

ICS 13.080.01

CCS B 10

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX-202X

土壤中总碳和有机质的测定 元素分析仪法

Determination of total carbon and organic matter in soil
—Elemental analyzer method

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部农田建设管理司提出。

本文件由农业农村部耕地质量监测保护中心归口。

本文件主要起草单位：农业农村部耕地质量监测保护中心、吉林省土壤肥料总站、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、四川省耕地质量与肥料工作总站、华中农业大学资源与环境学院、辽宁省绿色农业技术中心、苏州市华测检测技术有限公司、谱尼测试集团股份有限公司、中检科（上海）测试技术有限公司、谱尼测试集团江苏有限公司。

本文件主要起草人：郑磊、王秋彬、李荣、汪洪、谭文峰、范丽、李德忠、李寒、明亮、吕航、于卫昕、张丽梅、孔令娥、王超仁、王丽、齐明霞、王慧颖、焦晓辉、陈卫东、宋薇、张英杰、冯琦。

土壤中总碳和有机质的测定 元素分析法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了使用元素分析法测定土壤中总碳和有机质的原理、试剂或材料、仪器设备、样品、试验步骤、结果计算与表示、精密度、检出限与定量限、质量保证和控制以及环境与安全要求。

本文件适用于土壤中总碳和有机质含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

NY/T 52—1987 土壤水分测定法

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤总碳 total carbon in soil

包括土壤中无机碳和有机碳含量，不包括土壤中二氧化碳、甲烷等气体中的碳含量。

3.2

土壤有机质 soil organic matter

泛指以各种形态和状态存在于土壤中的各种含碳有机化合物。

4 原理

土壤样品在高温和富氧环境下灼烧释放出的二氧化碳（ CO_2 ）通过热导池检测器或非色散红外检测器准确测定碳含量，即为土壤总碳含量的方法。酸性土壤的总碳含量乘以1.724即为土壤有机质含量；中性和石灰性土壤先除去无机碳，再测定碳含量即为土壤有机碳含量，有机碳含量乘以1.724为土壤有机质含量。

5 试剂或材料

- 5.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。
- 5.2 校准试剂：已知碳含量的高纯度化学试剂，用于校准仪器。如乙酰苯胺（ $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$ ）或邻苯二甲酸氢钾（ $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ ）或磺胺（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ ）或碳酸钙（ CaCO_3 ）或苯丙氨酸（ $\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_2$ ）等。
- 5.3 还原铜（Cu）。
- 5.4 氧化铜（CuO）。
- 5.5 银丝（Ag）。
- 5.6 三氧化钨（ WO_3 ）。
- 5.7 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 5.8 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=2\text{ mol/L}$]：取 167 mL 盐酸（5.7）缓慢倒入少量水中，稀释至 1 L。
- 5.9 载气：氮气，纯度不低于 99.999%（v：v），或其他合适的气体。
- 5.10 助燃气：氧气，纯度不低于 99.995%（v：v）。

6 仪器设备

- 6.1 元素分析仪：样品燃烧温度可达 900℃以上，必要时带有干燥、除杂等影响因素的处理系统。配备锡舟、陶瓷舟等样品舟。
- 6.2 分析天平：感量为 0.01 mg 或 0.001 mg。
- 6.3 真空冷冻干燥机：捕水能力 $\geq 3\text{ kg/d}$ 。
- 6.4 电热恒温干燥箱：温度可控制在（105 $\pm$ 2）℃。
- 6.5 冷冻设备：冷冻温度 $\leq -18\text{ }^\circ\text{C}$ 。

7 样品

除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物，按照 NY/T 1121.1 的规定将采集的土壤样品在实验室风干、压碎至全部通过 2 mm（10 目）孔径筛，混匀，用四分法从中分取适量土样碾磨至全部通过 0.149 mm（100 目）孔径筛，混合均匀，置于洁净干燥的容器中。样品的制备过程应避免玷污和待测元素的损失。

8 试验步骤

8.1 测试条件

按照仪器使用说明书要求，设置仪器最佳测量条件。每次测定前，应对样品舟进行空白测定，样品舟的空白值应低于方法检出限。

8.2 校准曲线

称取15个不同质量的校准试剂（5.2）制作校准曲线，应覆盖测试样品的碳含量范围。以校准试剂的质量（mg）为横坐标，以其仪器响应值为纵坐标，绘制碳校准曲线，多次曲线拟合的相关系数（ r ） ≥ 0.999 。

8.3 试样测定

8.3.1 总碳的测定

根据仪器进样条件称取不低于 10 mg 的适量土壤试样（精确到 0.01 mg 或 0.001 mg）置于样品舟，上机测定。

8.3.2 有机质的测定

8.3.2.1 酸性土壤（ $\text{pH} < 6.5$ ）试样

按8.3.1执行。

8.3.2.2 中性和石灰性土壤（ $\text{pH} \geq 6.5$ ）试样

a) 试样的处理

向试样中滴加盐酸溶液（5.8）除无机碳，有以下两种方法：

——方法一，对于样品舟无需经包裹可直接进样的仪器，称取适量土壤试样（精确到0.01 mg或0.001 mg）置于样品舟中，向元素分析仪中输入称样质量后，向称取的试样中加入盐酸溶液（5.8）至完全浸润并反应2 min~3 min；

——方法二，对于样品舟需经包裹后进样的仪器，称取 1 g 试样置于称量瓶中，加入 2 mL 去 CO_2 水使试样呈匀浆状，用滴定管向试样中逐滴加入盐酸溶液（5.8），至无细密的 CO_2 气泡产生且无丝丝响声，用pH试纸测定试样的 $\text{pH} < 4$ 后，记录加入盐酸溶液（5.8）的总体积 V （mL）。

b) 试样的干燥

将处理后的试样置于电热恒温干燥箱（6.4）中干燥（60℃~70℃，16 h）。在称量瓶中处理的样品也可采用真空冷冻法干燥（6 h）。

注：真空冷冻法干燥试样前，先将称量瓶覆上保鲜膜，置于冷冻设备（6.5）中冷冻0.5 h将试样冻实。

c) 试样的测定

使用玻璃棒轻按干燥后的试样至粉末状，按8.3.1执行。

8.3.3 水分的测定

按NY/T 52—1987规定（5.1）执行。

9 结果计算与表示

9.1 总碳含量

土壤总碳含量 w_{TC} 按式（1）计算，以干基计：

$$w_{TC} = \frac{C \times 10}{1-f} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_{TC} ——试样总碳的质量分数，单位为克每千克（g/kg）；

C ——仪器测得碳的质量分数，单位为百分含量（%）；

10——由百分含量（%）换算成克每千克（g/kg）；

f ——试样水分含量，单位为百分率（%）。

测定结果保留三位有效数字。

9.2 有机质含量

土壤有机质 $w_{(O.M.)}$ 按式（2）计算，以干基计：

$$w_{(O.M.)} = C \times D \times 1.724 \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_{(O.M.)}$ ——样有机质的质量分数，单位为克每千克（g/kg）。

C ——仪器测得碳的质量分数，单位为百分率（%）。

D ——试样处理过程中引起的碳的质量分数的变化系数，酸性土壤（ $pH < 6.5$ ）为 $\frac{1}{1-f}$ ，其中 f 为试样水分含量（%）；中性和石灰性土壤（ $pH \geq 6.5$ ）经方法一处理的为1；中性和石灰性土壤（ $pH \geq 6.5$ ）经方法二处理的为 $\frac{1}{1-1.1\% \times V}$ ，其中 V 是加入的盐酸溶液体积（mL），1.1%是每加入1 mL盐酸溶液（5.6）引起单位质量中原土样质量减少的比例。

1.724——由有机碳换算成有机质的 Van Bemmelen 因数。

10——由百分率（%）换算成克每千克（g/kg）。

测定结果保留三位有效数字。

10 精密度

总碳测定方法的精密度按表 1 要求执行，有机质测定方法的精密度按表 2 要求执行。

表 1 总碳测定方法的精密度要求

序号	试样中总碳的质量分数	在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值
1	$w_{TC} < 10 \text{ g/kg}$	$\leq 20 \%$
2	$10 \text{ g/kg} < w_{TC} \leq 20 \text{ g/kg}$	$\leq 10 \%$
3	$w_{TC} > 20 \text{ g/kg}$	$\leq 8 \%$

表 2 有机质测定方法的精密度要求

序号	试样中有机质的质量分数	在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值
1	$w_{OM} < 10 \text{ g/kg}$	$\leq 20 \%$
2	$10 \text{ g/kg} < w_{OM} \leq 20 \text{ g/kg}$	$\leq 15 \%$
3	$w_{OM} > 20 \text{ g/kg}$	$\leq 10 \%$

11 检出限和定量限

本方法测定土壤总碳的检出限为 0.3 g/kg ，定量限为 1.2 g/kg ；测定土壤有机质的检出限为 0.6 g/kg ，定量限为 2.4 g/kg 。

12 质量保证和控制

12.1 在样品测试前，应测试至少 3 份校准试剂（5.2），至其中连续 2 份的测试结果与该校准试剂（5.2）中碳的质量分数的理论值的相对偏差在 $\pm 10 \%$ 以内，用该测试值对土壤试样的检测数据进行校正。每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品），按以上步骤重新校正一次。

12.2 每批样品至少做 10 % 的平行样品。数量不足 10 个时，每批样品至少应做 1 个平行样品测定。

12.3 每批样品测定时，应分析至少 1 个土壤有证标准物质，测定值应在认定值范围内。

13 环境与安全要求

13.1 仪器调试过程中，若更换燃烧管、还原管中试剂，或倾倒灰分管，应做一次检漏，检查仪器燃烧系统和载气系统的气密性。

13.2 对于实验过程中使用的氧气等危险工作气体，应注意检查气体钢瓶或发生器没有气体泄漏。

- 13.3 测定完成，应先将炉温降至 100℃以下后，关闭载气和助燃气，并关闭仪器。
-