



中华人民共和国国家标准

GB/T 19145—2022

代替 GB/T 19145—2003

沉积岩中总有机碳测定

Determination for total organic carbon in sedimentary rock

2022-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	1
7 分析步骤	2
8 精密度	3

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。

本文件代替 GB/T 19145—2003《沉积岩中总有机碳的测定》，与 GB/T 19145—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了部分仪器和设备(见 2003 年版的第 5 章)；
- b) 增加了试剂和质量要求(见 5.1、5.2、5.6、5.10、5.15)；
- c) 增加了碎样的粒径范围(见 7.2.1)；
- d) 更改了洗样步骤(见 7.2.4, 2003 年版 5.4)；
- e) 增加了仪器标定的过程(见 7.3.2)；
- f) 增加了助熔剂的称量范围(见 7.3.2、7.3.4、7.3.5)；
- g) 更改了测定精密度(见第 8 章, 2003 年版的第 6 章)；
- h) 删除了环保要求(见 2003 年版的第 7 章)。

本文件由全国石油天然气标准化技术委员会(SAC/TC 355)提出并归口。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司勘探开发研究院、中国石油天然气股份有限公司勘探开发研究院、中国石油天然气股份有限公司辽河油田分公司、中海油能源发展股份有限公司工程技术分公司、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院、中国石油化工股份有限公司勘探分公司、中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司、中国石油天然气股份有限公司新疆油田分公司、中国石油化工股份有限公司华东油气分公司。

本文件主要起草人：杜敏、王丽、白静芳、吴拓、李美球、国建英、李洋冰、葛颖、徐大庆、高秀伟、马玉东、谭雅倩、李志生、张耀祖、周华、储亦睿、邓晓航。

本文件于 2003 年首次发布，本次为第一次修订。

沉积岩中总有机碳测定

1 范围

本文件规定了沉积岩中总有机碳的分析步骤和质量要求。
本文件适用于沉积岩和现代沉积物中总有机碳的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

用盐酸去除样品中的无机碳后,在高温氧气流中燃烧,使总有机碳转化成二氧化碳,经红外检测器检测并给出总有机碳的含量。

5 试剂和材料

- 5.1 盐酸:分析纯。
- 5.2 蒸馏水。
- 5.3 高氯酸镁:分析纯。
- 5.4 碱石棉。
- 5.5 玻璃纤维。
- 5.6 石英玻璃纤维。
- 5.7 脱硫专用棉。
- 5.8 铂硅胶。
- 5.9 铁屑助熔剂: $w(C) < 0.002\%$, $w(S) < 0.002\%$ 。
- 5.10 钨粒助熔剂: $w(C) < 0.001\%$, $w(S) < 0.001\%$,粒径 0.35 mm~0.83 mm。
- 5.11 标样:各种碳含量的国家标准物质。
- 5.12 瓷坩埚:碳硫分析专用。
- 5.13 氧气:纯度不小于 99.9%。
- 5.14 动力气:压缩空气或氮气。
- 5.15 pH 试纸。

6 仪器和设备

- 6.1 碳硫测定仪或碳测定仪。

- 6.2 天平:感量 0.000 1 g。
- 6.3 马弗炉:最高使用温度不低于 1 000 ℃。
- 6.4 恒温电热板或水浴锅。
- 6.5 烘箱。

7 分析步骤

7.1 瓷坩埚预处理

瓷坩埚使用前应置于马弗炉中,在 900 ℃~1 000 ℃灼烧 2 h,冷却后放置于干燥器中保存。

7.2 样品预处理

7.2.1 碎样

将样品粉碎至粒径为 0.075 mm~0.18 mm,碎好的样品质量不应少于 4 g。

7.2.2 称样

称取 0.01 g~1.00 g 试样,称样精确至 0.000 1 g。

7.2.3 溶样

将试样盛放于瓷坩埚中,加入盐酸与蒸馏水按 1:7(体积比)配制的盐酸溶液,在水浴锅或电热板上加热,温度控制在 60 ℃~80 ℃,加热反应 2 h 以上,至反应完全为止。加热过程中试样不应溅出。

7.2.4 洗样

将溶样后的试样用蒸馏水洗至中性。

7.2.5 烘样

将盛有试样的瓷坩埚放入 60 ℃~80 ℃的烘箱内,烘干待测。

7.3 样品测试

7.3.1 检查 5.3~5.8 吸收剂符合分析要求,接通氧气及动力气,仪器开机稳定后,检查无漏气。

7.3.2 称取标样 0.01 g~1.00 g,放入经过预处理的空白瓷坩埚中,加入钨粒助熔剂 0.8 g~1.5 g,在仪器上输入称取的标样质量,上机测试标样的碳含量值,连续测试不少于三次,测试的碳含量标准偏差应满足标样证书中的标准偏差的要求,若不满足则检查仪器,重复 7.3.1、7.3.2。

7.3.3 根据已测标样的碳含量测试值,采用单点线性法或多点线性法校准仪器,将标样的测试值校准到标样证书上的标准值。

7.3.4 在酸处理后的瓷坩埚中加入铁屑助熔剂 0.6 g~1 g、钨粒助熔剂 0.8 g~1.5 g,在仪器上输入空白质量 1 g,将瓷坩埚放入仪器中测定系统的空白碳含量值。空白碳含量(测试值)不应大于 0.01%。若空白测试值大于 0.01%,应检查铁屑助熔剂、钨粒助熔剂、瓷坩埚的碳含量,检查氧气纯度,重复上述步骤。

7.3.5 将完成预处理后试样称量后放入瓷坩埚中,在其中加入铁屑助熔剂 0.6 g~1 g、钨粒助熔剂 0.8 g~1.5 g,在仪器上输入试样质量,将瓷坩埚放入仪器中测定。样品总有机碳含量按式(1)计算:

$$Q_{\text{TOC}} = \frac{I}{m} \times \frac{Q_s \cdot m_s}{I_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

Q_{TOC} ——样品总有机碳含量；

I ——样品的积分值，单位为平方毫米(mm^2)；

m ——样品的质量，单位为克(g)；

Q_s ——标样总有机碳含量的证书值，%；

m_s ——标样的质量，单位为克(g)；

I_s ——标样的积分值，单位为平方毫米(mm^2)。

7.3.6 每测定 20 个试样至少插入一个标样。如果标样的测试值超出不确定度要求，则应从 7.3.2 重新进行，插入标样前的 20 个样品测试值不可用。

7.3.7 每批样品中，应对不低于 10% 的样品进行重复性测试。

8 精密度

总有机碳(TOC)值的重复性限 r 和再现性限 R 应满足表 1 要求。

表 1 总有机碳(TOC)值的重复性限 r 和再现性限 R

TOC 测定值 Q_{TOC}	重复性限 $r/\%$	再现性限 $R/\%$
$Q_{\text{TOC}} \leq 0.10$	0.05	0.06
$0.10 < Q_{\text{TOC}} \leq 0.50$	0.07	0.11
$0.50 < Q_{\text{TOC}} \leq 1.00$	0.09	0.17
$1.00 < Q_{\text{TOC}} \leq 2.00$	0.13	0.29
$2.00 < Q_{\text{TOC}} \leq 3.00$	0.17	0.41
$3.00 < Q_{\text{TOC}} \leq 5.00$	0.24	0.64
$5.00 < Q_{\text{TOC}} \leq 10.00$	0.43	1.24
$Q_{\text{TOC}} > 10.00$	$r = 0.038 \ 4 \ Q_{\text{TOC}} + 0.05$	$R = 0.118 \ 6 \ Q_{\text{TOC}} + 0.05$