

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 615—2011

土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化-分光光度法

Soil—Determination of organic carbon
—Potassium dichromate oxidation spectrophotometric method

2011-04-15 发布

2011-10-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2011年 第32号

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，规范环境监测工作，现批准《土壤干物质和水分的测定 重量法》等三项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、土壤 干物质和水分的测定 重量法（HJ 613—2011）；
- 二、土壤 毒鼠强的测定 气相色谱法（HJ 614—2011）；
- 三、土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化-分光光度法（HJ 615—2011）。

以上标准自 2011 年 10 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

特此公告。

2011年4月15日

目 次

前 言.....	iv
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.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算与表示.....	3
10 精密度和准确度.....	3
11 质量保证和质量控制.....	4
12 注意事项.....	4

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重铬酸钾氧化-分光光度法。

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：天津市环境监测中心、辽宁省环境监测实验中心、沈阳市环境监测中心站、鞍山市环境监测中心站、锦州市环境监测中心站和营口市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2011 年 4 月 15 日批准。

本标准自 2011 年 10 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 重铬酸钾氧化-分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中有机碳的重铬酸钾氧化-分光光度法。

本标准适用于风干土壤中有机碳的测定。本标准不适用于氯离子 (Cl^-) 含量大于 $2.0 \times 10^4 \text{ mg/kg}$ 的盐渍化土壤或盐碱化土壤的测定。

当样品量为 0.5 g 时, 本方法的检出限为 0.06% (以干重计), 测定下限为 0.24% (以干重计)。

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 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

在加热条件下, 土壤样品中的有机碳被过量重铬酸钾-硫酸溶液氧化, 重铬酸钾中的六价铬 (Cr^{6+}) 被还原为三价铬 (Cr^{3+}), 其含量与样品中有机碳的含量成正比, 于 585 nm 波长处测定吸光度, 根据三价铬 (Cr^{3+}) 的含量计算有机碳含量。

4 干扰和消除

4.1 土壤中的亚铁离子 (Fe^{2+}) 会导致有机碳的测定结果偏高。可在试样制备过程中将土壤样品摊成 2~3 cm 厚的薄层, 在空气中充分暴露使亚铁离子 (Fe^{2+}) 氧化成三价铁离子 (Fe^{3+}) 以消除干扰。

4.2 土壤中的氯离子 (Cl^-) 会导致土壤有机碳的测定结果偏高, 通过加入适量硫酸汞以消除干扰。

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化学试剂, 实验用水为在 25℃ 下电导率 $\leq 0.2 \text{ mS/m}$ 的去离子水或蒸馏水。

5.1 硫酸: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g/ml}$ 。

5.2 硫酸汞。

5.3 重铬酸钾溶液: $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.27 \text{ mol/L}$ 。

称取 80.00 g 重铬酸钾溶于适量水中, 溶解后移至 1 000 ml 容量瓶, 用水定容, 摇匀。该溶液贮存于试剂瓶中, 4℃ 下保存。

5.4 葡萄糖标准使用液: $\rho(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6)=10.00 \text{ g/L}$ 。

称取 10.00 g 葡萄糖溶于适量水中, 溶解后移至 1 000 ml 容量瓶, 用水定容, 摇匀。该溶液贮存

于试剂瓶中，有效期为一个月。

6 仪器和设备

6.1 分光光度计：具 585 nm 波长，并配有 10 mm 比色皿。

6.2 天平：精度为 0.1 mg。

6.3 恒温加热器：温控精度为 $135^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。恒温加热器带有加热孔，其孔深应高出具塞消解玻璃管内液面约 10 mm，且具塞消解玻璃管露出加热孔部分约 150 mm。

6.4 具塞消解玻璃管：具有 100 ml 刻度线，管径为 35~45 mm。

注：具塞消解玻璃管外壁必须能够紧贴恒温加热器的加热孔内壁，否则不能保证消解完全。

6.5 离心机：0~3 000 r/min，配有 100 ml 离心管。

6.6 土壤筛：2 mm（10 目）、0.25 mm（60 目），不锈钢材质。

6.7 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。

7.2 试样的制备

将土壤样品置于洁净白色搪瓷托盘中，平摊成 2~3 cm 厚的薄层。先剔除植物、昆虫、石块等残体，用木槌压碎土块，自然风干，风干时每天翻动几次。充分混匀风干土壤，采用四分法，取其两份，一份留存，一份通过 2 mm 土壤筛用于干物质含量测定。在过 2 mm 筛的样品中取出 10~20 g 进一步细磨，并通过 60 目（0.25 mm）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

准确称取适量风干土壤，参照 HJ 613 测定干物质的含量。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

8.1.1 分别量取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00 和 6.00 ml 葡萄糖标准使用液（5.4）于 100 ml 具塞消解玻璃管中，其对应有机碳质量分别为 0.00、2.00、4.00、8.00、16.0 和 24.0 mg。

8.1.2 分别加入 0.1 g 硫酸汞（5.2）和 5.00 ml 重铬酸钾溶液（5.3），摇匀。再缓慢加入 7.5 ml 硫酸（5.1），轻轻摇匀。

8.1.3 开启恒温加热器，设置温度为 135°C 。当温度升至接近 100°C 时，将上述具塞消解玻璃管开塞放入恒温加热器的加热孔中，以仪器温度显示 135°C 时开始计时，加热 30 min。然后关掉恒温加热器开关，取出具塞消解玻璃管水浴冷却至室温。向每个具塞消解玻璃管中缓慢加入约 50 ml 水，继续冷却至室温。再用水定容至 100 ml 刻线，加塞摇匀。

8.1.4 于波长 585 nm 处，用 10 mm 比色皿，以水为参比，分别测量吸光度。

8.1.5 以零浓度校正吸光度为纵坐标，以对应的有机碳质量（mg）为横坐标，绘制校准曲线。

8.2 测定

准确称取适量试样 (7.2), 小心加入到 100 ml 具塞消解玻璃管中, 避免沾壁。按照 8.1.2 加入试剂, 按照 8.1.3 进行消解、冷却、定容。将定容后试液静置 1 h, 取约 80 ml 上清液至离心管中以 2 000 r/min 离心分离 10 min, 再静置至澄清; 或在具塞消解玻璃管内直接静置至澄清。最后取上清液按照 8.1.4 测量吸光度。土壤有机碳含量与试样取样量关系见表 1。

表 1 土壤有机碳含量与试样取样量关系

土壤有机碳含量/%	0.00~4.00	4.00~8.00	8.00~16.0
试样取样量/g	0.400 0~0.500 0	0.200 0~0.250 0	0.100 0~0.125 0

注 1: 当样品有机碳含量超过 16.0% 时, 应增大重铬酸钾溶液的加入量, 重新绘制校准曲线。

注 2: 一般情况下, 试液离心后静置至澄清约需 5 h 或直接静置至澄清约需 8 h。

8.3 空白试验

在具塞消解玻璃管中不加入试样, 按照 8.1.2、8.1.3 和 8.1.4 的步骤进行测定。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

土壤中的有机碳含量 (以干重计, 质量分数, %) 按照式 (1)、式 (2) 进行计算。

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

$$w_{oc} = \frac{(A - A_0 - a)}{b \times m_1 \times 1\,000} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_1 ——试样中干物质的质量, g;

m ——试样取样量, g;

w_{dm} ——土壤的干物质含量 (质量分数), %;

w_{oc} ——土壤样品中有机碳的含量 (以干重计, 质量分数), %;

A ——试样消解液的吸光度;

A_0 ——空白试验的吸光度;

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 < 1.00% 时, 保留到小数点后两位; 当测定结果 \geq 1.00% 时, 保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 家实验室对有机碳含量为 1.80% 的统一样品进行了测定: 实验室内相对标准偏差为 0.6%~4.0%, 实验室间相对标准偏差为 4.1%, 重复性限为 0.12%, 再现性限为 0.24%。

10.2 准确度

6家实验室对有机碳含量为 $(1.80\pm 0.16)\%$ 的有证标准样品进行了测定：相对误差为2.2%~8.3%，相对误差最终值为 $5.6\%\pm 5.2\%$ 。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品应做两个空白试验，两个测定结果的相对偏差应 $\leq 50\%$ 。式(2)中 A_0 为两个空白试验测定的平均值。

11.2 每20个样品应至少测定10%的平行双样，样品数量少于10个时，每批样品应至少测定一个平行双样。当样品的有机碳含量 $\leq 1.00\%$ 时，两个测定结果之差应在 $\pm 0.10\%$ 之内；当样品的有机碳含量 $> 1.00\%$ 时，两个测定结果的相对偏差 $\leq 10.0\%$ 。

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

11.4 校准曲线的相关系数应大于等于0.999。

12 注意事项

12.1 为保证恒温加热器加热温度的均匀性，样品进行消解时，在没有样品的加热孔内放入装有15 ml 硫酸(5.1)的具塞消解玻璃管，避免恒温加热器空槽加热。

12.2 硫酸具有较强的化学腐蚀性，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。样品消解应在通风橱内进行。检测后的废液应妥善处理。

中华人民共和国国家环境保护标准
土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化-分光光度法
HJ 615—2011

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2011年8月第1版 开本 880×1230 1/16

2011年8月第1次印刷 印张 0.75

字数 30千字

统一书号: 135111·173

定价: 12.00元