

沉积物中有机碳含量的测定 可见-近红外 光谱法

Analysis of the concentrations of total organic carbon in sediments—Visible and near
infrared spectroscopy

2024 - 04 - 11 发布

2024 - 05 - 11 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 测定原理 1

5 光谱测量仪器 1

6 测定步骤 2

 6.1 样品制备 2

 6.2 基线校准 2

 6.3 标线制作 2

 6.4 光谱测量和结果分析 2

7 准确性和精密度 2

 7.1 准确性 2

 7.2 精密度 2

附录 A（规范性） 沉积物样品的可见-近红外漫反射光谱原始数据记录表 3

附录 B（规范性） 沉积物中有机碳含量的原始数据记录表 4

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。

本文件由山东省海洋局提出并组织实施。

本文件由山东省海洋标准化技术委员会归口。

沉积物中有机碳含量的测定 可见-近红外光谱法

1 范围

本文件描述了采用可见-近红外光谱法测定沉积物中有机碳含量的方法。
本文件适用于沉积物中有机碳含量的测定。

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 17378.5—2007 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析
GB/T 32198—2015 红外光谱定量分析技术通则
GB/T 37969 近红外光谱定性分析通则

3 术语和定义

GB/T 32198—2015、GB/T 37969界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可见-近红外反射光谱 **visible and near infrared reflectance spectrum**

利用波长为350 nm~2 500 nm的光束，照射粉末样品表面，进入样品内部，被样品中介质吸收、反射、折射、散射后，再次折返到样品表面并穿出的光束。

3.2

标准白板 **standard white surface**

绝对反射率在98%以上的白色平面。

注：标准白板是利用氧化镁、硫酸钡等具有化学惰性的白色物质，烧结、喷涂形成的，具有一定的厚度、较强的硬度和稳定性，一般厚3 mm~2 cm，最大承压可达0.5 kg/cm²，50 ℃以下能够不变质变形、保持形态稳定。

4 测定原理

利用漫反射定律，建立可见-近红外光谱特征谱强度与沉积物中有机碳含量的关系模型，反演沉积物中有机碳的含量。

5 光谱测量仪器

按照GB/T 32198—2015中5.2的规定，选择专用光谱仪或具有采集漫反射光谱功能的分光光度计等设备，仪器满足以下条件：

- 测量波段为 350 nm~2 500 nm；
- 光谱参数中，近红外波长重复性小于等于 0.02 nm，近红外波长准确性小于等于 0.4 nm，波长分辨率小于等于 3 nm；

——信噪比大于等于 30 000，近红外杂散光小于等于 0.000 2%。

6 测定步骤

6.1 样品制备

6.1.1 按照 GB 17378.5—2007 中有关沉积物样品的制备方法，研磨粉碎后过 80 目（180 μm ）金属筛，形成前处理样品。

6.1.2 将 2 g 前处理样品置入黑暗、半密封的圆柱形（直径 16 mm，深度 4 mm）样品池中，通过挤压，形成表面平整的制备样品。

6.2 基线校准

光谱仪预热半小时后，启动光谱仪软件，测定标准白板的可见-近红外反射光谱，进行基线校准。当标准白板的可见-近红外反射光谱是直线，且数值稳定等于100%，则视为完成基线校准，可进行后续操作。

6.3 标线制作

6.3.1 在待测样品所在区域的典型位点，按 6.1.1 采集不少于 50 个沉积物并形成前处理样品，按照 GB 17378.5—2007 中有关沉积物中有机碳检测方法，测定这些样品的有机碳含量，作为训练样品。

6.3.2 按照 GB/T 32198—2015 和 GB/T 37969 中有关光谱建模的流程，采集训练样品的可见-近红外反射光谱，经光谱预处理、特征光谱提取、建模等步骤，建立沉积物中有机碳含量的光谱模型。

6.4 光谱测量和结果分析

按照GB/T 32198和GB/T 37969中有关光谱测量和分析流程，进行如下操作：

- a) 把待测样品按 6.1.1 进行前处理后，按 6.1.2 形成制备样品并采集可见-近红外反射光谱，然后回收制备样品，重复制备样品及其光谱采集过程，重复采集待测样品的可见-近红外反射光谱 3 次~5 次（800 nm 处的反射光谱标准偏差小于等于 1），按照附录 A 要求记录漫反射光谱原始数据；
- b) 调用标线，把待测样品的可见-近红外漫反射光谱，转换成待测样品的有机碳含量，按照附录 B 要求记录保存有机碳含量的原始数据。

7 准确性和精密度

7.1 准确性

7.1.1 与 GB 17378.5—2007 中 18.2 的沉积物中有机碳的测量结果相比，本文件测定的有机碳含量相对误差小于 5%。

7.1.2 沉积物中有机碳含量的结果表示为平均值 $\pm$ 标准偏差的形式。

7.2 精密度

随机选择待测样品，按照6.2~6.4进行不少于5次的操作，比较多次操作的沉积物中有机碳含量的测定结果，相对标准偏差不大于6%。

附 录 A
(规范性)

沉积物样品的可见-近红外漫反射光谱原始数据记录表

沉积物样品的可见-近红外漫反射光谱原始数据使用表A. 1进行记录。

表A. 1 沉积物样品的可见-近红外漫反射光谱原始数据记录表

样品编号：		分析日期：		光谱仪型号：		环境温度：		环境湿度：	
波长（nm）	R1（%）	R2（%）	R3（%）	R4（%）	R5（%）				
350									
351									
352									
353									
354									
355									
356									
357									
358									
359									
360									
361									
362									
363									
364									
365									
366									
367									
.....									
2498									
2499									
2500									

附 录 B
(规范性)

沉积物中有机碳含量的原始数据记录表

沉积物中有机碳含量的原始数据使用表B. 1进行记录。

表B. 1 沉积物中有机碳含量原始数据记录表

样品编号： 分析日期： 光谱仪型号： 环境温度： 环境湿度：				
样品编号	重复	有机碳含量 (%)	平均有机碳含量 (%)	
			平均值	标准偏差
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			