



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

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，并于发布。

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 2.0×10^4 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（Cr⁶⁺）被还原为三价铬（Cr³⁺），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（Cr³⁺）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（Fe²⁺）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（Fe²⁺）氧化成三价铁离子（Fe³⁺）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和分析纯化学试剂，实验用水为在 25℃ 下电导率 ≤ 0.2 mS/m 的去离子水或蒸馏水。

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

5.2 硫酸汞。

5.3 重铬酸钾溶液： $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.27$ 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： $\rho(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6)=10.00$ 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 $2.2\% \sim 8.3\%$ ，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。
