

文章编号: 1006-6616 (2010) 04-0393-09

鹤庆钻孔沉积物总有机碳、氮含量测定的前处理方法及其环境意义

卢凤艳^{1,2}, 安芷生¹

(1. 中国科学院地球环境研究所黄土与第四纪国家重点实验室, 陕西 西安 710075;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘要: 湖泊沉积物中的总有机碳含量 (TOC)、总有机氮含量 (TN) 和碳氮比值 (C/N) 已被广泛应用于第四纪湖泊古环境研究中。对湖泊沉积物样品进行 TOC 和 TN 测定前, 首先要有效去除沉积物中的无机碳酸盐, 同时较好地保留有机质组分, 才能使实验结果较准确地反映古气候环境的变化。选取鹤庆钻孔不同深度的不同岩性样品, 分别进行粒度、盐酸浓度、洗除残留酸方法等对去除碳酸盐和总有机碳测定结果影响的前处理条件实验, 根据测得的 TOC、TN 和 C/N, 结合总无机碳酸盐含量 (TIC), 确定了鹤庆钻孔沉积物有机碳含量测定的前处理方法: 室温条件下, 将磨得足够细 (无需过筛处理) 的样品与足量浓度为 2mol/L 盐酸充分反应 24 小时, 期间超声震荡 3 次, 采用离心加速沉淀的方法清洗酸处理样品至中性, 烘干, 研磨均匀上机测定。结果显示, 该流程可有效去除沉积物中的无机碳酸盐, 测得的 TOC、TN 数值具有很好的稳定性和可重复性。在此基础上测定了鹤庆钻孔沉积物样品的 TOC、C/N 和 TIC, 它们间存在很好的正相关关系, 指示了西南季风强度的变化。

关键词: 总有机碳; 碳氮比值; 鹤庆盆地; 碳酸盐; 西南季风

中图分类号: P588.2

文献标识码: A

总有机质含量 (TOC)、总有机氮含量 (TN) 和碳氮比值 (C/N) 作为湖泊及其流域生物量及其来源的有效指标, 已被广泛应用于第四纪湖泊环境研究中^[1-2]。湖泊沉积物中有机质主要来源于湖泊水生生物和陆源有机质。准确测定沉积物中总有机碳含量, 需要有效的将有机碳与无机碳区分开来。沉积物中有机碳测量一般常用的有两种方法: 燃烧法和酸溶法^[3]。燃烧法采用燃烧温度控制, 一般用 550℃ 以下沉积物的燃烧的失重即烧失量来表示有机质含量^[4-5]。而一些研究显示, 当高镁碳酸盐在 400℃ 以下会发生分解^[6], 而且一些难降解的有机物, 要在 1050℃ 以上才能被氧化^[7-8], 所以该方法在测量样品时有时会产生错误, 不易控制。相对而言, 酸溶法虽然在实验过程中也会造成实验结果的偏差, 比如在去除无机碳酸盐过程中可能将可溶性有机物质溶解^[3,9], 但总体说来该方法更方便、易控制, 且同时可得到 TN 及 C/N 比值等。

收稿日期: 2010-03-09

作者简介: 卢凤艳 (1980-), 女, 在读博士研究生, 主要从事古环境变化研究。E-mail: lfy@ieecas.cn

酸溶法的关键在于前处理中须有效去除无机碳酸盐,同时较好保留有机质组分,在实验中多采用无氧化性的盐酸溶液,然后元素分析仪测定处理好的样品。湖泊中的无机碳酸盐包括外源和内源两部分^[10],外源是指湖泊流域通过径流输入湖泊的碳酸盐,内源包括湖水无机化学沉淀产生的碳酸盐和生物成因的碳酸盐。不同湖泊及不同沉积阶段的沉积物,无机碳酸盐的来源、粒度、存在状态、相对含量等都有不同,这些性质会影响到去除碳酸盐的效果,并影响最终的有机碳含量的测量结果。

近年来我们课题组在云南鹤庆盆地进行了一系列研究工作^[11]。本文选取云南鹤庆盆地钻孔不同深度不同岩性样品(表1),分别进行了粒度、盐酸浓度、洗除残留酸方法等对去除无机碳酸盐和总有机碳含量影响的条件实验。根据测得的 TOC、TN 和 C/N,结合实验中获得的

表1 样品深度及岩性描述

Table 1 Depths of the samples and their lithology

样号	深度	岩性描述
1	5.25m	灰白色泥,有大量白点,可能为螺壳/介壳
2	110.25m	乳白色泥,有滑感
3	179.58m	灰褐色泥
4	189.95m	浅褐色泥质砂
5	398.44m	浅灰色泥

总无机碳酸盐含量(TIC)结果,确定了有效去除无机碳酸盐的方法和流程。同时,对方法的可重复性进行了验证,以确保数据的可靠性。在此基础上分析了鹤庆钻孔沉积物的 TOC、TN、C/N 和 TIC,并探讨了该钻孔中它们之间的关系及其气候环境指示意义。

1 研究区地质概况、样品及方法

鹤庆盆地(26°27'~26°46' N、100°8'~100°17' E)位于青藏高原东南和云贵高原西北的连接部位,四周为高山环绕,为一构造断陷盆地,面积约 144 km²,呈南北长条形展布,南北长约 22km,东西宽约 5~10km。盆地四周出露二叠系、三叠系碳酸盐岩、碎屑岩及古-新近系碎屑岩;盆地内沉积物主要为第四纪沉积,下部为更新世湖积层,厚度大,上部为全新世湖积层。2002年开始的“中国大陆环境钻探工程”,在鹤庆盆地中心(26°33'43.1"N, 100°10'14.2"E,海拔 2190m)钻得厚度为 666m 的沉积物岩心,取芯率达 97%,岩性描述如下:

665.83~410.65m,以青灰色-灰褐色粘土为主,层理清晰。下部 13.18m 为灰绿色砂质砾石层夹泥质砂、细-粉砂条带;

410.65~195.45m,以青灰色粘土和粉砂质粘土为主,含粉砂层,层理清晰。下部 27.5m 为砂质粘土,夹砾石;

195.45~1.70m,以灰-灰褐色粘土和粉砂质粘土为主,层理清晰。下部 5.95m 为棕红色砂质砾岩,属快速沉积;

1.60~0m,灰褐色-橙黄色-灰黑色含砾泥质砂-粉砂,顶部受人类活动扰动。

从沉积序列不同深度选取 5 个岩性不同的样品(表 1),进行影响除碳酸盐和 TIC 测量的不同前处理实验条件的组合对比研究,以便确定合理有效地前处理方法,准确测量沉积物中 TOC 和 TN。

无机碳酸盐与盐酸反应可在任何温度条件下自发进行,而反应温度的升高,很容易会造成盐酸的挥发而使浓度下降,重要的是还可能会导致有机质分解^[12],影响沉积物总有机碳

含量。已有实验研究发现,在酸足量的情况下,一般6小时碳酸盐都可反应完全,而且时间的加长不会影响实验结果^[13]。基于以上分析和实验实用易操作等原则,本次实验均在室温(除指定温度外)下进行,确保酸足量和反应时间(24小时)充裕,不再对反应温度、酸的用量及反应时间进行条件实验。每个样品均先在研钵中研磨,以尽量避免因混合不均匀而对同一样品实验结果造成的偏差,然后依次进行如下的实验条件和实验步骤:

(1) 将初步混合均匀的样品分为三份,分别采取不过筛、过100目筛、过200筛作进一步处理;

(2) 将上述处理好的样品分别与足量浓度为1mol/L、2mol/L、4mol/L的盐酸溶液进行交叉组合实验,室温条件下充分反应24小时,期间对样品超声震荡3次,每次约10分钟;

(3) 用去离子水清洗酸处理过的样品,采用离心方法(4000转/分,30分钟)加速沉淀,滤去上清液,重复直至洗至中性;

(4) 为确定上述步骤的可重复性,取不过筛样品与足量2mol/L盐酸溶液反应,重复步骤(2)、(3);

(5) 为确定离心过程物质沉淀程度,取不同粒度处理的样品与足量2mol/L盐酸溶液反应,步骤同(2),然后将酸解样品慢慢转入铺有石英滤纸的漏斗中,不断用去离子水冲洗,直至中性;

(6) 将处理后样品在40℃烘干,研钵中研磨均匀。TOC、TN在中科院地球环境研究所Vario EL III型元素测试仪上分析,误差小于0.2%。

2 实验结果及讨论

在用盐酸去除样品中碳酸盐时,分别对酸前、酸后的样品进行称重,算得样品中TIC,结果也列于表中,以便比较不同处理方法去除碳酸盐的情况。

2.1 粒度对去除碳酸盐和有机碳含量测量的影响

沉积物粒度会影响碳酸盐的去除程度^[14],并影响有机质的测量结果。这是由于碳酸盐与盐酸接触发生化学反应,颗粒表面积越大,接触面积越大,反应越容易进行,理论上颗粒表面积与颗粒粒径幂函数反相关,因此颗粒粒径越小,越有利于反应的进行;而且样品中的颗粒大小可能影响一些含碳矿物的包裹体的被释放程度^[12]。我们对5个不同岩性样品分别进行了不过筛(磨得足够均匀)、过100目筛和过200目筛处理,在其他实验条件和步骤相同的情况下,测得数值见表2。

可以看出,对于每个样品3组粒度处理方法得到的TOC、TN与C/N数值无太大差异,均在误差范围之内,并且它们间的差异未表现出随粒度的规律性变化;而且对5个TIC含量高低不同的样品,每个样品经不同粒度处理方法处理后得到的TIC结果基本稳定,说明碳酸盐的去除相对都较彻底。

通过该粒度条件实验,我们认为对该钻孔样品,不必进行过筛处理,这样即节省了时间,也省却了样品过筛带来的损耗和污染。但在实验中应尽量将样品磨得细且均匀,以更有利于反应的彻底进行。

2.2 盐酸浓度对去除碳酸盐和有机碳含量测量的影响

在盐酸足量的情况下,碳酸盐都能反应完全,而盐酸浓度高时可能会引起沉积物中有机质的分解^[12]。

表2 不同实验条件组合下 TOC、TN、C/N 和 TIC 实验分析结果

Table 2 The results of TOC、TN、C/N and TIC under different experimental conditions

样号	HCl 溶液	不过筛			100 目筛			200 目筛		
		TOC (%)	TN (%)	MCO ₃	TOC (%)	TN (%)	MCO ₃	TOC (%)	TN (%)	MCO ₃
1	1mol/L	12.11	0.88	0.89	12.07	0.86	0.87	12.67	0.89	0.89
	2mol/L	12.72	0.87	0.89	12.71	0.87	0.88	12.71	0.90	0.89
		12.68	0.89	0.88						
		12.75	0.88	0.89	12.74	0.88	0.91	12.68	0.90	0.90
	4mol/L*	12.34	0.88	0.89	12.42	0.86	0.87	12.64	0.88	0.90
2	1mol/L	3.64	0.27	0.82	3.55	0.31	0.83	3.64	0.31	0.82
	2mol/L	3.65	0.29	0.81	3.65	0.31	0.82	3.68	0.32	0.82
		3.67	0.30	0.83						
		3.66	0.31	0.82	3.63	0.31	0.84	3.69	0.33	0.81
	4mol/L*	3.65	0.28	0.83	3.65	0.30	0.82	3.67	0.35	0.82
3	1mol/L	1.19	0.15	0.38	1.17	0.16	0.37	1.19	0.14	0.35
	2mol/L	1.21	0.16	0.39	1.22	0.16	0.40	1.22	0.15	0.38
		1.21	0.15	0.39						
		1.23	0.16	0.37	1.21	0.15	0.39	1.23	0.15	0.38
	4mol/L*	1.26	0.15	0.39	1.23	0.14	0.40	1.26	0.14	0.39
4	1mol/L	0.77	0.07	0.10	0.84	0.07	0.10	0.79	0.08	0.11
	2mol/L	0.78	0.07	0.12	0.80	0.07	0.13	0.83	0.08	0.12
		0.77	0.07	0.11						
		0.77	0.06	0.10	0.75	0.08	0.11	0.83	0.09	0.11
	4mol/L*	0.84	0.07	0.12	0.80	0.07	0.12	0.83	0.09	0.12
5	1mol/L	1.20	0.17	0.13	1.19	0.18	0.11	1.24	0.16	0.16
	2mol/L	1.22	0.19	0.18	1.19	0.17	0.20	1.22	0.16	0.20
		1.18	0.16	0.18						
		1.22	0.19	0.19	1.21	0.18	0.19	1.22	0.19	0.21
	4mol/L*	1.23	0.18	0.18	1.21	0.18	0.19	1.27	0.18	0.20

* 为对应样品采用铺有石英滤纸的漏斗洗除残留酸方法的实验数值；阴影部分为对应重复样品的实验数值。

实验分别使用了浓度为 1mol/L、2mol/L 和 4mol/L 的盐酸溶液，对不同粒度的所有样品处理后，测得的 TIC 数值（见表 2）显示，2mol/L 和 4mol/L 的盐酸溶液相对 1mol/L 的盐酸溶液去除无机碳酸盐要彻底且数值稳定；所有样品的 TN 实验数据波动不大，波动幅度仅为 0.02%，远远小于实验误差范围；TOC 的实验数据关系略显复杂，经 2mol/L 和 4mol/L 前处理的要较 1mol/L 的 TOC 数据大一些，这也许是因为经 1mol/L 处理的样品中无机碳酸盐未去除完全的缘故；样品 2~5 经 4mol/L 前处理后的要比 2mol/L 的得到的 TOC 数值要稍大或近乎相等，这种规律性或许是由于样品中存在含碳矿物包裹体，4mol/L 的盐酸将其释放，但由于差值远远小于实验误差范围，原因不易确定，有待更多实验研究；而样品 1 经 4mol/L 前处理后的要比 2mol/L 的得到的 TOC 数值要小，可能是由于 4mol/L 的盐酸造成了样品 1 中少量有机质的分解，毕竟样品 1 深度 5.25m，较其它样品年龄年轻得多，可能尚有易分解的有机质。值得指出的是，经 2mol/L 和 4mol/L 前处理后每组样品测得的 TOC 数据在误差范围内无显著差异。

综合以上分析，2mol/L 盐酸溶液比较适合该钻孔沉积物碳酸盐去除的整体需求。

2.3 洗除残留酸方法对去除碳酸盐和有机碳含量测量的影响

为了检验洗除残留酸过程中离心沉淀方法（C 法）是否会造成明显的有机质流失，另取各样品用 2mol/L 盐酸溶液处理，洗除残留酸时采用铺有石英滤纸的漏斗（S 法），慢慢用

去离子水冲洗至中性, 耗时在 12 个小时左右。

比较两种不同的洗除残留酸方法得到的结果 (见表 2), C 法和 S 法测得的 TOC 和 TN 均在仪器误差范围之内, 而且差异不存在规律性。再考虑到石英滤纸的高成本和 S 法的耗时, C 法可以达到预设的目的。

2.4 前处理实验方法的可重复性检验

在确定采用不过筛 (足够均匀)、2mol/L 盐酸溶液、离心加速沉淀的方法清洗酸处理样品至中性的实验条件和方法后, 对每个不过筛样品做了重复样分析, 以检验实验的可重复性。表 2 结果显示, TOC、TN 和 TIC 数值相当接近, 说明实验确定的前处理方法具有很好的重复性, 可获得较理想的实验数值。

基于以上确定的前处理实验条件和实验步骤, 对钻孔按 20cm 间距取得的 1956 个样品进行分析实验, 测得 TOC、TN、TIC 及 C/N 结果 (20 点滑动平均) 如图 1。

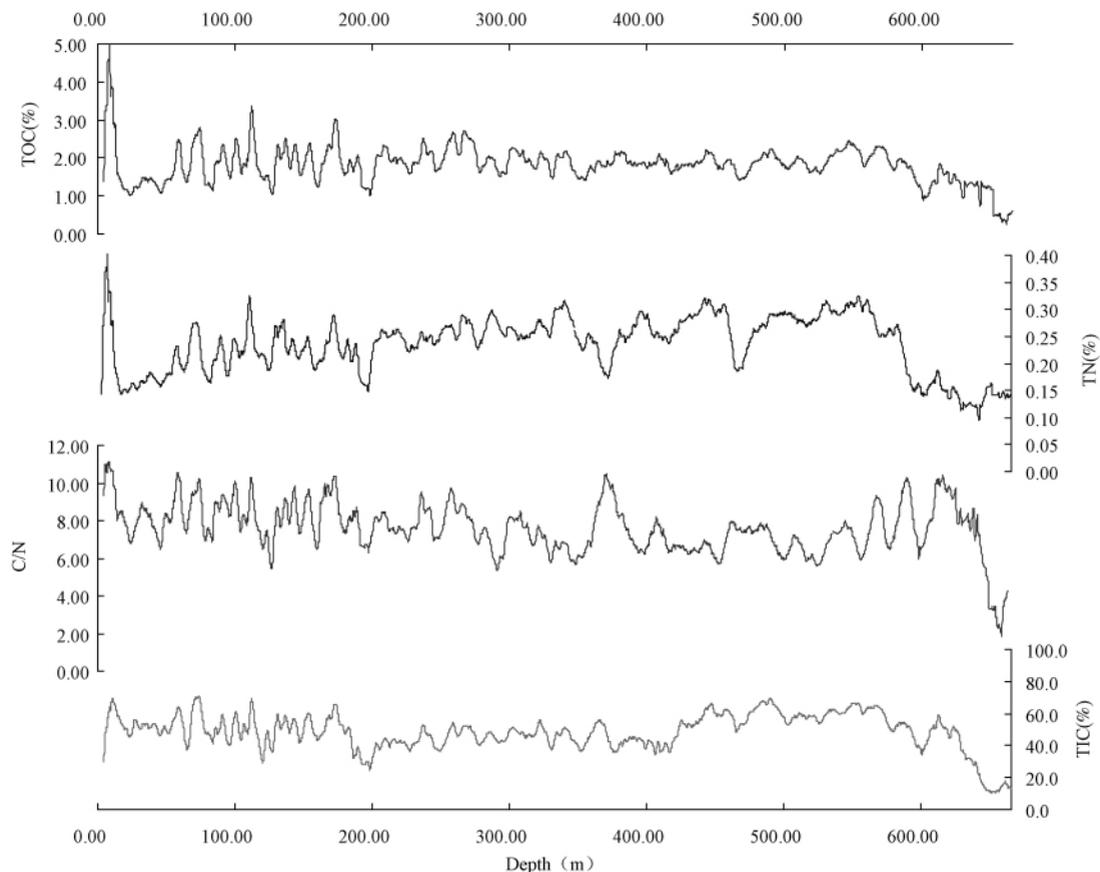


图 1 鹤庆钻孔 TOC、TN、C/N 和 TIC 的深度变化序列

Fig. 1 Depth variability of TOC、TN、C/N and TIC from Heqing core

3 鹤庆钻孔有机质特征及其环境意义

云南鹤庆盆地地处云南高原西北部, 夏季主要受来自孟加拉湾暖湿气流影响, 冬季受南支西风急流控制, 此外兼受青藏高原局地气候的影响, 冬干夏湿, 是西南季风的敏感地带。

盆地年降水量在 900 ~ 1000mm, 主要集中于夏季。年平均气温 13.5℃, 1 月平均气温 8℃, 7 月平均气温 21℃。盆地周围生物多样性丰富, 垂直植被带发育, 从西双版纳到玉龙雪山不足 600km 的范围内存在热带季雨林到高山砾石冻荒漠所有植被带^[15]。

湖泊沉积物中的 TOC、TN 和 C/N 比值已被广泛应用于第四纪湖泊环境研究中。湖泊沉积物中有机质主要来源于湖泊水生生物和陆源有机质, 在一定程度上反映了湖泊及其流域的初级生产力状况, 同时也反映了湖泊保存有机质的能力^[16]。在气候适宜的条件下, 入湖径流量大, 带来丰富的陆生植物和营养物质, 水生富有生物也得以繁荣, 湖泊生产力提高, 使得沉积物中有机质含量较高; 相反, 干燥少雨的气候条件下, 入湖径流量小, 陆源有机质减少, 营养矿物质降低, 水生浮游生物受到限制, 湖泊生产力降低, 使得沉积物中有机质含量较低。同时, 岩性特征对沉积物中有机质含量有影响, 较粗的沉积物不利于吸附较细颗粒的有机质。TN 的变化指示了湖泊营养状况, 其强烈的受制于水体温度的变化。水体温度的作用不仅影响到 TN 的变化, 在稳定的 TN 条件下, 更能够直接极大地影响湖泊浮游生物的生长, 进而改变内源有机碳的含量。C/N 值则是较好指示沉积物中内外源有机碳成分的良好指标^[17]。通常, 水生植物和湖泊中的浮游植物的 C/N 值大约为 5 ~ 12, 陆生植物的 C/N 大约为 20 ~ 30, 甚至可以达到 45 ~ 50^[18-19]。

如图 1 所示, TOC、TN 和 C/N 具有一致的变化和波动趋势, 整个沉积序列中 C/N 比值在 1.7 ~ 19.2, 平均值为 7.9。同时, TOC 与 C/N 值具有很好的正相关关系, 相关系数达到 0.68 (见图 2a)。TOC 和 TN 的增加对应着 C/N 比值的升高, 似乎说明湖泊中 TOC、TN 在一定程度上与陆源有机质的输入存在很大联系。

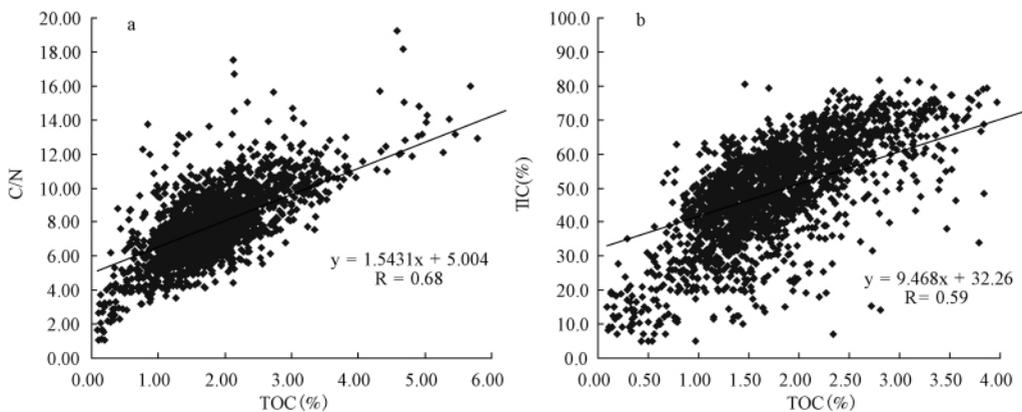


图 2 鹤庆钻孔沉积序列中 TOC 与 C/N 和 TIC 的相关关系

Fig. 2 The relationship of TOC, C/N and TIC of Heqing core

同时, 我们注意到沉积物中 TIC 与 TOC 具有相同的变化趋势, 二者的相关系数为 0.59 (见图 2b)。对于干旱半干旱区湖泊, 碳酸盐含量通常反映温度与降水的复合效应, 即有效湿度变化状况。但对于位于西南部碳酸盐岩分布区的鹤庆盆地湖泊沉积物来说, 流域溶解碳酸盐是湖泊总碳酸盐的重要来源。当降水相对增加时, 溶蚀作用增强, 入湖径流带入更多的碳酸盐, 加速湖泊碳酸盐的积累; 反之, 降水相对减少时, 则湖泊碳酸盐累积减缓。鹤庆盆地的降水主要受西南季风控制, 因此湖泊沉积物中碳酸盐含量可以用来指示西南季风强度的变化。

根据 TOC、TN、C/N 和 TIC 在鹤庆钻孔中的变化特征和相互关系, 结合鹤庆盆地地质

和气候特征,我们对钻孔中有机质特征与其反映的气候环境变化关系做如下阐述:鹤庆盆地周围大量灰岩出露,当西南季风相对较强、降水增加时,灰岩的溶蚀作用增强,径流携带较多的碳酸盐进入湖泊,增加湖泊碳酸盐,同时适宜的气候条件使得陆生植被生长繁盛,径流带来更多陆生有机质的同时,也带来丰富的营养物质,促进了湖泊内水生生物的大量繁殖,共同增加了 TOC 的含量,另外湖泊内浮游植物的增加,光和作用增强,也有利于碳酸盐的沉淀;而在西南季风相对较弱阶段,降水相对减少,流域带来的碳酸盐、陆生有机质以及营养物质减少, TIC 减少, TOC、C/N 比值降低。

4 结论

(1) 对云南鹤庆钻孔不同深度的 5 个不同岩性样品分别进行了粒度、盐酸浓度、洗除残留酸方法等前处理条件实验,根据测得的总有机碳含量 (TOC)、总有机氮含量 (TN) 和碳氮比值 (C/N),结合无机碳酸盐含量 (TIC),确定了鹤庆钻孔沉积物有机碳含量的前处理方法:室温条件下,将磨得足够细的样品与足量浓度为 2mol/L 盐酸充分反应 24 小时,期间超声震荡 3 次,采用离心加速沉淀的方法洗除残留酸处理样品至中性,研磨均匀上机测定。该流程可有效去除沉积物中的无机碳酸盐,测得处理后样品的 TOC、TN 数值具有很好的稳定性和可重复性。

(2) 采用上述确定的鹤庆钻孔沉积物总有机碳含量前处理方法,分析了鹤庆钻孔沉积物样品,结果显示 TOC、C/N 和 TIC 表现出一致的变化,而且它们间存在很好的正相关关系,都指示了西南季风强度的变化。

致谢:感谢中国科学院地球环境研究所金章东研究员给予的有益建议;感谢鲁海燕和刘晓燕硕士研究生等在实验上给予的诸多帮助。

参 考 文 献

- [1] Dean W. The carbon cycle and biogeochemical dynamics in lake sediments [J]. *Journal of paleolimnology*, 1999, 21 (4): 375 ~ 393.
- [2] Meyers P, Ishiwatari R. Lacustrine organic geochemistry. An overview of indicators of organic matter sources and diagenesis in lake sediments [J]. *Organic Geochemistry*, 1993, 20 (7): 867 ~ 900.
- [3] King P, Kenned H, Newton P, et al. Analysis of total and organic carbon and total nitrogen in settling oceanic particles and a marine sediment: an interlaboratory comparison [J]. *Marine chemistry*, 1998, 60: 203 ~ 216.
- [4] Dean W. Determination of carbonate and organic matter in calcareous sediments and sedimentary rocks by loss on ignition: comparison with other methods [J]. *Journal of Sedimentary Petrology*, 1974, 44 (1): 242 ~ 248.
- [5] Hirota J, Szyper J. Separation of total particulate carbon into inorganic and organic components [J]. *Limnology and Oceanography*, 1975, 20 (5): 896 ~ 900.
- [6] 解启来,周中毅,陆明勇. 碳酸盐矿物结合有机质——一种重要的成烃物质 [J]. *矿物学报*, 2000, 20 (1): 59 ~ 62.
Xie Qilai, Zhou Zhongyi, Lu Mingyong. Organic matter enclosed in carbonate minerals—a kind of important hydrocarbon-producing matter [J]. *Acta Mineralogica Sinica*, 2000, 20 (1): 59 ~ 62.
- [7] Froelich P. Analysis of organic carbon in marine sediments [J]. *Limnology and Oceanography*, 1980, 564 ~ 572.
- [8] Gibbs R. Effect of combustion temperature and time, and of the oxidation agent used in organic carbon and nitrogen analyses

- of sediments and dissolved organic material [J]. *Journal of Sedimentary Petrology*, 1977, 47 (2): 547 ~ 550.
- [9] 贾蓉芬, 邢福建, 赵林, 等. 从渭南剖面有机质类型的差异探讨黄土地区湿度的演变趋势 [J]. *地球化学*, 1995, 24 (C): 66 ~ 74.
Jia Rongfen, Xing Fujian, Zhao Lin, Wen Qizhong. Approach to humidity evolution since 0. 14Ma in loess area from type difference of organic matter in Weina loess section [J]. *Geochimica*, 1995, 24 (C): 66 ~ 74.
- [10] Chen J, Wang F, et al. Environmental records of carbon in recent lake sediments [J]. *Science in China Series D: Earth Sciences*, 2002, 45 (10): 875 ~ 884.
- [11] 徐新文, 强小科, 安芷生, 等. 鹤庆盆地湖相岩心磁化率记录及其古环境意义 [J]. *地质力学学报*, 2010, 16 (4): 372 ~ 382.
XU Xinwen, QIANG Xiaoke, AN Zhisheng, et al. Magnetic Susceptibility Of Heqing Drill Core And Its Palaeoenvironmental Implications [J]. *Journal of Geomechanics*, 2010, 16 (4): 372 ~ 382.
- [12] 曹蕴宁, 刘卫国, 宁有丰, 等. 土壤有机碳同位素样品制备过程的影响因素讨论 [J]. *地球化学*, 2005, 34 (4): 91 ~ 100.
Cao Yunning, Liu Weiguo, Ning Youfeng, et al. Effects of soil sample preparation process on $\delta^{13}C$ of organic matter [J]. *Geochimica*, 2005, 34 (4): 91 ~ 100.
- [13] 喻涛, 李春园. 盐酸, 温度, 时间及粒径对海洋沉积物碳酸盐去除的影响 [J]. *热带海洋学报*, 2006, 25 (6): 33 ~ 38.
Yu Tao, Li Chunyuan. Effects of hydrochloric acid, temperature, time and grain size on carbonate removal from marine sediments in northern South China sea [J]. *Journal of Tropical Oceanography*, 2006, 25 (6): 33 ~ 38.
- [14] 吴夏, 黄俊华, 白晓, 等. 沉积岩总有机碳同位素分析的前处理影响 [J]. *地球学报*, 2008, 29 (6): 677 ~ 683.
Wu Xia, Huang Houhua, Bai Xiao, et al. Sample-pretreatment effects on analytical results of total organic carbon isotopes in sedimentary rocks [J]. *Acta Geoscientica Sinica*, 2008, 29 (6): 677 ~ 683.
- [15] 云南植被编写组. 云南植被 [M]. 北京: 科学出版社, 1987. 759 ~ 774.
Compiling Group of Yunnan Vegetation. *Vegetation of Yunnan* [M]. Beijing: Science Press, 1987. 759 ~ 774.
- [16] 王苏民, 吉磊, 羊向东, 等. 呼伦湖: 古湖泊学研究 [M]. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 1995. 1 ~ 125.
Wang Sumin, Ji Lei, Yang Xiangdong et al., *Palaeolimnology of Hulun Lake* [M]. Hefei: Press of China University of Sciences & Technology, 1995. 1 ~ 125.
- [17] MEYERS P A. Preservation of elemental and isotopic source identification of sedimentary organic matter [J]. *Chemical Geology*, 1994, 114 (3 ~ 4): 289 ~ 302.
- [18] Krishnamurthy R V, Bhattachary S K, Kusumgar S. Palaeoclimatic changes deduced from $^{13}C/^{12}C$ and C/N ratios of Karewa lake sediments, India [J]. *Nature*, 1986, 323 (6084): 150 ~ 152.
- [19] Stuiver M. Climate versus changes in ^{13}C content of the organic component of lake sediments during the Late Quaternary [J]. *Quaternary Research*, 1975, 5 (2): 251 ~ 262.

PRETREATMENT METHODS FOR ANALYZING THE TOTAL ORGANIC CARBON AND NITROGEN CONTENTS OF HEQING CORE SEDIMENTS AND THEIR ENVIRONMENTAL SIGNIFICANCES

Lu Feng-yan^{1,2}, An Zhi-sheng¹

(1. State Key Lab. Of Loess and Quaternary Geology, Institute of Earth Environment, Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710075; 2. Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049)

Abstract: Total organic carbon content (TOC), Total organic nitrogen content (TN) and their ration (C/N) of lacustrine sediments have been widely used in the Quaternary palaeoenvironment researches. Before measuring the TOC and TN of the sediments, the first important step is to effectively remove the inorganic carbonate, and preserve organic carbon well at the same time, which is the guarantee to good experiment results and accurate palaeoenvironment reconstruction. In order to apply a proper experimental procedure to the Heqing core sediments in Yunnan province, different lithological sediment samples from different depths are used to examine the influence of pretreatment methods, including grain size, the concentration of hydrochloric acid (HCl), and the method of washing the residual acid, on the analysis of total organic carbon content. According to the results of TOC, TN, C/N, and the total inorganic carbonate content (TIC), the pretreatment procedure of Heqing core sediments prior to TOC analysis is established as the followings: under normal condition, a sediment sample is grinded to be uniform and fine (no sieving process), which reacts with enough HCl whose concentration is 2mol/L for 24 hours; then centrifugal acceleration method is employed to cleaning the treated sample by acid to be neutral. This procedure can effectively remove the inorganic carbonate from the sediments, and the results of TOC and TN show good stability and reproducibility. The obtained sequences of TOC, TN, and C/N show good correlation, which all imply the intensity changes of the southwest monsoon.

Key words: TOC; C/N; Heqing basin; inorganic carbonate; southwest monsoon