

# 元素分析仪对总有机碳的定量方法

►李巧连

(分析测试中心元素分析组 Tel: 010-62554625 Email: liqiaolian@iccas.ac.cn)

元素分析法是一种应用广泛的元素定量分析方法，自二十世纪六十年代问世以来，已逐渐发展成为元素分析的关键技术手段，该技术能够对碳、氢、氮、硫、氧五种元素实现高精度定量分析，广泛应用于化学、化工、材料、医药、石油、地质、农业、食品、环保等众多领域<sup>[1]</sup>。

元素分析仪对碳元素定量分析的原理为：准确称量的样品用锡杯包裹后，在反应管中高温充氧条件下发生瞬时燃烧，温度达1800°C，在氧化剂的催化氧化作用下，样品中的碳元素全部被转化为二氧化碳气体，随后气体进入热导检测器进行检测，最后由计算机进行数据处理得到碳元素的准确含量。此方法得到的碳元素含量为总碳含量 (Total Carbon)，并不能直接得到其中总有机碳 (Total organic carbon, TOC) 的含量。

本文采用银杯法对样品进行前处理<sup>[2]</sup>，将其中无机碳 (Inorganic carbon, IC) 去除后用元素分析仪进行分析，从而得到总有机碳的含量。

## 一、实验方法

### 1、实验试剂与仪器

土壤TOC/TC标准物质B-2176、B-2188 (英国Elemental Microanalysis)。

盐酸 (BVIII级, 北京化学试剂研究所有限责任公司)

电子天平 (感量0.001 mg, 瑞士Mettler Toledo XP6 )

元素分析仪 (Thermo Scientific Flashsmart)

### 2、样品前处理方法

银杯法：采用差重法精确称取 4.000 ~20.000 mg 土壤样品于银杯 (4 mm×6 mm) 中，缓慢滴加 30 μL 浓盐酸 (质量分数 36~38%)，静置 12 h，再置于 70 °C 烘箱中烘干，用锡杯包裹样品 (图 1)，利用元素分析仪测定其中总碳及有机碳含量。

$$TC = TOC + IC$$

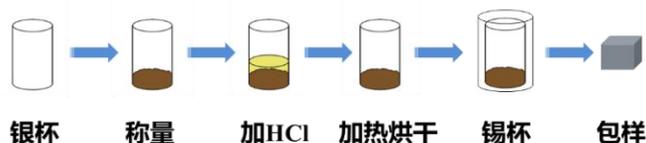


图1、元素分析仪测试有机碳前处理及包样示意图



图2、元素分析仪测试有机碳前处理加酸过程  
左：银杯称量样品，中：加盐酸（30  $\mu\text{L}$ ），右：60 $^{\circ}\text{C}$ 烘干

在样品中加入盐酸后，盐酸可与其中的无机碳发生反应生成二氧化碳气体溢出，为了避免样品中挥发性有机碳（Volatile Organic Carbon, VOC）损失，烘干时温度不宜过高。

### 3、绘制标准曲线及测试未知样品

本文以土壤TOC/TC标准物质B-2176作为标准样品，以土壤TOC/TC标准物质B-2188作为未知待测样品，验证经前处理后有机碳含量测试结果的准确性（见表1）。为了确保测试的准确性，每个样品至少测试2次（见表2）。

表1、标准物质的元素含量

样品编号	C含量(%)	TOC含量(%)	TIC含量(%)
B-2176 (Soil Standard-Peaty)	15.52	15.22	0.30
B-2188 (Soil Standard-Chalky)	3.98	3.15	0.83

仪器根据标准物质B-2176中碳元素的绝对含量及其对应色谱峰的积分面积自动绘制碳元素的标准曲线，采用K因子法校正标准曲线。通过待测样品B-2188的碳元素色谱峰积分面积与碳元素标准曲线可以计算出待测样品中碳元素的准确含量。直接测试得到的结果为样品中总碳含量，样品经过酸化前处理后测试得到的结果为样品中有机碳含量。

表2、标准物质及待测样品的样品量

样品编号	样品量(mg)
B-2176-1	5.447
B-2176-2	4.361
B-2176-3	7.251
B-2188-1	16.180
B-2188-2	16.231
B-2188-3 (+HCl)	15.792
B-2188-4 (+HCl)	16.914
B-2188-5 (+HCl)	15.163

## 二、结果与结论

本次选用的土壤标准物质B-2188总碳及总有机碳理论含量分别为3.98 %、3.15 %。直接测试总碳含量及经过酸化前处理后测试总有机碳含量结果见表3。从表中可见两次总碳含量的平均值为3.90 %，三次总有机碳含量的平均值为3.19 %，与理论值之间误差分别为0.08 %、0.04 %，误差非常小，说明采用银杯法酸化前处理后测试样品中的总有机碳含量准确性很好，该前处理方法简单，样品用量少，测试速度快，重现性好，是一种简单便捷的总有机碳测试方法。

表3、B-2188总碳及总有机碳测试结果

样品编号	C含量 (%)	TC/TOC
B-2188-1	3.94	TC
B-2188-2	3.87	TC
B-2188-3 (+HCl)	3.20	TOC
B-2188-4 (+HCl)	3.19	TOC
B-2188-5 (+HCl)	3.17	TOC

### 参考文献:

1. 王约伯，高敏，《有机元素微量定量分析》，2013，化学工业出版社。
2. 闵秀云等，基于元素分析仪测定土壤有机碳的不同前处理方法对比研究，*盐湖研究*，2020，28，4。