

F-HZ-DZ-TR-0044

土壤—石膏的测定—质量法

1 范围

本方法适用于土壤石膏的测定。

2 原理

土壤中石膏的含量,不仅是土壤形成过程的标志,而且硫本身又是植物所需的营养元素,测定土壤中石膏含量,对于土壤的分类和植物所需硫状况是十分必要的。石膏在水中的溶解度较低,很难用水全部浸出。并且常因石膏与土壤溶液中的 CO_3^{2-} 作用而在其表面形成一层难溶的 CaCO_3 胶膜,更难浸出,所以一般用盐酸溶液浸提。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。浸出液中硫酸根,加氯化钡生成硫酸钡沉淀,烘干、称量后换算成石膏量。

3 试剂

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

3.2 酸化乙醇溶液:量取 316mL 乙醇 (950mL/L),加入 0.5mL 盐酸 (ρ 1.19g/mL),加水稀释至 1000mL。

3.3 盐酸溶液, 1+1。

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

3.5 氢氧化铵溶液, 1+1。

3.6 甲基橙指示剂:称取 1g 甲基橙,溶于 100mL 乙醇 (950mL/L) 中。

3.7 氯化钡溶液:称取 100g 氯化钡,溶于 1000mL 水中。

4 仪器

4.1 离心机。

4.2 离心管, 100mL。

4.3 抽气装置。

4.4 砂芯坩埚, G4, 30mL。

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~10.00g (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 滴盐酸溶液 (1+1),再加 5 滴氯化钡溶液,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 30mL,并不断搅拌促使石膏溶解。离心 3min,将上层清液移入 100mL 容量瓶中。如此重复提取 3 次,再用水稀释至刻度,摇匀,得待测溶液。

6.2 沉淀硫酸钡:吸取 50.00mL 待测溶液置于 250mL 烧杯中,加 2 滴甲基橙指示剂,用氢氧化铵溶液 (1+1) 中和至黄色,再加入 1mL 盐酸溶液 (1+1),加热至沸,逐滴加入 10mL 氯化钡溶液,煮沸 3min~5min 后,放置过夜。

6.3 称量:沉淀用已知质量的 30mL 砂芯坩埚过滤 (用抽气装置抽气过滤),用温热的酸化乙醇溶液洗净烧杯和沉淀,直至无钡离子为止 (取少量滤液,加 1 滴硫酸溶液 (9+1),如出现混浊表明还有钡离子存在)。将洗涤好的沉淀连同砂芯坩埚放在 105℃~110℃ 烘箱中烘干 2h,取出放入干燥器中冷却后称量,再重复烘干、称量至恒量为止。

注：某些土壤可能由于可溶性硫酸盐存在形式较复杂，用乙醇溶液洗盐时，常很难洗至绝对无硫酸根反应，遇此情况，洗至微混浊即可。

7 结果计算

按下式计算土壤石膏量：

$$W_{\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.7375 \times t}{m \times K} \times 100$$

式中：

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

m_1 ——空砂芯坩埚质量，g；

m_2 ——砂芯坩埚和硫酸钡质量，g；

0.7375——硫酸钡换算成石膏的因素；

t ——分取倍数（溶液总体积 100mL/吸取溶液体积）；

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. 1996，29.
- [2] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京：中国农业科技出版社. 1999，102.