



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 695-2014

土壤 有机碳的测定 燃烧氧化-非分散 红外法

Soil - Determination of organic carbon - Combustion oxidation
nondispersive infrared absorption method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2014-03-13 发布

2014-07-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	1
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算与表示.....	2
10 精密度和准确度.....	3
11 质量保证和质量控制.....	3

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤中有机碳的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤中有机碳的燃烧氧化-非分散红外法。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：大连市环境监测中心。

本标准验证单位：抚顺市环境监测中心站、黑龙江省环境监测中心站、盘锦市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、深圳市环境监测中心站和天津市环境监测中心。

本标准环境保护部 2014 年 3 月 13 日批准。

本标准自 2014 年 7 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤 有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外法

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中有机碳的燃烧氧化-非分散红外法。

本标准适用于土壤中有机碳的测定，不适用于油泥污染土壤中有机碳的测定。

当样品量为 0.050 g 时，本标准的方法检出限为 0.008%，测定下限为 0.032%。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 方法原理

风干土壤样品在富含氧气的载气中加热至 680℃ 以上，样品中有机碳被氧化为二氧化碳，产生的二氧化碳导入非分散红外检测器，在一定浓度范围内，二氧化碳的红外线吸收强度与其浓度成正比，根据二氧化碳产生量计算土壤中的有机碳含量。

4 干扰和消除

当样品被加热至 200 ℃ 以上时，所有碳酸盐均完全分解，产生二氧化碳，对本方法的测定产生正干扰，可通过加入适量磷酸去除。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

5.1 无二氧化碳水：临用现制，电导率 ≤ 0.2 mS/m (25℃)。

5.2 浓磷酸： ρ (H₃PO₄) = 85 %，优级纯。

5.3 蔗糖 (C₁₂H₂₂O₁₂)：基准试剂。

注 1：也可用葡萄糖 (C₆H₁₂O₆) 代替蔗糖。

5.4 蔗糖溶液： ρ (有机碳, C) = 10.0 g/L

称取 2.375 g 已在 104 ℃ 烘干 2 h 的蔗糖 (5.3)，溶于适量水 (5.1)，移至 100 ml 容量瓶中，用水 (5.1) 稀释至标线，混匀。常温下保存，有效期为两周。

5.5 磷酸溶液： ρ (H₃PO₄) = 5 %

量取 59 ml 浓磷酸 (5.2) 溶于 700 ml 水 (5.1) 中，冷却至室温后，用水 (5.1) 稀释至 1000ml。常温下保存，有效期为两周。

5.6 载气：氮气，纯度 99.99%。

5.7 助燃气：氧气，纯度 99.99%。

6 仪器和设备

6.1 总有机碳测定仪：带有固体燃烧装置，可加热至 680℃ 以上，温度可调节，精度 1 ℃；具有非分散红外检测器，并附带石英杯。

6.2 天平：精度为 0.1 mg。

6.3 土壤筛：2 mm（10 目）、0.097 mm（160 目），不锈钢材质。

6.4 微量注射器：200 μl 。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集和保存

土壤样品的采集和保存参照 HJ/T 166 的相关规定执行。

7.2 试样的制备

将土壤样品置于风干盘中，平摊成 2~3 cm 厚的薄层，先剔除植物、昆虫、石块等残体，用铁锤或瓷质研磨棒压碎土块，每天翻动几次，自然风干。

充分混匀风干土壤，采用四分法，取其两份，一份留存，一份研磨至全部过 2 mm（10 目）土壤筛。取 10~20 g 过筛后的土壤样品，研磨至全部过 0.097 mm（160 目）土壤筛，装入棕色具塞玻璃瓶中，待测。

7.3 干物质含量的测定

准确称取过 2 mm（10 目）筛后的风干土壤样品，参照 HJ 613 测定土壤的干物质含量。

8 分析步骤

8.1 仪器调试

按照总有机碳测定仪说明书设定条件参数并进行调试。

8.2 校准曲线的绘制

用移液管分别准确量取 0.0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 ml 蔗糖溶液（5.4）于 10.0 ml 容量瓶中，用水（5.1）稀释至标线，配制成浓度分别为 0.0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 g/L 的校准系列。用微量注射器（6.4）取 200 μl 校准系列于垫上少量玻璃毛的石英杯中，其对应有机碳含量分别为 0.00、0.10、0.20、0.50、1.0 和 2.0 mg，将石英杯放入总有机碳测定仪（6.1），依次从低浓度到高浓度测定标准系列的响应值，以有机碳含量（mg）为横坐标，对应的响应值为纵坐标，绘制校准曲线。

8.3 测定

称取试样 0.05g（7.2），精确到 0.0001 g，放入垫上少量玻璃毛的石英杯中，并缓慢滴加磷酸溶液（5.5），至试样无气泡冒出。将石英杯放入总有机碳测定仪（6.1），测定响应值。

注 2：当样品浓度较高时，可适当减少试样取样量，但不应小于 0.01g。

8.4 空白试验

用 200 μl 水（5.1）代替试样，按照步骤（8.3）进行测定。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

土壤中有机碳含量 ω_{oc} （以碳计，质量分数，%），按照式（1）和（2）进行计算。

$$m_1 = m \times \frac{w_{dm}}{100} \quad (1)$$

$$\omega_{oc} = \frac{(A - A_0 - a)}{b \times m_1 \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中:

m_1 ——试样中干物质的质量, g;

m ——试样取样量, g;

W_{dm} ——土壤样品的干物质含量(质量分数), %;

ω_{oc} ——土壤样品中有机碳的含量(以碳计, 质量分数), %;

A ——试样响应值;

A_0 ——空白样品响应值;

a ——校准曲线的截距;

b ——校准曲线的斜率。

9.2 结果表示

当测定结果 $<1\%$ 时, 保留到小数点后三位; 当测定结果 $\geq 1\%$ 时, 保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6家实验室分别对有机碳含量为0.54%、1.80%的有证标准物质和0.51%的实际样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差分别为3.0%~7.5%, 0.7%~4.5%, 1.8%~7.7%; 实验室间相对标准偏差分别为3.0%, 1.2%, 1.8%; 重复性限分别为0.08%, 0.11%, 0.06%; 再现性限分别为0.08%, 0.12%, 0.06%。

10.2 准确度

6家实验室分别对有机碳含量为0.54%和1.80%的有证标准样品进行了测定, 实验室内相对误差分别为0%~7.4%, 0.6%~2.2%; 相对误差最终值分别为 $1.9\pm 5.7\%$, $0.9\pm 1.3\%$ 。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品应至少做10%的平行样品测定, 样品数不足10个时, 每批样品应至少做一个平行样品测定。当样品有机碳含量 $\leq 1\%$ 时, 平行样测定结果的差值应在 $\pm 0.10\%$ 之内; 当样品有机碳含量 $> 1\%$ 时, 平行样测定结果的相对偏差 $\leq 10.0\%$ 。

11.2 每批样品测定时, 应分析一个有证标准样品, 其测定值应在保证值范围内。

11.3 校准曲线的相关系数应大于等于0.995。

11.4 每批样品应测定一个校准曲线中间浓度的校核样品, 校核样品测定值与校准曲线对应点浓度的相对误差应不超过10%。