◆分析与检测◆

石墨消解–滴定法测定磷石膏中有机物

王　露[1,2]，李頓頓[1,2]，张宇翔[1,2]

（1. 三峡公共检验检测中心，湖北 宜昌　443000；2. 国家磷产品质量检验检测中心（湖北），湖北 宜昌　443000）

［摘　要］磷石膏中的有机物会严重影响其在建筑领域的应用，导致水泥凝结时间延长、强度降低以及制品发黄、发霉等问题。建立一种基于石墨消解–滴定法的磷石膏中有机物测定方法，系统研究消解温度（100 、150 、180 ℃）和时间（5～30 min）对测定结果的影响，确定了180 ℃、15 min为最佳消解条件。通过对比石墨消解、油浴消解和烘箱消解3种前处理方式，发现石墨消解法的相对标准偏差为1.55%～4.31%，显著优于油浴消解（2.74%～6.75%）和烘箱消解（5.20%～8.61%），加标回收率为97.24%～104.70%，验证了方法的准确性。研究表明，石墨消解–滴定法具有操作简便、温度控制精确、重现性好、安全环保等优势，适用于磷石膏中有机物的批量快速分析。

［关键词］磷石膏；有机碳；测定；石墨消解

［中图分类号］X75；TQ177.3+7　　［文献标志码］A　　［文章编号］2097–4566（2026）01–0117–05

Determination of organic matters in phosphogypsum by graphite digestion-titration method

WANG Lu[1,2], LI Didi[1,2], ZHANG Yuxiang[1,2]

（1. *Three Gorges Public Inspection and Testing Center, Yichang* 443000, *China*;
2. *National Phosphorus Product Quality Inspection and Testing Center* (*Hubei*), *Yichang* 443000, *China*）

Abstract: Organic matter in phosphogypsum can significantly affect its application in the construction industry, leading to issues such as prolonged cement setting time, reduced strength, and discoloration or mold growth in products. A graphite digestion-titration method for determining organic matter in phosphogypsum is established. The effects of digestion temperature（100 ℃, 150 ℃, 180 ℃）and time（5 - 30 min）on the measurement results are systematically studied, with 180 ℃ and 15 min identified as the optimal digestion conditions. By comparing three pretreatment methods—graphite digestion, oil bath digestion, and oven digestion—it is found that the relative standard deviation of graphite digestion is 1.55% - 4.31%, significantly better than oil bath digestion（2.74% - 6.75%）and oven digestion（5.20% - 8.61%）. Spiked recovery tests show a recovery rate of 97.24% - 104.70%, validating the accuracy of the method. The study demonstrates that the graphite digestion-titration method offers advantages such as simple operation, precise temperature control, good reproducibility, and safety and environmental friendliness, making it suitable for batch rapid analysis of organic matter in phosphogypsum.

Key words: phosphogypsum; organic carbon; determination; graphite digestion

磷石膏是湿法磷酸工业的副产物，其主要成分是$CaSO_4 \cdot 2H_2O$。目前磷石膏在农业[1]、建筑等行业[2-3]有着广泛的应用，但磷石膏中含有硅、磷、氟、重金属离子以及有机物等杂质[4]，严重限制磷石膏的资源化利用[5]。水泥及建筑行业都需要大量石膏，用磷石膏代替天然石膏作为水泥缓凝剂，既可消耗大量磷石膏，又可以有效降低水泥成本，对磷石膏资源化利用和环境保护有积极的作用。然而磷石膏中有机物的存在，会导致水泥凝结时间延长、强度降低，且有机物的存在也是造成磷石膏制品泛黄、长霉的主要因素之一，严重制约了磷石膏在建筑领域的应用。磷石膏中有机物主要来源于两个方面，一是磷矿石中腐殖质和伴生的胡敏素类、胡敏酸类、富里酸类等物质；二是在磷矿浮选工序加入的有机类浮选药剂和湿法磷酸生产工艺流程中添加的消泡剂、絮凝剂、有机催化剂等。

收稿日期:2024–07–26；　**修回日期**:2025–12–01

作者简介:王　露（1987—　），女，湖北钟祥人，副研究员，研究方向为化工产品、油品、工业气体、环境等的检验检测及检测技术的开发。

基金项目:湖北省自然科学基金宜昌创新发展联合基金（2025AFD311）；宜昌市自然科学基金（A22–3–033，A22–3–034，A22–3–035）

目前磷石膏中磷[6]、氟[7]、重金属离子[8]的测定都有较为成熟的定量方法，而磷石膏中有机物的测定方法研究较少[9-10]，导致无法准确评价净化处理的效果，也难以准确判定有机物含量对磷石膏制品质量的影响程度。目前磷石膏中有机物的测定主要采用和借鉴土壤中有机物检测方法（重铬酸钾容量法），即使用油浴锅加热[11-13]、烘箱加热[14-16]的方式进行消解，但由于油浴、烘箱温度不均匀，时间控制难度较大。在使用油浴消解时消化管外表面附着的油垢难以清洗，如果在清洗过程中，不小心将管外油污带入管内，将造成测定结果偏高；在使用烘箱消解时，烘箱温度容易急速下降难以控制，导致消解不充分。因此，本研究采用石墨消解仪替代油浴加热，对磷石膏中的有机物进行定量分析，对消解时间、消解温度进行探讨。通过分析比较，石墨消解方法操作简单、温度易于控制，为磷石膏中有机物的快速、准确测定提供方法，适用于批量分析。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

石墨消解仪：SH230N，海能未来技术集团股份有限公司。

浓硫酸（分析纯）、重铬酸钾（分析纯）、邻菲啰啉（分析纯）、七水合硫酸亚铁（分析纯），西陇科学股份有限公司。

硫酸亚铁标准溶液：0.1 mol/L，称取七水合硫酸亚铁28.0 g溶于600 mL水中，加浓硫酸20 mL，搅拌均匀后，用滤纸过滤至1 L容量瓶中，最后定容至1 L，储存于棕色瓶中，每次使用时应标定其准确浓度。

重铬酸钾溶液：0.4 mol/L，称取重铬酸钾40.0 g溶于600 mL水中，用滤纸过滤到2 L容量瓶中，用水洗涤滤纸，定容，储存于棕色瓶中。

重铬酸钾基准试剂：0.100 0 mol/L，准确称取130 ℃烘干2～3 h的重铬酸钾（优级纯）4.904 g，加水溶解后无损转入1 000 mL容量瓶中定容，储存于棕色瓶中。

邻菲啰啉指示剂：称取邻菲啰啉1.49 g溶于含有0.70 g七水合硫酸亚铁的100 mL水中，储存于棕色瓶中。

1.2 实验原理及方法

1.2.1 实验原理

在加热及酸性条件下，用过量的重铬酸钾溶液氧化磷石膏中的有机碳，剩余的重铬酸钾溶液用硫酸亚铁溶液滴定，由消耗的重铬酸钾量计算出有机碳的含量，即为磷石膏中有机物含量。反应方程式如下：

$$2K_2Cr_2O_7+3C+8H_2SO_4=\!=\!=2K_2SO_4+2Cr_2(SO_4)_3+3CO_2+8H_2O; \quad (1)$$

$$K_2Cr_2O_7+6FeSO_4+7H_2SO_4=\!=\!=K_2SO_4+Cr_2(SO_4)_3+3Fe_2(SO_4)_3+7H_2O。 \quad (2)$$

1.2.2 样品预处理

本研究选用3种不同种类磷石膏作为研究对象，分别为磷石膏A（松滋新鲜磷石膏），磷石膏B（主要用于水泥缓凝剂），磷石膏C（主要用于基层筑路材料）。将磷石膏样品采用四分法缩分至100 g，于（40 ± 2）℃烘干研磨后全部通过0.080 mm孔径筛，将样品充分混匀后，装入带有磨口塞的瓶中密封备用。

1.2.3 实验方法

1.2.3.1 石墨消解法

称取样品0.05～0.50 g置于消解管中，用移液管准确加入0.4 mol/L重铬酸钾溶液5.0 mL，充分摇匀后加入浓硫酸5.0 mL摇匀，并盖上消解管盖。当石墨炉达到预设温度后，将消解管放入石墨炉中进行消解。消解完毕，取出，冷却至室温，消解液无损转移至三角烧瓶中，瓶内溶液总体积控制在60～80 mL为宜，加入3～5滴邻啡罗啉指示剂，用硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的重铬酸钾，溶液由橙黄变为蓝绿，再变为棕红，即达到滴定终点。记下硫酸亚铁标准溶液的用量，精确至0.01 mL。

进行磷石膏有机物分析时，同时做空白实验。称取约0.2 g石英砂代替磷石膏，其他步骤与磷石膏测定相同。

1.2.3.2 油浴消解法

称取样品0.05～0.50 g置于消解管中，用移液管准确加入0.4 mol/L重铬酸钾溶液5.0 mL，充分摇匀后加入浓硫酸5.0 mL摇匀，并盖上消解管盖。当油浴锅温度达到预设温度后，将消解管放入油浴锅中进行消解。消解完毕，取出，冷却至室温，擦净消解管外的硅油，将消解液无损转移至三角烧瓶中，瓶内溶液总体积控制在60～80 mL为宜，加入3～5滴邻啡罗啉指示剂，用硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的重铬酸钾。同时做空白实验。

1.2.3.3 烘箱消解法

称取样品0.05～0.50 g置于150 mL三角瓶中，用移液管准确加入0.4 mol/L重铬酸钾溶液5.0 mL，充分摇匀后加入浓硫酸5.0 mL。同时轻轻摇动三角

瓶，使样品润湿均匀，在三角瓶上放短颈小漏斗。根据烘箱尺寸及放入的三角瓶的数量，预先将烘箱升温到200～230 ℃恒温，将三角瓶放入已恒温的烘箱中，当温度下降到（180±2）℃时，将烘箱快速设置到180 ℃，并在达到180 ℃时开始计时，保温消煮15 min。消煮完毕后，将三角瓶从烘箱中取出，冷却片刻，用蒸馏水冲洗漏斗内壁及外部，冲洗液全部进入三角瓶内，瓶内溶液的总体积控制在60～80 mL为宜，加入3～5滴邻啡罗啉指示剂，用硫酸亚铁标准溶液滴定剩余的重铬酸钾。同时做空白实验。

1.2.4　磷石膏中有机物定量计算

磷石膏中有机物在重铬酸钾–硫酸溶液中进行氧化，碳–碳（氢）键在氧化剂的作用下，会失去1个电子，化合键断裂。而1个碳原子含有4个C—C（H）或2个C—C（H）、1个C═C（或C═O），在氧化过程中，需要失去4个电子才能使化合键全部断裂，因此通过理论模型分析可知，1/4个碳原子被氧化将失去1个电子。以此为基础进行有机碳含量计算。

土壤中有机物测定方法是根据有机碳被氧化前后重铬酸根离子数量的变化，再乘以常数1.724，即为土壤中有机物的含量。而磷石膏中有机物来源与土壤中有机物来源不同，存在较大差异，在对磷石膏中有机物测定中，如果采用土壤中经验换算常数1.724，将有机碳折算成有机物可能会存在一定的误差，且不严谨。因此本方法用直接计算出来的有机碳含量来表征磷石膏中有机物的存在量。有机碳分析结果按式（3）计算：

$$w=\frac{(V_0-V_1)\times c\times 3\ \text{g/mol}}{m\times 1\,000}\times 100\%。\tag{3}$$

式中　w —— 有机碳质量分数，%；

c —— 硫酸亚铁标准滴定溶液浓度，mol/L；

V_0 —— 空白滴定时消耗硫酸亚铁溶液的体积，mL；

V_1 —— 测定试样时消耗硫酸亚铁溶液的体积，mL；

3 g/mol —— 1/4碳原子的摩尔质量数；

m —— 试样的质量，g。

2　结果与讨论

2.1　实验条件的优化

2.1.1　消解温度

磷石膏中有机物的消解过程与温度、时间有很大的关系。为使消解完全，本研究先选用30 min开展消解实验，测定不同消解温度下磷石膏中有机物的含量。分别选用了100、150、180 ℃ 3种不同的温度，实验结果见表1。

表1　消解温度对测定结果的影响

Table 1　Effect of digestion temperature on measurement results

消解温度/℃	磷石膏编号	测定结果w/%						w平均值/%	SD/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6			
100	A	0.12	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13	0.12	0.005 2	4.29
100	B	0.33	0.33	0.34	0.34	0.34	0.35	0.34	0.006 9	2.04
100	C	0.25	0.24	0.24	0.25	0.27	0.27	0.25	0.013 0	5.64
150	A	0.14	0.15	0.15	0.14	0.14	0.14	0.14	0.006 1	4.30
150	B	0.42	0.44	0.43	0.44	0.44	0.43	0.43	0.006 2	1.45
150	C	0.31	0.30	0.32	0.32	0.31	0.31	0.31	0.006 9	2.21
180	A	0.15	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.14	0.003 3	3.77
180	B	0.48	0.48	0.47	0.46	0.46	0.47	0.47	0.007 6	1.63
180	C	0.34	0.34	0.34	0.33	0.33	0.33	0.34	0.007 5	2.25

注：SD为标准偏差，RSD为相对标准偏差，下同。

由表1可知，当使用石墨消解法时，在消解时间为30 min的条件下，3种不同的消解温度，均有较好的重复性，相对标准偏差在1.45%～5.64%。但在100 ℃和150 ℃条件下进行消解实验时，有机物测定结果偏低，推测可能原因为当温度较低时，有机物氧化不完全。在180 ℃条件下，消解完全，磷石膏中有机物测定结果最优。当温度高于180 ℃时，试剂重铬酸钾会分解，导致测定结果偏高，因此本研究未探讨温度高于180 ℃时的试验结果。

2.1.2　消解时间

在确定最佳消解温度后，为找到最佳消解时间，分别选取5、10、15、30 min开展探索实验，实验结果见表2。

由表2可知，当消解时间为5 min时，有机物的测定结果偏低，且RSD在4.84%～6.94%。当消解时间较短时，操作时间误差较大、温度波动大，消解不完全，导致其精密度较差。随着时间增加，测得的磷石膏中有机物含量逐渐升高，且RSD都在

表2　消解时间对测定结果的影响

Table 2　Effect of digestion time on test results

磷石膏编号	消解5 min			消解10 min			消解15 min			消解30 min		
	w平均值/%	SD/%	RSD/%	w平均值/%	SD/%	RSD/%	w平均值/%	SD/%	RSD/%	w平均值/%	SD/%	RSD/%
A	0.09	0.006 5	6.94	0.11	0.005 0	4.75	0.13	0.005 7	4.31	0.14	0.003 3	3.77
B	0.41	0.020 0	4.84	0.43	0.008 9	2.06	0.46	0.007 1	1.55	0.47	0.007 6	1.63
C	0.29	0.019 9	6.79	0.31	0.014 6	4.65	0.34	0.012 7	3.71	0.34	0.007 5	2.25

5%以内。而消解时间为15 min和30 min时，实验结果基本一致，RSD分别为1.55%～4.31%和1.63%～3.77%。表明磷石膏样品在使用石墨炉消解时，15 min已可以达到良好的消解效果。

2.1.3　消解方式

通过预先的温度和时间筛选实验，发现消解时间为15 min、消解温度为180 ℃时，可以达到最优的消解结果。以此为基础，对比采用3种不同的消解方式，在180 ℃条件下消解15 min后，开展磷石膏中有机物的测定。每种磷石膏样品平行测定6次，分别计算各样品的有机物含量，不同消解方式下测定结果见表3。

表3　不同消解方式下测定结果

Table 3　Tests results of different digestion methods

消解方式	磷石膏编号	测定结果w/%						w平均值/%	SD/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6			
石墨消解	A	0.13	0.13	0.14	0.13	0.13	0.13	0.13	0.005 7	4.31
	B	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.45	0.46	0.003 5	1.55
	C	0.34	0.33	0.34	0.33	0.33	0.34	0.34	0.003 6	3.71
油浴消解	A	0.13	0.12	0.15	0.13	0.13	0.13	0.13	0.009 0	6.75
	B	0.44	0.43	0.45	0.45	0.46	0.46	0.45	0.012 3	2.74
	C	0.34	0.33	0.34	0.33	0.37	0.36	0.35	0.016 1	4.65
烘箱消解	A	0.14	0.12	0.14	0.13	0.14	0.13	0.13	0.010 9	8.61
	B	0.45	0.44	0.42	0.47	0.45	0.49	0.45	0.023 6	5.20
	C	0.33	0.32	0.32	0.33	0.37	0.37	0.34	0.021 4	6.31

精密度分析是评估分析方法可靠性和精确性的重要手段。如果实验方法的精确度和可重复性较高，则可以得到更准确的实验结果。表3的实验结果表明，当使用油浴消解时，3份磷石膏试样有机物质量分数的标准偏差为0.009 0%～0.012 3%，相对标准偏差为2.74%～6.75%；使用烘箱消解时，3份磷石膏试样有机物质量分数的标准偏差为0.010 9%～0.023 6%，相对标准偏差为5.20%～8.61%；使用石墨消解时，3份磷石膏试样有机物质量分数的标准偏差为0.003 5%～0.005 7%，相对标准偏差为1.55%～4.31%。相比较而言，当使用石墨消解时，相对标准偏差最小，重复性最好。虽然油浴消解和烘箱消解的精密度也满足要求，但是没有石墨消解的精密度高。主要是由于油浴加热和烘箱加热的控温效果较差，导致试液沸腾强度不一致，影响了有机物的氧化过程，从而导致分析结果的精密度较差。表明使用石墨消解方法作为磷石膏有机物测定的前处理方法是准确的。

2.2　准确度实验

在确定石墨消解为最优消解方式后，在选定的3份磷石膏样品中分别加入1%的蔗糖溶液（经测定w(C)为40.96%）0.2、0.4、0.6 mL，进行加标回收实验，用石墨消解法对磷石膏及其加标样品进行测定，实验结果见表4。

表4　石墨消解加标实验结果

Table 4　Tests results of graphite digestion and labeling

磷石膏编号	试样质量/g	有机物质量/mg	有机物加标质量/mg	加标后有机物质量测定值/mg	回收率/%
A	0.510 0	0.672	1.636	2.302	99.63
				2.328	101.20
				2.363	103.40
B	0.505 0	2.306	2.460	4.698	97.24
				4.761	99.80
				4.882	104.70
C	0.506 1	1.739	0.873	2.609	99.66
				2.633	102.41
				2.619	100.80

回收率实验一般用来说明方法的可靠性，将已知浓度的分析物加到试样中，按照预定的分析方法进行检测，测得的实际浓度减去原先未添加分析物时样品的测定浓度，其差值同添加浓度的理论值之比即为样品加标回收率。当样品有机物质量分数在0.1%～1.0%时，回收率在90%～108%，说明方法可靠。由表4可见，9次测量结果的加标回收率为97.24%～104.70%，均未超出范围，表明使用石墨消解方法作为磷石膏有机物测定的前处理方法是可靠的。

3　结语

（1）本研究使用石墨消解法分别对磷石膏有机物测定的最佳消化温度和时间进行了探究。实验结果表明，100 ℃和150 ℃条件下进行消解实验时，有机物测定结果偏低，在180 ℃条件下，消解完全，磷石膏中有机物测定结果最优；当消解时间为15 min和30 min时，实验结果基本一致，RSD分别为1.55%～4.31%和1.63%～3.77%。实验结果表明磷石膏样品在使用石墨炉进行消解时，15 min已达到良好的消解效果。

（2）在分析磷石膏中有机物的含量时，选择合适的消解方式尤为重要。与传统的油浴消解和烘箱消解方法相比，选用石墨消解方法进行前处理，可以避免油浴法中石蜡烟对人体的危害、烘箱法控温性能差等显著缺点。本研究建立的石墨消解前处理方法具有高效、简便、温度易于控制、精密度高、方法可靠等优点，适用于大批量样品的测定。

综上所述，本文通过讨论不同的前处理方法来测定磷石膏中有机物的含量，改进前处理方式，以提高磷石膏有机物含量分析的精密度和准确度，有助于实验室选择合适的分析方法，对磷石膏制品质量控制也具有重要的意义。

［参考文献］

［1］ 卢维宏，王要芳，刘娟，等.磷石膏无害化改性及其在农田土壤改良中的应用研究进展[J].土壤，2023，55(4)：699–707.
LU W H，WANG Y F，LIU J，et al. Phosphogypsum (PG) Harmless Modification and Its Application in Farmland Soil Improvement：A Review [J]. Soils，2023，55(4)：699–707.

［2］ 季家友，祝云，徐慢，等.磷石膏保温砂浆的制备[J].武汉工程大学学报，2014，36(4)：39–44.
JI J Y，ZHU Y，XU M，et al. Preparation and characterization of phosphogypsum thermal insulation mortar [J]. Journal of Wuhan Institute of Technology，2014，36(4)：39–44.

［3］ 张哲睿，唐光宇，周敏，等.磷石膏基α型高强石膏制备陶瓷模具石膏研究[J].磷肥与复肥，2023，38(12)：18–21.
ZHANG Z R，TANG G Y，ZHOU M，et al. Preparation of ceramic mold gypsum from phosphogypsum-based α-type high-strength gypsum [J]. Phosphate & Compound Fertilizer，2023，38 (12)：18–21.

［4］ 童俊.“十三五”磷石膏处理处置现状及展望[J].建材发展导向，2018，16(16)：6–11.

［5］ 王静云，李丽，张然，等.磷石膏资源化利用研究进展[J].磷肥与复肥，2024，39(1)：32–35.
WANG J Y，LI L，ZHANG R，et al. Research progress in resource utilization of phosphogypsum [J]. Phosphate & Compound Fertilizer，2024，39(1)：32–35.

［6］ 彭浩，罗勇，王凤霞，等.电感耦合等离子体发射光谱法测定磷石膏中的P_2O_5[J].化工矿物与加工，2020，49(10)：32–35.
PENG H，LUO Y，WANG F X，et al. Determination of P_2O_5 content in phosphogypsum by inductively coupled plasma emission spectrometry [J]. Industrial Minerals & Processing，2020，49(10)：32–35.

［7］ 中华人民共和国工业和信息化部.磷石膏中磷、氟的测定方法：JC/T 2073—2011[S].北京：中国建材工业出版社，2011.

［8］ 白红丽，刘晓芳，夏从芳，等.微波消解ICP-MS法测定磷石膏中的金属元素[J].云南民族大学学报（自然科学版），2015，24(5)：358–360.
BAI H L，LIU X F，XIA C F，et al. Determination of 16 metal elements in phosphogypsum by Microwave Digestion-ICP-MS [J]. Journal of Yunnan Minzu University (Natural Sciences Edition)，2015，24(5)：358–360.

［9］ 罗栋源，吴海霞，杨子杰，等.磷石膏水洗液中磷、氟、有机物的去除[J].有色金属（冶炼部分），2023(5)：129–137.
LUO D Y，WU H X，YANG Z J，et al. Removal of Phosphorus，Fluorine and Organic Matter from Phosphogypsum Washing Solution [J]. Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy)，2023(5)：129–137.

［10］ 徐路芸.磷石膏中有机物含量测定方法的研究[J].化工管理，2016(19)：213–214.
XU L Y. Determination of Organic Matters in Phosphogypsum [J]. Chemical Enterprise Management，2016(19)：213–214.

［11］ 赵梦霞，姜俊玲，慕兰，等.测定土壤有机质氧化条件的研究[J].土壤肥料，1992(2)：45–47.

［12］ 张保发.土壤有机质测定中油浴温度和时间的优化研究[J].现代农业科技，2014(9)：248.

［13］ 李海玲.主壤有机质的测定（油浴加热重酸钾容量法）[J].农业科技与信息，2011(10)：52–53.
LI H L. Determination of organic matter in the main soil (Volumetric method with potassium bicarbonate heated in an oil bath) [J]. Agricultural Science-Technology and Information，2011 (10)：52–53.

［14］ 井玉丹，王家嘉，裴欢，等.烘箱加热法测定土壤有机质的改进研究[J].中国土壤与肥料，2023(10)：245–250.
JING Y D，WANG J J，PEI H，et al. Improvement of oven heating method for determination of soil organic matter [J]. Soil and Fertilizer Sciences in China，2023(10)：245–250.

［15］ 耿暖，唐玉霞，王慧敏，等.烘箱加热法测定土壤有机质的研究[J].华北农学报，2017，32(S1)：343–346.
GENG N，TANG Y X，WANG H M，et al. Study on the Determination of Organic Matter in Soil by the Oven Heating Method [J]. Acta Agriculturae Boreali-Sinica，2017，32(S1)：343–346.

［16］ 余跑兰，肖小军，段彬林，等.油浴法测定土壤有机质消煮方式的改进研究[J].江苏农业科学，2018，46(19)：328–330.