

ICS 01.040.65

CCS B 04

TB

团体标准

T/ NAIA XXX—XXXX

植物全碳含量的测定

Method for determination of plant total carbon

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 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》的规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：杨春霞、张艳、马岳、张小飞。

本文件为首次发布。

植物全碳含量的测定

1 范围

本文件规定了植物全碳含量的测定。
本文件适用于植物中全碳含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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

NY/T 304 有机肥料有机物总量的测定

NY/T 1121.3 土壤检测 第6部分：土壤有机质的测定

3 术语和定义

本文件没有界定的术语和定义。

4 原理

植物样品中的有机碳在较高温度下，用过量重铬酸钾-硫酸溶液将有机碳氧化为二氧化碳，重铬酸离子被还原为三价铬离子。过量的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定，由有机碳氧化前后重铬酸钾量的变化计算有机碳的量，即为植物全碳含量。

5 试剂

5.1 重铬酸钾：基准试剂。

5.2 重铬酸钾：分析纯。

5.3 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ：分析纯。

5.4 浓硫酸：分析纯。

5.5 0.2 mol/L 重铬酸钾标准溶液：准确称取 130 °C 烘 2 h-3 h 的重铬酸钾 9.809 g 与 2000 mL 大烧杯中，加入少量溶解，然后定量转移至 1000 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀，与棕色试剂瓶中保存。

5.6 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液：称取重铬酸钾 40.00 g 于 2000 mL 大烧杯中，加入 600 mL-800 mL 去离子水充分溶解，然后缓缓加入浓硫酸，边加边搅拌，避免溶液温度剧烈升高，每加约 100 mL 后停留片刻再加，并采用冷却水进行冷却，直至加完。此溶液浓度为 c

$(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.4 \text{ mol/L}$ 。

- 5.7 0.2 mol/L 硫酸亚铁标准溶液：称取 56.00 g 硫酸亚铁溶解于 600 mL 水中，加入 20 mL 浓硫酸搅拌均匀，定量转移至 1000 容量瓶中，定容至刻度，使用前标定其浓度。
- 5.8 硫酸亚铁标准溶液标定：吸取 0.2 mol/L 重铬酸钾标准溶液 10.00 mL 放入 150 mL 三角瓶中，加入浓硫酸 3.00 mL~5.00 mL，2 滴邻菲罗啉指示剂，以 0.2 mol/L 硫酸亚铁溶液滴定，根据硫酸亚铁溶液消耗体积计算出硫酸亚铁溶液的浓度。
- 5.9 邻菲罗啉指示剂：称取邻菲罗啉 1.49 g 溶于含有 0.70 g FeSO₄·7H₂O 的 100 mL 水溶液中，待完全溶解后于棕色瓶中保存，以防变质。

6 仪器和设备

- 6.1 消解仪，或电炉（1000 W，附调压变压器）。
- 6.2 数显滴定仪，量程 0-25 ml、0-50 mL；或 25 mL 酸式滴定管。
- 6.3 高速粉碎机。
- 6.4 分析天平：感量 0.01 g 和 0.01 mg。
- 6.5 硬质试管（20 mm × 25 mL）。
- 6.6 150mL 三角瓶。

7 试样的制备

植物样品于 55 °C 下烘干，用高速粉碎机粉碎，采用四分法，混合均匀后缩分，置于样品袋中待用。

8 分析步骤

称取 20.00 mg ~ 30.00 mg（精确到 0.01 mg）绝干植物样品于 25 mL 硬质试管内，准确加入 10 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液，加盖小漏斗浸泡 24 - 48 h，样液置于消煮炉内，于 245 °C 下煮沸 5 min。样品液冷却至室温后定量转移至 150 mL 三角瓶中，三角瓶液体总体积控制在 50 mL ~ 60 mL。加入 2 滴邻菲罗啉指示剂，用 0.2 mol/L 硫酸亚铁标准溶液滴定，滴定过程颜色由橙黄-蓝绿-棕红，终点时记录滴定体积。为了保证植物全碳氧化完全，如样品测定时滴定所用 FeSO₄ 标准溶液体积小于空白标定时所耗 FeSO₄ 体积的 1/3 时，需减少称样量。植物样品全碳含量很高，一般在 40% 左右，称样量较少，称样时一定要保证样品的均匀性。

9 空白试验

在硬质试管内加入 20.00 mg ~ 30.00 mg 二氧化硅，加入 10 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液，加盖小漏斗，按上述步骤进行操作测定，记录滴定体积。

10 结果计算

$$X = \frac{(V_0 - V) \times C \times 0.003}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X—植物中全碳含量（以干基计），%；

V_0 —空白标定所消耗硫酸亚铁标准溶液体积, mL;

V —试样测定所消耗硫酸亚铁标准溶液体积, mL;

C —硫酸亚铁标准溶液浓度, mol/L;

M —称取烘干试样的质量, g;

0.003—1/4 碳原子的毫摩尔质量, g;

平行测定结果用算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。

11 精密度

植物全碳含量分析结果允许偏差

测定值范围/%	相对偏差/% 绝对相差/%
>40	<2
30-40	<3