

doi: 10.11720/wtyht.2020.1589

胡梦颖,徐进力,朱颖涛,等.氧化燃烧—气相色谱法测定土壤中的有机碳含量[J].物探与化探,2020,44(6):1435-1440.http://doi.org/10.11720/wtyht.2020.1589

Hu M Y, Xu J L, Zhu Y T, et al. A method for determination of total organic carbon in soil by oxidative combustion and gas chromatography[J]. Geophysical and Geochemical Exploration, 2020, 44(6): 1435-1440. http://doi.org/10.11720/wtyht.2020.1589

氧化燃烧—气相色谱法测定土壤中的有机碳含量

胡梦颖^{1,2}, 徐进力^{1,2}, 朱颖涛³, 张鹏鹏^{1,2}, 张灵火^{1,2},
徐红纳⁴, 白金峰^{1,2}, 张勤^{1,2}

(1. 中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所, 河北廊坊 065000; 2. 联合国教科文组织全球尺度地球化学国际研究中心, 河北廊坊 065000; 3. 交通运输部天津水运工程科学研究所, 天津 300456; 4. 牡丹江医学院药学院, 黑龙江牡丹江 157011)

摘要: 土壤有机碳作为多目标区域地球化学调查中必须分析的元素, 其含量高低影响其他元素在土壤中的迁移和转化过程, 是评价土壤质量的重要指标。传统测定土壤有机碳的方法包括了重铬酸钾氧化法和燃烧法等, 但前者在实际应用中操作繁琐复杂, 对环境也有一定的污染。本文主要采用磷酸(H_3PO_4)对土壤进行前处理, 去除无机碳干扰, 再详细探讨了分析仪器工作过程中的最佳条件, 包括氧化炉温度、加氧量、氧气压力以及载气压力等, 综合建立并优化了使用氧化燃烧—气相色谱法直接固体进样测定土壤中的总有机碳含量的分析方法。实验结果表明, 校准曲线相关系数 R^2 良好, 达到 0.999 9, 检出限为 0.012%。经国家一级土壤成分分析标准物质验证, 测定值与认定值吻合, 精密性 (RSD, $n=12$) 范围为 1.10%~4.11%。该方法分析效率高, 操作简单, 适用于不同类型、含量的土壤样品有机碳测定。

关键词: 土壤; 有机碳; 氧化燃烧; 气相色谱

中图分类号: P632

文献标识码: A

文章编号: 1000-8918(2020)06-1435-06

0 引言

作为陆地生态系统中重要和活跃的有机碳库, 土壤有机碳库储量约为植被碳库的 2 倍, 是全球碳循环的重要环节^[1-2]。土壤有机碳具有多种特性, 使其可以改变土壤的性质, 同时其含量高低直接影响其他元素在土壤中的迁移和转化过程。通过地球化学样品中有机碳的含量指标, 可以进一步研究土壤中其他常量或微量元素储量及其特征, 因此土壤有机碳是评价土壤质量的重要指标^[3-5], 准确测定土壤中有机碳含量具有重要意义。同时, 有机碳在中国地质调查局比例尺为 1:20 万、1:25 万的多目标区域地球化学调查样品中, 也是必须分析的元素指标。

测定土壤有机碳的方法主要分为氧化方法和测定方法两种^[6]。现有氧化方法主要分为干法氧化(燃烧法)和湿法氧化(酸化法), 而测定方法则包括了滴定法、比色法、容量法、质量法、光度法、气相色谱法、压力计法等^[7-10]。国际标准化组织(international organization for standardization, 简称 ISO)对于有机碳的分析标准方法主要推荐两种:一种使用重铬酸钾对样品进行氧化, 利用比色法测定有机碳含量^[11];另一种是利用燃烧氧化, 将有机碳氧化为 CO_2 , 再通过滴定法、电导法、质量法、气相色谱法以及红外法等方法进行测定, 通过生成气体的含量计算得出有机碳的含量^[12]。其中重铬酸钾氧化法不仅对环境有一定的污染, 同时也常受到难以控制加热条件、人为操作误差较大等因素影响从而产生一定偏差^[13-14]。

随着仪器集成技术的发展进步, 近年来, 元素分

收稿日期: 2019-12-16; 修回日期: 2020-06-03

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目 (DD20190518)

作者简介: 胡梦颖 (1993-), 女, 硕士, 助理工程师, 主要从事地球化学样品配套分析方法的研究工作。Email: 524682527@qq.com

通讯作者: 徐进力 (1982-), 男, 硕士, 高级工程师, 主要从事地球化学样品配套分析方法的研究工作。Email: 80368070@qq.com

析仪被大量用于快速测定 C、H、N、S 单个或组合元素含量^[15-25],其测定原理为高温燃烧氧化—气相色谱检测,即样品在石英管内富氧环境中高温燃烧分解,被测组分转变为 CO₂、H₂O、SO_x、NO_x 的混合气体;生成的混合气体再经过 Cu 还原,NO_x 被还原为 N₂,SO_x 还原成 SO₂,并吸收多余的 O₂;混合气体在载气(He)的推动下进入色谱柱进行分离,分离的气体依次进入热导检测器(TCD)检测(图1);TCD 检测器给出与各组分浓度成正比的电信号,软件根据组分的信号值和对应元素的校正曲线,分别计算相应组分含量。前人利用元素分析仪测定元素含量均取得了较好的结果,如程思海等^[18]确定了元素分析仪的最佳工作条件,用于测定海洋沉积物中硫的含量;于兆水等^[16,24]利用元素分析仪分析了包括有机碳和无机碳的总碳;高翠萍等^[21,25]利用元素分析仪测定了土壤中有有机碳及全氮含量。但在测定有机碳方面,多采用酸洗法进行多次处理样品后再进行测定,操作较为繁琐。笔者通过对元素分析仪的工作条件进行优化,以及对土壤样品进行简单前处理方法的研究,建立了氧化燃烧—气相色谱法测定土壤样品中有有机碳的方法,并采用国家一级土壤成分分析标准物质进行分析验证,取得了较好的结果。

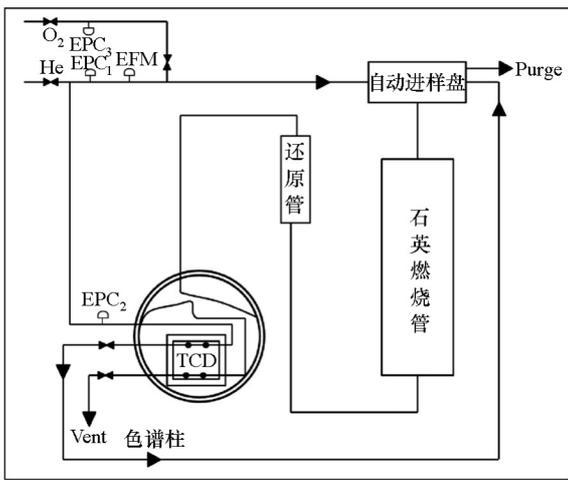


图 1 仪器工作原理

Fig.1 Working principle of the instrument

1 实验部分

1.1 仪器及主要试剂

意大利 Euro Vector 公司 EA3000 型元素分析仪。
 电子天平:MSA125P-CE 型,北京赛多利斯公司,实际分度值 0.01 mg。
 锡囊:5 mm×9 mm。
 磷酸五钒标准物质,现配现用,用于去除土壤中的无

机碳。

仪器使用的试剂包括:三氧化钨(催化剂)、镀银氧化钴(去除硫、卤族元素)、线状铜(还原并除去多余的氧)。

氧气、氦气:纯度均为 99.999%。

土壤标准物质为国家一级标准物质(GBW07403、GBW07424、GBW07425、GBW07427、GBW07448、GBW07452、GBW07454、GBW456、GBW07385~GBW07388、GBW07390、GBW07391),由中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所提供,于 105 ℃烘箱中烘干 15 h,冷却后置于干燥器中备用。

1.2 实验方法

称取 10~30 mg 样品置入锡囊中,加入适量磷酸溶液(1+4)前处理,去除无机碳对有机碳测量结果的干扰,待其充分反应后无气泡冒出,置于 40 ℃烘箱中低温加热 6 h 至磷酸溶液完全挥发至干,将装载样品的锡囊包好。按氧化燃烧—气相色谱法所用元素分析仪器的操作规程,将包裹后的样品依次放入自动进样器待测,样品在仪器最佳工作条件下进行测定,样品中的有机碳在燃烧管中高温燃烧分解,至完全氧化成 CO₂,CO₂、H₂O 等气体随载气通过还原 Cu 并去除多余氧气,经色谱柱进行分离后,进入 TCD 检测器检测,得到 TCD 峰面积,按照标准曲线法计算出对应的碳元素含量,即为样品中有有机碳含量。

2 结果与讨论

2.1 仪器条件的选择

元素分析仪在工作过程中,主要涉及了氧化炉温度、热导检测器与色谱柱温度、载气压力、氧气加入量、氧气分压等参数。各参数对于样品的测试结果均具有一定的影响,因此,为了获得理想的检测结果,需要对其进行条件优化。

2.1.1 氧化炉温度

仪器的氧化炉温度对样品的检测结果具有重要的影响,不同的温度会造成样品不同的燃烧效率,从而影响测定的结果。在其他条件相同的情况下,准确称取多份(n=11)11.00 mg 的国家一级土壤标准物质 GBW07387(GSS31)进行试验,按照上述 1.2 节实验方法,考察氧化炉的温度对于样品出峰面积的影响(图 2)。实验表明,炉温过低,锡囊不能充分燃烧,检测到碳峰误差较大;炉温过高,不利于石英反应管寿命的延长。另一方面,考虑到样品在测试过程中,燃烧后

的残存物质残留在石英反应管中,所造成的温度梯度会影响后续样品的测定,因此,选择稍高的 1 000 ℃ 作为有机碳样品分析的氧化炉温度。

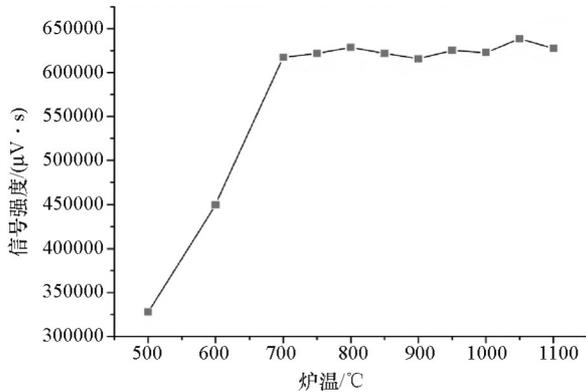


图2 炉温与碳信号强度的关系

Fig.2 Relationship between furnace temperature and signal intensity of carbon

2.1.2 加氧量

加氧量的差异会造成样品在燃烧过程中的氧化效率,从而影响测定结果,并对还原管中铜的消耗量造成影响。按照上述 1.2 节实验方法,不同的加氧量 ($n = 8$) 下测得的国家一级土壤标准物质 GBW07387(GSS31) 的碳百分质量与其认定值的比值如图 3 所示。结果表明,加氧量在 18 mL 左右测得的样品值与认定值最为接近;加氧量过低,会造成氧化燃烧不完全,测量结果偏低;而氧气加入量过大,会造成还原管中铜的损耗加剧,增加成本。同时,考虑到土壤样品基体的复杂性,本次研究选择的氧气加入量为 18 mL。

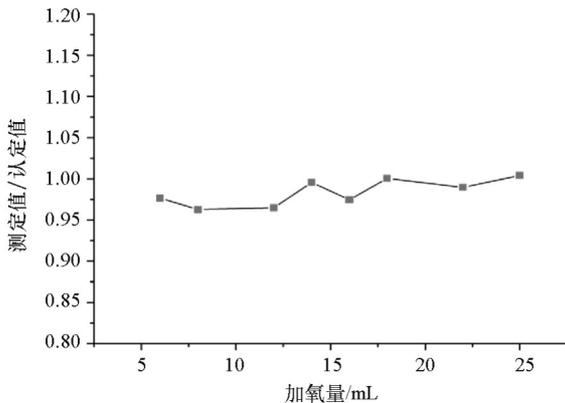


图3 加氧量和碳百分质量与其认定值比值的关系

Fig.3 Relationship between oxygen adding quantity and the ratio of measured value to the certified value

2.1.3 氧气压力

氧气压力的大小决定了固定体积的氧气注入氧化炉的时间长短。按照上述 1.2 节实验方法,不同

氧气压力 ($n = 6$) 下测得的国家一级土壤标准物质 GBW07387(GSS31) 的碳百分质量与其认定值的比值如图 4 所示。结果表明,氧气压力对于测量结果的影响较小,这可能是由于在不同氧气压力下,同等时间内注入氧化炉的氧气量都几乎足够对试样进行氧化。考虑到氧气压力过大,氧气注入时间短,不同的样品可能会产生注入的氧气过量使试样燃烧反应激烈而产生喷溅,影响测试结果,因此,选择 35 kPa 作为测定有机碳样品分析的氧气压力。

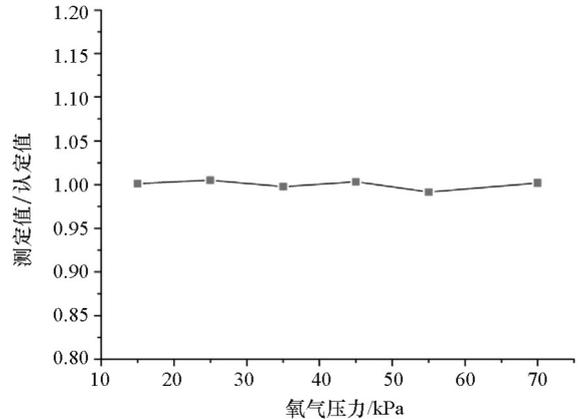


图4 氧气压力和碳百分质量与其认定值比值的关系

Fig.4 Relationship between oxygen pressure and the ratio of measured value to the certified value

2.1.4 载气压力

实验用载气为高纯氮气,其压力的高低主要决定了载气流量的大小,从而决定了样品中不同元素的出峰时间及峰型,影响测量结果的准确度。载气压力过低,载气流速小,样品出峰时间长,峰型平缓不完整,测量结果误差较大;压力过高,载气流速大,样品出峰时间短,峰型尖锐面积小,生成的气体未被检测完全就被带走,使得测量结果偏小(图 5)。因此,我们选择较为适中的载气压力 120 kPa。

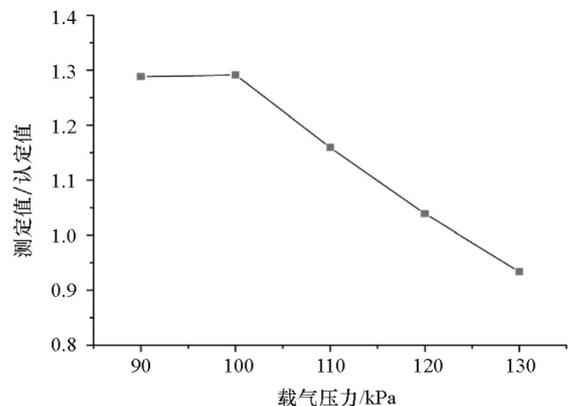


图5 载气压力和碳百分质量与其认定值比值的关系

Fig.5 Relationship between carrier gas pressure and the ratio of measured value to the certified value

2.1.5 其他仪器参数设置

其他仪器参数设置情况如表 1 所示。

表 1 仪器参数设置

Table 1 Instrument parameter setting

指标参数	设置条件
载气压力/kPa	120
吹扫气流速/(mL·min ⁻¹)	80
氧气注入量/mL	18
氧气压力/kPa	35
氧化时间/s	7.9
进样延迟/s	10
分析时间/s	170
前加热炉温度/℃	1000
后加热炉温度/℃	700
柱温箱温度/℃	80

2.2 方法质量参数

2.2.1 校准曲线的绘制

EA3000 型元素分析仪的标准曲线绘制方法有两种,分别是 K 因子法 (K-Factor) 和线性法 (Linear)。K 因子法主要用于待测样品单一、产品的质量监控等情况,选择与待测样品含量较为接近的标样作为标准物质建立标准曲线;线性法主要针对多个待测样品,其元素含量范围较广的情况。本实验中标准曲线的建立采用线性法,分别于 2.00~30.00 mg 梯度称量 8 个土壤标样 GBW07387 (GSS31),按照上述 1.2 节实验方法处理后,在建立标线前先测量 3 个废样 (bypass),质量在 1.00~2.00 mg 之间不用称量,之后测量 3 个空白锡囊,待空白值降低到符合要求后,由低到高依次添加称量标样进行测定,最后再用标样当作样品反测,看其测量值是否在误差范围之内。得到碳标准曲线的校准方程为 $y = 52\ 616x + 4\ 835.2$,相关系数为 0.999 9(图 6)。

2.2.2 方法的检出限和精密度

按照本实验方法,对低含量未知样品平行测定 12 次,得到样品测定值的标准偏差,以 3 倍标准偏差计算出方法的检出限为 0.012%。

选择国家一级土壤成分分析标准物质 GBW07403 (GSS-3)、GBW07448 (GSS-19)、GBW07385 (GSS-29)、GBW07387 (GSS-31)、

表 2 方法精密度结果

Table 2 Precision of the method

样品	12 次测定结果/%												平均值 /%	标准值 /%	RSD/%	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12				
GSS3	0.51	0.52	0.52	0.52	0.53	0.54	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.51	1.10
GSS19	0.99	0.99	0.99	0.96	0.97	1.00	0.99	0.99	0.98	1.01	0.99	0.99	0.99	0.99	1.00	1.29
GSS29	1.06	1.12	1.08	1.12	1.10	1.12	1.08	1.09	1.06	1.12	1.10	1.08	1.09	1.12	1.93	
GSS31	0.94	1.06	1.03	0.98	0.96	1.01	1.05	0.95	0.97	1.03	1.03	0.97	1.00	1.02	4.11	
GSS35	2.08	2.03	1.97	2.03	2.07	2.00	2.01	2.07	2.07	1.94	2.02	2.05	2.03	2.00	2.08	

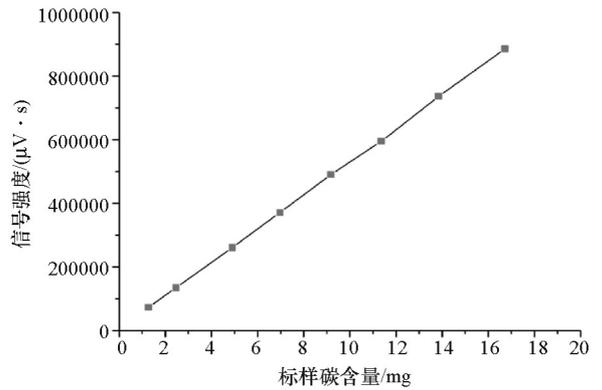


图 6 碳标准曲线

Fig.6 Standard curve of carbon

GBW07391 (GSS-35) 分别平行称取 12 份,按上述实验方法进行测定,计算此方法精密度 (RSD)。计算结果见表 2,精密度范围 1.10%~4.11%。

2.2.3 方法准确度

选择 14 个国家一级土壤成分分析标准物质 (GBW07403、GBW07424、GBW07425、GBW07427、GBW07448、GBW07452、GBW07454、GBW456、GBW07385~GBW07388、GBW07390、GBW07391),按本文的方法进行有机碳含量测定,以验证方法的准确性,测定结果如表 3 所示。结果表明,采用该方法测定化探土壤样品中的有机碳含量,测定值与标准推荐值吻合,具有较高的准确度。

表 3 方法准确度结果

Table 3 Accuracy of the method

样品号	推荐值/%	测定值/%	RE/%
GSS3	0.51	0.52	2.16
GSS10	1.35	1.36	0.52
GSS11	1.07	1.07	-0.09
GSS13	0.62	0.65	5.00
GSS19	1.00	1.00	-0.04
GSS23	(0.50)	0.48	-3.4
GSS25	0.58	0.55	-4.48
GSS27	(0.90)	0.85	-5.78
GSS29	1.12	1.10	-1.70
GSS30	1.02	0.98	-3.63
GSS31	1.02	1.01	-0.59
GSS32	(0.30)	0.29	-2.67
GSS34	0.79	0.77	-2.15
GSS35	2.00	2.05	2.50

注:带括号的推荐值为参考值。

表 2 方法精密度结果

3 结论

对氧化燃烧—气相色谱法测定有机碳的仪器测定条件,如氧化炉温度、加氧量、氧气压力及载气压力等进行了优化,通过先在称量的样品中加入磷酸溶液(1+4)进行前处理,从而去除无机碳对测量结果的干扰,然后直接进样测量土壤中总有机碳的方法,解决了土壤样品重复多次测量的问题,具有取样量少、分析效率高、精密度好、自动化程度高等特点,适合不同性质的样品;采用稀释后的磷酸对样品进行前处理,减少了对仪器的腐蚀;且通过载气的作用,可以进行连续分析。通过国家一级土壤成分分析标准物质验证,该方法所得测试结果具有较高的精密度和准确度。

参考文献(References):

- [1] 胡慧蓉, 马焕成, 罗承德, 等. 森林土壤有机碳分组及其测定方法[J]. 土壤通报, 2010, 41(4): 1018-1024.
Hu H R, Ma H C, Luo C D, et al. Forest soil organic fraction and its measure methods[J]. Chinese Journal of Soil Science, 2010, 41(4): 1018-1024.
- [2] 周桂香, 张文元, 胡冬南, 等. 土壤有机碳影响因素及测定方法探讨[J]. 江西林业科技, 2011(6): 31-34.
Zhou G X, Zhang W Y, Hu D N, et al. Affecting factors of soil organic matter carbon and its determination ways[J]. Jiangxi Forestry Science and Technology, 2011(6): 31-34.
- [3] 杨秀清, 韩有志. 关帝山森林土壤有机碳和氮素的空间变异特征[J]. 林业科学研究, 2011, 24(2): 223-229.
Yang X Q, Han Y Z. Spatial variations of soil organic carbon and nitrogen of forestland in Guandi Mountain[J]. Forest Research, 2011, 24(2): 223-229.
- [4] 李国傲, 陈振贺, 刘志富, 等. 北京地区潮土对土霉素的吸附特性研究[J]. 现代地质, 2015, 29(2): 377-382.
Li G A, Chen Z H, Liu Z F, et al. Adsorption analysis of oxytetracycline on fluvo-aquic soils in Beijing[J]. Geoscience, 2015, 29(2): 377-382.
- [5] 崔莹. 元素分析仪测定土壤、沉积物样品碳氮含量的影响因素及数据校正[J]. 分析测试技术与仪器, 2015, 21(3): 176-179.
Cui Y. Effect factor and data calculation of carbon and nitrogen content of soil and sediment determined by element analyzer[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2015, 21(3): 176-179.
- [6] 李国傲, 陈雪, 孙建伶, 等. 土壤有机碳含量测定方法评述及最新研究进展[J]. 江苏农业科学, 2017, 45(5): 22-26.
Li G A, Chen X, Sun J L, et al. Review on the determination methods of soil organic carbon content and the latest research progress[J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2017, 45(5): 22-26.
- [7] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1999: 108.
Lu R K. Methods for agrochemistry analysis of soil[M]. Beijing: China Agricultural Science and Technology Press, 1999: 108.
- [8] 庞奖励, 张健, 黄春长. High TOC II 分析仪快速测定土壤和黄土样品中的有机碳[J]. 分析仪器, 2003(1): 34-37.
Pang J L, Zhang J, Huang C C. Rapid determination of total organic carbon in soil and loess samples by High TOC II analyzer[J]. Analytical Instrumentation, 2003(1): 34-37.
- [9] 李志鹏, 潘根兴, 李恋卿, 等. 水稻土和湿地土壤有机碳测定的 CNS 元素分析法与湿消化容量法之比较[J]. 土壤, 2008, 40(4): 580-585.
Li Z P, Pan G X, Li L Q, et al. Comparison between CNS element analyzer method and wet digestion volumetric method to determination of organic carbon in wetland soils and paddy soils[J]. Soils, 2008, 40(4): 580-585.
- [10] 孙萱, 宋金明, 于颖, 等. 元素分析仪快速测定海洋沉积物 TOC 和 TN 的条件优化[J]. 海洋科学, 2014, 38(7): 14-19.
Sun X, Song J M, Yu Y, et al. A rapid method for determining the total organic carbon and total nitrogen in marine sediments with an elemental analyzer[J]. Marine Science, 2014, 38(7): 14-19.
- [11] ISO 14235 Soil quality-determination of organic carbon by sulfochromic oxidation[S]. 1998.
- [12] ISO 10694 Soil quality-determination of organic and total carbon after dry combustion(elementary analysis) [S]. 1995.
- [13] 郝冠军, 黄懿珍, 赵晓艺, 等. 重铬酸钾外加热法测定土壤有机质的不确定度评定[J]. 上海农业学报, 2011, 27(3): 103-109.
Hao G J, Huang Y Z, Zhao X Y, et al. Evaluation of uncertainty in determining soil organic matter by potassium dichromate heating method[J]. Acta Agriculturae Shanghai, 2011, 27(3): 103-109.
- [14] 李朝英, 郑路. 总有机碳分析仪测定植物总有机碳含量的方法[J]. 江苏农业科学, 2017, 45(9): 155-158.
Li C Y, Zheng L. Determination of total organic carbon in plants by total organic carbon analyzer[J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2017, 45(9): 155-158.
- [15] 史世云, 温宏利, 李冰, 等. 高频燃烧-红外碳硫仪测定地质样品中的碳和硫[J]. 岩矿测试, 2001, 20(4): 267-271.
Shi S Y, Wen H L, Li B, et al. Determination of carbon and sulfur in geological samples by High Frequency IR-Absorption Spectrometric method[J]. Rock and Mineral Analysis, 2001, 20(4): 267-271.
- [16] 张威, 刘宁, 吕慧捷, 等. TruSpec CN 元素分析仪测定土壤中碳氮方法研究[J]. 分析仪器, 2009(3): 46-49.
Zhang W, Liu N, Lyu H J, et al. Method for determination of carbon and nitrogen in soil by TruSpec CN elemental analyzer[J]. Analytical Instrumentation, 2009(3): 46-49.
- [17] 程思海, 陈道华. 海洋沉积物中碳酸盐测定方法的研究[J]. 分析实验室, 2010, 29(S1): 424-426.
Chen S H, Chen D H. Study on determination of carbonate in marine sediments[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2010, 29(S1): 424-426.
- [18] 程思海, 陈道华, 王飞. 元素分析法快速测定海洋地质样品

- 中的硫[J]. 化学分析计量, 2010, 19(3): 32-35.
- Chen S H, Chen D H, Wang F. Rapid determination of sulfur content in marine sediment by elemental analyzer[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2010, 19(3): 32-35.
- [19] Lewandowska A, Falkowska L, Murawiec D, et al. Elemental and organic carbon in aerosols over urbanized coastal region (southern Baltic Sea, Gdynia)[J]. Science of the Total Environment, 2010, 408(20): 4761-4769.
- [20] Fellner J, Aschenbrenner P, Cencic O, et al. Determination of the biogenic and fossil organic matter content of refuse-derived fuels based on elementary analyses[J]. Fuel, 2011, 90(11): 3164-3171.
- [21] 王巧环, 任玉芬, 孟龄, 等. 元素分析仪同时测定土壤中全氮和有机碳[J]. 分析实验室, 2013, 32(10): 41-45.
- Wang Q H, Ren Y F, Meng L, et al. Simultaneous determination of total nitrogen and organic carbon in soil with an elemental analyzer[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2013, 32(10): 41-45.
- [22] 黄颖华, 张浩. 两种测定海洋沉积物中总有机碳方法的比较[J]. 广西科学院学报, 2013, 29(4): 227-229.
- Huang Y H, Zhang H. Comparison of two methods for determining total organic carbon content in marine sediment[J]. Journal of Guangxi Academy of Science, 2013, 29(4): 227-229.
- [23] 崔莹. 元素分析仪测定土壤、沉积物样品碳氮含量的影响因素及数据校正[J]. 分析测试技术与仪器, 2015, 21(3): 176-179.
- Cui Y. Effect factor and data calculation of carbon and nitrogen content of soil and sediment determined by Element Analyzer[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2015, 21(3): 176-179.
- [24] 于兆水, 胡外英, 张勤. 多目标地球化学调查土壤样品中氮和碳的快速测定[J]. 岩矿测试, 2007, 26(3): 235-237.
- Yu Z S, Hu W Y, Zhang Q. Rapid determination of Nitrogen and Carbon in soil samples for multi-purpose geochemical survey[J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(3): 235-237.
- [25] 高翠萍, 李岩, 刘美英, 等. Vario MACRO cube 元素分析仪测定土壤碳氮方法研究[J]. 北方农业学报, 2017, 45(1): 76-79.
- Gao C P, Li Y, Liu M Y, et al. Study on the determination of soil carbon and nitrogen by vario MACRO cube elemental analyzer[J]. Journal of Northern Agriculture, 2017, 45(1): 76-79.

A method for determination of total organic carbon in soil by oxidative combustion and gas chromatography

HU Meng-Ying^{1,2}, XU Jin-Li^{1,2}, ZHU Ying-Tao³, ZHANG Peng-Peng^{1,2},
ZHANG Ling-Huo^{1,2}, XU Hong-Na⁴, BAI Jin-Feng^{1,2}, ZHANG Qin^{1,2}

(1. Institute of Geophysical and Geochemical Exploration, Chinese Academy of Geological Sciences, Langfang 065000, China; 2. United Nations Educational-Scientific and Cultural Organization, International Center on Global-Scale Geochemistry, Langfang 065000, China; 3. Tianjin Research Institute for Water Transport Engineering, Ministry of Transport, Tianjin 300456, China; 4. School of Pharmacy, Mudanjiang Medical College, Mudanjiang 157011, China)

Abstract: Soil organic carbon (SOC), as an important element to be analyzed in multi-purpose regional geochemical survey, affects the migration and transformation of other elements in the soil. Therefore, it is a significant index in evaluating the soil quality. The traditional methods of measuring SOC include potassium dichromate oxidation method and combustion method. The former is complicated to operate in practical application and there is also some pollution to the environment. Through the pretreatment of soil with H_3PO_4 to remove the interference of inorganic carbon, and the detailed discussion of the best conditions in the working process of the analytical instrument, which include the temperature of the oxidation furnace, oxygen adding quantity, oxygen pressure and the carrier gas pressure and some other factors, an analytical method for the direct solid injection and determination of total organic carbon in soil by oxidative combustion and gas chromatography was established and optimized in this paper. The experimental results show that the correlation coefficient R^2 of this method is 0.9999, and the detection limit is 0.012%. According to the verification of the Certified Reference Materials for the Chemical Composition of Soils, the measured value is consistent with the certified value with the precision of 1.10%~4.11% ($n=12$). This method has the advantages of high efficiency and simple operation, and is suitable for the determination of organic carbon in different types and values of soil samples.

Key words: soil; organic carbon; oxidative combustion; gas chromatography

(本文编辑:蒋实)