

利用高频红外碳硫分析仪测定黑土地碳循环中有机碳含量的方法讨论

宣璐, 马辉太, 王斐, 齐全, 黄明

1. 中国地质调查局牡丹江自然资源综合调查中心, 吉林 长春 130000

DOI: 10.61369/SSSD.2025200045

摘 要 : 有机碳的积累是土壤肥力的关键指标之一。目前国内外关于检测土壤样品中有机碳含量的测定没有明确的国家标准方法, 其变化关系到黑土地碳循环等重大问题。高频红外碳硫分析仪操作简单, 能极大的提高样品的检测效率, 但准确度欠缺。本研究利用高频红外碳硫分析仪测定土壤中有机碳的含量, 对测量关键参数进行了优化, 最终设定优化条件。

关 键 词 : 高频红外碳硫分析仪; 黑土地; 有机碳; 碳循环

Discussion on the Method of Measuring Organic Carbon Content in the Carbon Cycle of Black Soil Using High-Frequency Infrared Carbon-Sulfur Analyzer

Xuan Lu, Ma Huitai, Wang Fei, Qi Quan, Huang Ming

1. Natural Resources Comprehensive Survey Center of Mudanjiang, China Geological Survey, Changchun, Jilin 130000

Abstract : The accumulation of organic carbon serves as a key indicator of soil fertility. Currently, there is no established national standard method for determining organic carbon content in soil samples, both domestically and internationally. Variations in this parameter are closely linked to critical issues such as carbon cycling in black soil. While high-frequency infrared carbon-sulfur analyzers offer simple operation and significantly enhance testing efficiency, their accuracy remains suboptimal. This study utilized high-frequency infrared carbon-sulfur analyzers to measure organic carbon content in soil, optimized key measurement parameters, and ultimately established optimized experimental conditions.

Keywords : high-frequency infrared carbon-sulfur analyzer; black soil; organic carbon; carbon cycle

引言

土壤有机碳是指土壤中的有机物质^[1], 对土壤结构的生物物理控制有重要作用^[2]。测定方法分为: 干烧法^[3]和灼烧法^[3], 湿烧法^[4], 容量分析法^[5]。但上述方法步骤繁琐, 不是直接测定有机碳的含量, 存在一定的误差性^[6]。

本研究通过实验, 建立了利用高频红外碳硫分析仪测定土壤有机碳含量的方法。该方法具有快速、操作简单等特点, 为得到快速、准确、可靠的实验结果提供相关的基础参考, 对于研究黑土地碳循环具有重要的意义。

一、实验部分

(一) 仪器与试剂

COREY-205型多相红外碳硫分析仪(四川德阳科瑞仪器设备厂); 电子天平(梅特勒, 托利多, 万分之一); 专用坩埚(四川赛恩思仪器有限公司); SES-B型助熔剂、SES-A型助熔剂

(四川赛恩思仪器有限公司);

(二) 标样

标准物质 GSS-4a 和 GSS-7a

(三) 样品制备

称取一定质量样品于坩埚内, 加入一定比例的酸, 待气泡出现后转移至加热板上, 至反应完全。

基金项目: 东北地质科技创新中心区创基金(QCJJ2023-51)

作者简介: 宣璐(1996-), 女, 研究生, 助理工程师, 主要研究方向: 化学检验, E-mail: 513803251@qq.com;

通讯作者: 黄明(1986-), 男, 本科, 高级工程师, 主要研究方向: 化学检验, E-mail: 82268695@qq.com。

（四）实验流程

分别加入一定质量的助熔剂，使助熔剂与待测样品均匀混合并覆盖待测样品置于仪器进样口开始测试。

二、结果与讨论

称样量的多少对结果有一定的影响^[7]。本文以标样 GSS-4a 和 GSS-7a 为材料，分别称取 0.02、0.03、0.05、0.07、0.08 和 0.09g 样品处理测量后计算 RSD，如图 1。当称样量为 0.07g 时，两种样品的 RSD 最适宜，均小于 5%。称样量过低，检测信号弱，测量误差大。称样量过高，样品燃烧不充分，致使结果不稳定。样品称样量确定为 0.07g。

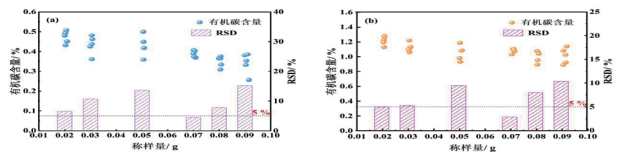


图 1 不同称样量的标准物质 (a)GSS-4a(b)GSS-7a 有机碳含量的测定值比较
Fig1 Comparison of the determination results of organic matter of standard materials (a) GSS-4a and (b) GSS-7a with different weighing samples

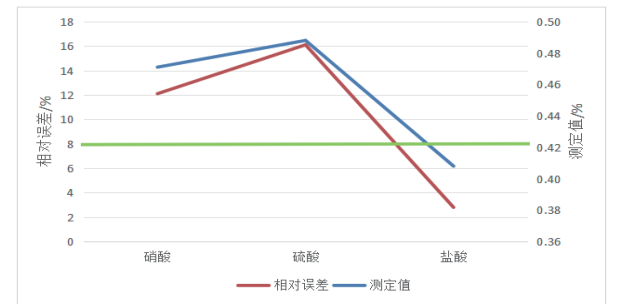


图 2 不同种类酸处理后有机碳含量测定结果
Fig2 Determination results of organic carbon with different types of acids pretreatment methods

在实验过程中，需要用酸去除样品中的无机碳后在测量。能够去除无机碳的酸有硝酸、硫酸和盐酸。本文以 GSS-4a 为材料，分别加入硝酸（1+8）、硫酸（1+4）和盐酸（1+7）1mL 进行处理，其测试结果如图 2 所示。硝酸和硫酸的测定值同标准值比较偏高，其相对误差超出相对误差允许限；而盐酸的测定值同标准值比较最相符，可能是由于硝酸具有氧化性，而硫酸处理样品时，易产生硫酸钙覆在样品表面，无机碳不能完全去除；本实验采用盐酸处理样品。

盐酸用量影响样品中无机碳的去除是否完全。盐酸用量过低，样品中无机碳分解不完全，使测定值偏高。盐酸用量过高，对于无机碳含量较大的样品，反应剧烈，发生喷溅，使测定值偏低。本文以 GSS-4a 为研究对象，分别加入盐酸 0.3、0.5、0.7、1.0 和 1.5mL。其测量值分别为：0.524%，0.502%，0.471%，0.32% 和 0.35%，当盐酸用量体积在 1.0–1.6ml 之间时，测定值趋于稳定，接近参考值。考虑成本问题，实验选用 1mL 盐酸去除无机碳。

加入一定量的助熔剂，是为了降低样品的熔点，使样品更容易达到熔融状态。助熔剂的用量是影响结果的因素之一。若每次添加助熔剂的质量不统一，熔样效果不一致，则会导致累计误差^[7,8]。

表 2 不同助熔剂加入量的标准物质 (GSS-4a) 有机碳的测定结果比较
Table 2 Comparison of the determination results of organic carbon of standard materials (GSS-4a) with different flux additions

分析项目	纯铁添加量 /g			钨粒添加量 /g		
	0.20	0.40	0.60	1.40	1.80	2.30
有机碳含量 /%	0.43	0.43	0.44	0.36	0.43	0.44
	0.39	0.47	0.44	0.43	0.47	0.44
	0.44	0.40	0.44	0.39	0.40	0.49
	0.43	0.40	0.46	0.43	0.40	0.44
	0.40	0.47	0.44	0.41	0.47	0.52
平均值 /%	0.42	0.43	0.44	0.40	0.43	0.46
认定值 /%	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42
RSD /%	5.2	8.1	2.0	7.3	8.1	8.0

本文以 GSS-4a 为研究对象，对铁粉和钨粒的用量进行正交实验，在钨粒添加量为 1.80g 时，铁粉添加量分别为 0.20、0.40 和 0.60g；在铁粉添加量 0.4g 时，钨粒的添加量分别 1.40、1.80 和 2.30g；助熔剂添加量较少时，试样不能完全燃烧，相对偏差较大。助熔剂用量过大，与样品的接触面积过大，燃烧后产生的二氧化碳不能及时逸出，影响实验测试结果。当纯铁添加量为 0.6g，钨粒添加量为 1.8g 时，测定结果准确稳定并且其测定值位于认定值的允许偏差范围内。

三、结论

针对利用高频红外碳硫分析仪测定样品中的常见问题，通过实验测试提出了优化解决方法。为得到快速、准确、可靠的实验结果提供相关的基础参考。该方法稳定性好、结果准确度高、精密性好，同时该仪器操作便捷、快速，大大的提高了工作效率，能够满足普查样品中有机碳的分析测定要求。该实验对于研究黑土地碳循环、预测黑土地土壤质量空间分布、评估黑土地土壤质量具有重要的意义。

参考文献

[1]SCHNITZER M. A Lifetime Perspective on the Chemistry of Soil Organic Matter [J]. Advances in Agronomy, 1999, 68: 1–30.
[2]ZHAO L, WU Z, SUN R. An overview of research on classification and determination of soil organic carbon [J]. Tropical Agricultural Engineering, 2021, 45: 154–161.
[3]QIU L, HUANG G, SHUAI Q. Reconstruction of the conversion relationship between organic matter and total organic carbon in calcination Method and its application in shale analysis [J]. Rock and mineral analysis, 2015, 34(2): 218–223.
[4]TANG W, MENG F, ZHANG Y. Method comparison for determining soil organic Carbon [J]. Soils, 2018, 50(3): 552–557.
[5]WANG M. Discussion on the determination of organic carbon content in soil by potassium dichromate oxidation–external heating method [J]. Xinjiang Youse Jinshu, 2019, 6, 98–99.
[6]VITTI C, STELLACCI A, Leogrande R. Assessment of organic carbon in soils: A comparison between the Springer–Klee wet digestion and the dry combustion methods in Mediterranean soils (Southern Italy) [J]. Catena, 2016, 137: 113–119.
[7]XIAO F, ZHAO H, GAO X, MAO X, SUN Q. Determination of fixed carbon in floatation process samples from typical flake graphite mine area in Heilongjiang Province by high frequency combustion infrared absorption method [J]. Metallurgical Analysis, 2020: 40:7.
[8]GONG C, FU G, HUANG Y. Determination of carbon and sulfur in drilling core samples by high frequency combustion–infrared carbon and sulfur analyzer [J]. Gold, 2016, 37: 77–80.