

土壤碳酸盐测定法

Method for determination of soil carbonate

1 主题内容与适用范围

本标准对土壤碳酸盐测定的原理、低度、设备、试剂、样品的制备及测定步骤做了说明和规定。本标准适用于测定除碳酸镁土以外的各类土壤的碳酸盐含量。

2 测定原理

土壤样品与盐酸反应产生二氧化碳气体，由其体积换算为碳酸钙的质量即为土壤所含碳酸盐相当于碳酸钙的质量。

3 仪器、设备

3.1 土壤筛：孔径 2 mm、0.2 mm。

3.2 分析天平：感量为 0.001 g。

3.3 气量计：100 mL 管，内径 20 mm，长 318 mm，刻度精度为 0.5 mL，装置见示意图。

4 试剂

4.1 碳酸钙（HG 3—1066）；

4.2 1 : 3 (V/V) 盐酸溶液（GB 622）；

4.3 0.1% (W/V) 甲基红指示剂：95%乙醇溶液；

4.4 气量计用水：1 000 mL 蒸馏水加盐酸溶液（4.2）40 mL，加 1 mL 甲基红指示剂（4.3）。

5 样品的选取和制备

选取有代表性的风干土壤样品，挑除石块等杂质，粉碎通过 2 mm 孔径筛，从中均匀取出约 20 g，再粉碎全部通过 0.2 mm 孔径筛，装入磨口瓶中备用。

根据土壤中碳酸盐含量确定测定样品称量数量，具体判断方法是：在 50 mL 小烧杯中放入 25 mL 盐酸溶液（4.2），用称量勺加入少许土样于盐酸中，观察反应起泡程度，如起泡剧烈伴有丝丝响声，碳酸盐含量在 10% 以上，称样量为 1~2 g，精确到 0.001 g；如看不出起泡现象，当靠近耳边时只能听到微弱的丝声，碳酸盐含量在 1% 以下，称样量加大到 5~10 g，精确到 0.001 g；若起泡程度居中，称样量则为 2~5 g，精确到 0.001 g。

称取 0.300 g 无水碳酸钙，精确到 0.001 g，作标准物。

6 测定步骤

将称取的样品放在反应瓶中，用蒸馏水使样品湿润，把装有 10 mL 盐酸溶液（4.2）的平底指形管放入反应瓶中，注意不使盐酸倾出与样品接触。

打开气量管上端三通旋塞使其三向连通，从侧管上部注水（4.4）到气量管中，当其水面升至刻度零位以上时停止注水，待管中过量的水外溢至水面稳定在零位再将导气胶管与反应瓶连接，并塞紧皮塞。转动三通旋塞仅使气量管上方与导气胶管相连。用手持反应瓶颈部的夹子手柄，慢慢倾斜反应瓶，使瓶中指形管中盐酸少量流出与样品接触，以防止反应过猛，同时观察气量管中水面变化，当水面开始由零点下降时，再使指形瓶中全部盐酸与样品混合，并充分摇动，同时打开气量管下方二通塞慢慢排水。当管中水面下降速度小于 0.5 mL/min 时，停止摇动，待测管中水面降至与气量管中水面在同一水平面时停止排水，立即读取刻度数，精确到 0.5 mL。

用单管气量计每连续测定 5 个土样加测 1 个碳酸钙标准物，用多位气量计时，因土样与标准物同时成批进行测定，各样品测定间隔时间较短，可每 10~20 个土样伴随 1 个碳酸钙标准物作参比。其测定操作与土样相同。

7 结果计算

7.1 土壤中碳酸盐含量用碳酸钙质量百分数（风干基）表示，按下式计算：

$$\text{CaCO}_3\% = \frac{m_r \times V_s}{V_r \times m_s} \times 100$$

式中： m_r ——称取碳酸钙标准物质量，g；

m_s ——称取土样质量，g；

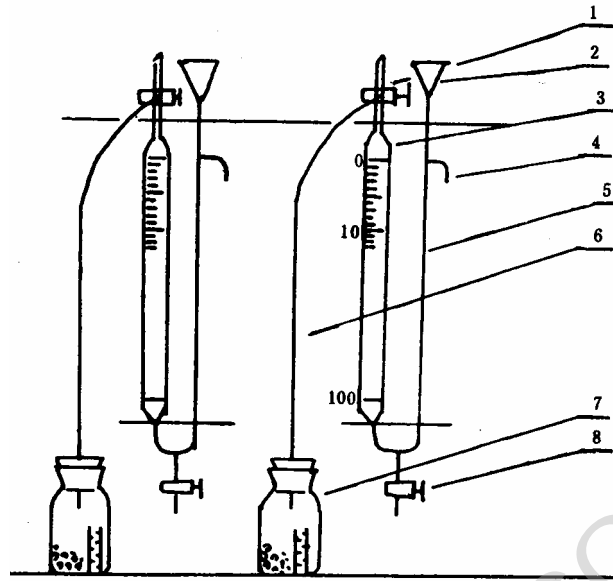
V_r ——碳酸钙标准物气体体积读数，mL；

V_s ——土样气体体积读数，mL。

7.2 结果用平行测定的算术平均值表示，保留小数点后 1 位。

7.3 平行测定结果的相差：

碳酸盐含量 (%)	允许相差 (%)
<3	绝对相差 <0.2
3~7	绝对相差 <0.3
7~15	绝对相差 <0.5
>15	绝对相差 <0.7



气量计装置示意图

1—三通旋塞；2—注水口漏斗；3—气量管；4—侧管溢水口；
5—侧管；6—导气皮管；7—反应瓶；8—排水二道旋塞

附加说明：

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由中国农业科学院土壤肥料研究所负责起草。

本标准主要起草人朱海舟、王秀芝、邹士平。