

TOC-L 和 SSM-5000A 对高碳酸盐土壤样品的 TOC 测定

TOC-015

摘要：本文介绍了使用总有机碳分析仪 TOC-L 和固体进样装置 SSM-5000A 测量高碳酸盐土壤样品中 TOC 的方法。试验结果表明，该方法快速准确，重复性好，适合各种土壤样品 TOC 的测量。

关键词：土壤 总有机碳

土壤中的 TOC 含量是反映土壤农药残留量、污染程度的一个重要指标。此外，通过测定土壤中有机碳含量，估算土壤碳汇能力和固碳潜力，还可以评估土地的生产能力，会对将来区域发展带来切实可行并有实在意义的建议。

土壤和固体样品总有机碳测定方法常见的方法是差减法 ($TOC=TC-IC$) 和 IC 去除法。但是对于 IC 含量较高的土壤用差减法测定时，总碳 (TC) 的测定是个难点。TC 中包含 IC 成分。样品中无机碳 (IC) 成分熔点很高，因此很难将其全部氧化分解。这样就会造成 TC 测定结果偏低，而 TOC 含量结果也会偏低。如果用 IC 去除法测定的话，要先在样品中加入足量酸，并置于烘箱中加热，待 IC 彻底转化为 CO_2 ，并全部去除后，再用仪器

进行 TC 测定，最终得到 TOC 结果。此方法操作繁琐，费时费力。

本文介绍一种简便有效的方法，不需要繁琐的样品前处理，就可以方便准确地测量高盐土壤样品中的 TOC。

以三种方式测定样品：1. TC 测定。得到 C1；2. 将测试 1 测定后的样品再进行无机碳测定，得到 C2；3. 无机碳测定。重新称量样品，测定 IC，得到 C3。测试 1 得到样品中 TOC 含量和一部分 IC 含量的总和；测试 2 测到测试 1 剩下 IC 的含量。从而， $C1+C2=TC$ ；测试 3 得到样品 IC 总量。这样，得到 $TOC=C1+C2-C3$ 。利用改进后的差减法，不需要繁琐的前处理工作，只需要多测一次样，就可以准确得到 TOC 的结果。

材料和方法

1.1 仪器及试剂：

Shimadzu TOC-L_{CPH} 型总有机碳分析仪固体测定装置 SSM-5000A

TC 炉温度：900℃，IC 炉温度：200℃

葡萄糖、碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾、碳酸氢钾、碳酸钙、碳酸镁，均为分析纯

1.2 分析条件

载气：高纯氧气

TOC 主机载气流速：150 mL/min

SSM-5000A 载气流速：500 mL/min

结果与讨论

2.1 标准曲线

将葡萄糖和 Na_2CO_3 作为基准物质，分别测定 TC 和 IC 标准曲线，如下。

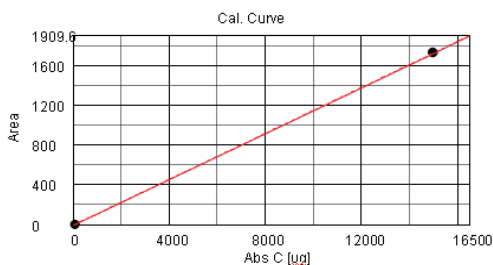


图 1 TC 标准曲线

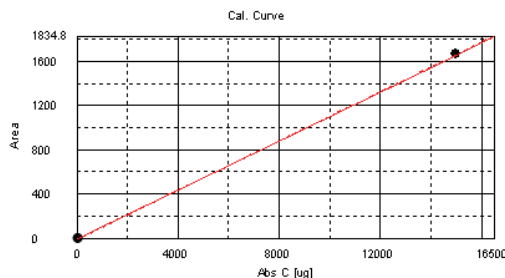


图 2 IC 标准曲线

2.2 碳酸盐样品测量结果

将六种常见碳酸盐或碳酸氢盐按照此方法进行测定，结果如下：

表 1 无机碳样品和土壤样品分析结果

样品	称样量 (mg)	C1 (mg)	C2 (mg)	C3 (mg)	总碳测定值 (C1+C2, mg)	总碳 理论值 (mg)
CaCO_3	102.1	13.28	0.026	13.23	12.31	12.25
MgCO_3	45.3	6.37	0.00	6.32	6.37	6.47
Na_2CO_3	100.1	0.19	11.46	11.60	11.65	11.33
NaHCO_3	86.6	6.43	6.45	12.86	12.88	12.37
K_2CO_3	138.8	0.064	12.66	12.65	12.72	12.07
KHCO_3	106.0	6.70	5.93	12.61	12.63	12.72

以上六种碳酸盐样品中，几乎不含 TOC，所有碳元素都以无机碳 (IC) 形式存在。所以 TC 含量 (C1+C2) 应该与 IC 含量 (C3) 相等。经测量，几种碳酸盐或碳酸氢盐中，TC 与 IC 非常接近，且与理论值一致。可以判断，用此方法可以有效地将 IC 部分全部分解并检测。

2.3 样品测试结果和回收率结果

在上述样品中添加 12.5 无水葡萄糖 (相当于 5.0 gC)，进样测定，结果如下：

表 2 回收率测量结果

样品	TOC C1+C2-C3 (mg)	添加量 (mg)	添加后测 定结果 (mg)	回收率 (%)
CaCO ₃	0.076	5.0	5.14	101.2
MgCO ₃	0.050	5.0	5.02	99.3
Na ₂ CO ₃	0.050	5.0	5.03	99.6
NaHCO ₃	0.020	5.0	5.14	102.4
K ₂ CO ₃	0.074	5.0	5.07	99.9
KHCO ₃	0.020	5.0	5.05	100.6
土壤样品	11.11	5.0	16.13	100.4

结论

本文介绍了利用总有机碳分析仪和固体进样装置测量高无机碳土壤的方法。使用改进后的方法，可以消除传统方法无机碳氧化分解率低的缺点，方便准确地测量高碳酸盐土壤中的总有机碳。