

F-HZ-DZ-TR-0045

土壤—石膏的测定—容量法

1 范围

本方法适用于土壤石膏的测定。

2 原理

土样先用乙醇溶液洗除可溶性硫酸盐，再用盐酸浸提使土样中石膏全部溶解浸出。浸出液经沉淀铁、铝后，再加入过量氯化钡溶液沉淀硫酸根，过量的钡用 EDTA 标准溶液滴定，计算石膏含量。

3 试剂

3.1 乙醇溶液：量取 737mL 乙醇（950mL/L），用水稀释至 1000mL。

3.2 盐酸溶液：1mol/L，量取 83mL 盐酸（ ρ 1.19g/mL），加水稀释至 1000mL。

3.3 氢氧化铵溶液，1+1。

3.4 碳酸铵溶液：称取 200g 碳酸铵，溶于 1000mL 水中。

3.5 缓冲溶液：pH 10，称取 33.75g 氯化铵，溶于 150mL 水中，加入 285mL 氢氧化铵，用水稀释至 500mL。

3.6 钡、镁混合溶液：称取 3.66g 氯化钡（BaCl₂）和 1.02g 氯化镁（MgCl₂·6H₂O），溶于水，再用水稀释至 1000mL。

3.7 混合指示剂：称取 0.5g 酸性铬蓝 K 和 1g 萘酚绿 B，与 100g 于 105℃烘过的氯化钠在研钵中磨细混匀。

3.8 EDTA 标准溶液：0.0100mol/L，称取已在 80℃烘干 2h 的乙二胺四乙酸二钠 3.7225g（EDTA，Na₂H₂C₁₀H₁₂O₂N₂·2H₂O），精确至 0.0001g，溶于 1000mL 水中。

4 仪器

4.1 离心机。

4.2 离心管，100mL。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度小于 0.25mm。称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 待测液的制备：称取通过 0.25mm 筛孔的风干土样 1.00g~2.00g（精确至 0.01g），置于 100mL 离心管中，用乙醇溶液分几次离心（3000r/min）洗去可溶性硫酸盐，每次用 50mL 左右，弃去洗液，洗至无硫酸根反应为止（取少量离心洗液，加 1 滴盐酸（1+1）溶液，再加 5 滴氯化钡溶液（100g/L），摇匀后如出现混浊则应继续洗盐）。洗盐后向离心管内缓慢加入 1mol/L 盐酸溶液约 20mL，充分搅拌使石膏溶解，并赶走二氧化碳。离心 3min，将上层清液移入 200mL 容量瓶中。如此重复提取 3 次，提取液并入容量瓶中。向容量瓶中滴加氢氧化铵溶液（1+1）至铁、铝沉淀出现，再加 10mL 碳酸铵溶液，然后用水稀释至刻度，摇匀，放置过夜。

6.2 吸取 20.00mL 清液二份，分别置于 200mL 锥形瓶中，用 1mol/L 盐酸溶液调节至 pH1~2，并加热煮沸。在其中一份溶液中加入 5mL 钡、镁混合溶液，继续煮沸 2min，取下冷却，放置过夜。

6.3 向沉淀的一份溶液中加入 5mL 缓冲溶液和少量混合指示剂，用 0.0100mol/L EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为蓝色。同时做空白试验。

6.4 向另一份溶液中加入 5mL 缓冲溶液和少量混合指示剂，用 0.0100mol/L EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为蓝色（滴定钙、镁量）。

7 结果计算

按下式计算土壤石膏量:

$$W_{\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{C \times [V_0 - (V_1 - V_2)] \times t \times 0.172}{m \times K}$$

式中:

$W_{\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$ ——土壤石膏含量, %;

C ——EDTA 标准溶液浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验 EDTA 标准溶液用量, mL;

V_1 ——待测液滴定 EDTA 标准溶液用量, mL;

V_2 ——待测液钙、镁滴定 EDTA 标准溶液用量, mL;

t ——分取倍数 (溶液总体积 200mL/吸取溶液体积 mL);

0.172——石膏 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 的摩尔质量, kg/mol;

m ——风干土样质量, g;

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

8 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取一位小数。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 石膏测定允许差

石膏含量 (%)	允许差 (%)
>10	<1.0
5~10	0.5~1.0
1~5	0.2~0.5
<1	<0.2

9 参考文献

[1] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 30.