、15 mL 浓硫酸 (4.7)，插上直形冷凝管，置于水浴锅中沸水浴 30 min。30 min 后，取出冷却至室温，得到待测液。同时做空白实验。

### 5.3 滴定操作

在待测液中加入约 20 mL 蒸馏水、2~3 滴 1-10 菲罗啉亚铁指示剂(4.11)，用标定后的 0.2 mol/L 硫酸亚铁溶液 (4.14) 滴定至溶液从黄绿色突变为砖红色为止，同时做空白滴定。

## 6 结果计算

腐殖质的含量 (%) 可按公式 (2) 进行计算：

$$X = \frac{(V_0 - V) \times C_1 \times 0.003}{m \times 0.64 \times \frac{5}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $X$  —— 窖泥样品中腐殖质的含量（%）；  
 $V_0$  —— 空白滴定时消耗硫酸亚铁的体积，单位为毫升（mL）；  
 $V$  —— 样品测定时消耗硫酸亚铁的体积，单位为毫升（mL）；  
 $C_i$  —— 硫酸亚铁溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；  
0.003 —— 碳的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；  
 $m$  —— 称取风干窖泥样品的质量，单位为克（g）；  
0.64 —— 窖泥中腐殖质的含碳量；  
5 —— 从 100 mL 浸提液中吸取 5 mL；  
100 —— 100 mL 浸提液；  
100 —— 百分数。

注：平行测定结果用算数平均值表示，所得结果应表示至小数点后 2 位数字。

## 7 精密度

本标准在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不得超过算术平均值的 15%。

---