



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX/ISO 10693:1995

土壤碳酸盐含量测定 气量法

Determination of carbonate content of soil — Volumetric method

(ISO 10693:1995, Soil quality — Determination of carbonate content — Volumetric method, MOD)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2023.10.1)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 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 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 原理 3

5 试剂 3

6 仪器和玻璃器皿 4

7 实验室样品 5

8 测定步骤 5

9 计算 6

10 重复性 6

11 测试报告 6

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。

本文件修改采用ISO 10693:1995《土壤质量 碳酸盐的测定 气量法》。

本文件与ISO 10693:1995的技术差异如下：

- 增加了碳酸钙的烘干办法（见5.3）；
- 增加了封闭液及其配制方法（见5.4）；
- 删除了图1中的第一种装置；
- 增加了图1中测量前和测量后测量前封闭液液面位置
- 删除了ISO 10693:1995附录A。

本文件做了下列编辑性改动：

- 将标准名称改为《土壤碳酸盐含量测定 气量法》。

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会（SAC/TC404）归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所，农业农村部耕地质量监测保护中心，农业农村部环境保护科研监测所，中国农业科学院农业资源与农业区划研究所，中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所，四川省耕地质量与肥料工作总站，中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所、江苏省质量和标准化研究院等

本文件主要起草人：

土壤碳酸盐含量测定 气量法

1 范围

本文件描述了采用气量法测定土壤样品中碳酸盐含量的方法。

本文件适用于所有类型的风干土壤样品。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 42363 土壤质量 土壤理化分析样品的预处理

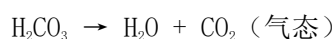
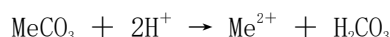
ISO 11465:1993 土壤质量 土壤中干物质和水分含量的测定 重量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

向土壤样品中加入盐酸，以分解存在的碳酸盐。该反应的简化形式为（Me表示金属）：



使用测定装置（6.1）测量所产生的二氧化碳的体积，并与纯碳酸钙所产生的二氧化碳的体积进行比较。为了避免针对温度和压力的差异进行校正，所有的测定均在相同条件下进行。测定宜在温度可控的室内进行。

注1：碳酸盐含量表示为碳酸钙（ CaCO_3 ）的当量浓度。事实上，该测定对样品中存在的所有碳酸盐和碳酸氢盐进行了测量。许多碳酸盐以方解石和霏石（ CaCO_3 ）、白云石（ $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$ ）、菱铁矿（ FeCO_3 ）和菱锰矿（ MnCO_3 ）的形式出现。在干燥（干旱）地区的土壤中，可能存在纯碱（ $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）。如果已知所研究的土壤中主要存在碳酸钙以外的某种形式的碳酸盐，宜使用这种形式的碳酸盐的最终浓度。

注2：所产生的其他气体[如含硫化物的厌氧土壤样品中所产生的硫化氢（ H_2S ）]可能导致过高估计碳酸盐含量。在这些情况下，需要对所产生的气体进行纯化，并换用其他方法测量其体积。如果已知土壤样品中存在硫化物，向盐酸溶液加入氯化汞（ HgCl_2 ），形成不溶性硫化汞（ HgS ）。

5 试剂

仅使用公认的分析纯试剂。

5.1 水，25℃下的比电导率不高于0.2 mS/m（根据GB/T 6682为二级水）。

5.2 盐酸, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/L}$ 。

将340 mL的浓盐酸 ($\rho = 1.18 \text{ g/mL}$) 加水 (5.1) 中, 稀释至1000 mL。

5.3 碳酸钙 (CaCO_3), 粉末。

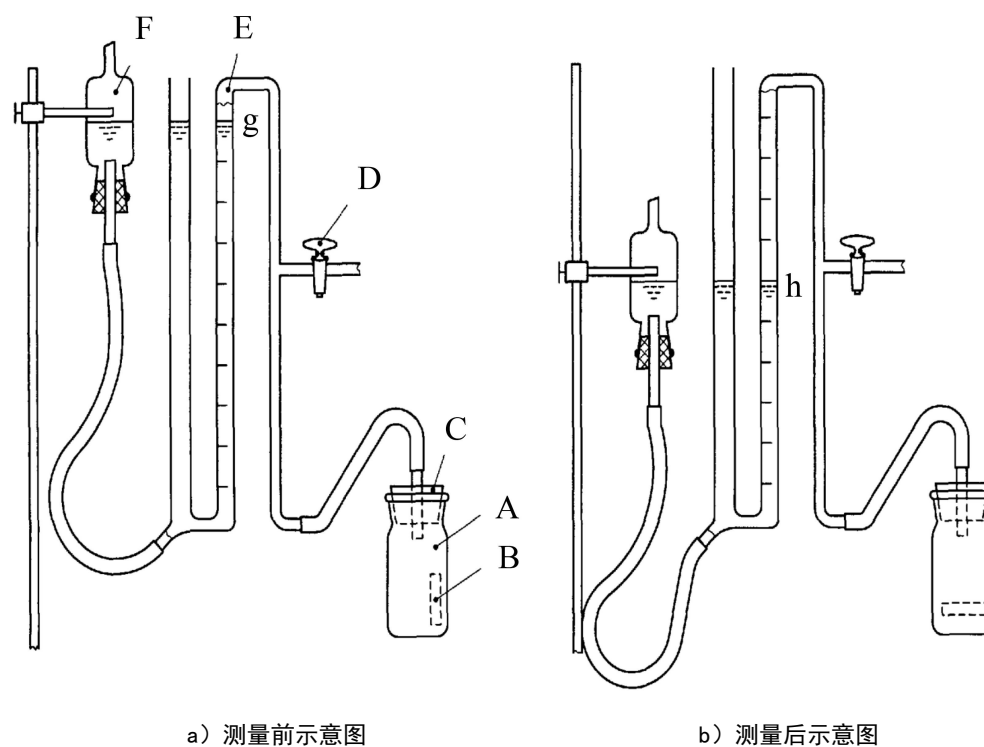
取碳酸钙粉末样品于烘箱中, 在105 °C下烘4 h, 于干燥器中冷却平衡备用。

5.4 封闭液。

加5 mL浓硫酸和15滴甲基红指示剂于300 mL水中, 搅拌均匀。

6 仪器和玻璃器皿

6.1 测定装置, 图 1 所示为单台测定装置, 并指示了测量前后的液面位置。



标引序号说明:

A——反应容器 (6.3) ;

B——塑料杯 (6.4) , 装有盐酸 (5.2) ;

C——橡胶塞;

D——旋塞;

E——U型校准管;

F——贮水容器;

g——测量前封闭液液面位置;

h——测量后封闭液液面位置。

图 1 单台测定装置示例

注3: 对于本文件中规定的测定, 使用U型校准管的测定装置, 每个校准管的容量为100 mL, 也可以使用其他容量的

校准管（即50 mL或200 mL）。在这种情况下，应调整用于测量的取样质量。也可以使用等效装置。

注4：系统中的水温宜与环境温度相同。

注5：当仅需分析少量土壤样品时，可使用最小数量的装置，即5台测定装置。在这种情况下，能直接手摇反应容器。但是应考虑容器内空气的温度变化。

注6：关闭旋塞，通过上下移动贮水容器F，即可在右侧管中形成压差。这种压差形成后持续一段时间，能检查装置是否有泄漏。

- 6.2 分析天平，精确度至少为 0.1 mg。
- 6.3 反应容器，容量为 150 mL，选用广口容器。
- 6.4 塑料杯，容量约为 10 mL，能穿过反应容器口（6.3）。
- 6.5 夹具，耐酸。
- 6.6 表面皿。

7 实验室样品

使用按照GB/T 42363预处理，通过0.25 mm 孔径筛的风干土壤样品。按照ISO 11465，使用部分实验室样品测定含水量。

8 测定步骤

8.1 准备

对于初步试验，取少量土壤样品于表面皿（6.6）中，加入一些盐酸（5.2）。可以根据起泡的强度和um时间估计样品的碳酸盐含量，见表1。根据表1确定取样质量，按照8.2进行测定。

表 1 起泡的强度和um时间、土壤碳酸盐含量估值和取样质量三者之间的关系

起泡的强度	碳酸盐含量, g/kg	取样质量, g
无或仅有限强度	< 20	10
明显，但持续时间短	20 ~ 80	5
强烈，且持续时间长	80 ~ 160	2.5
非常强烈，且持续时间长	> 160	≤1

注7：pH值小于6.5的土壤仅在特殊情况下含有碳酸盐（例如土壤近期施用石灰或存在溶解度低的碳酸盐，如贝壳）。

8.2 测定

应在测量期间温度和压力变化不大的室内对样品、空白和用作标准物质的碳酸钙同时进行测定。

每个系列均包括两个空白测定和两个标准物质测定，标准物质分别含0.200 g和0.400 g 碳酸钙（5.3）。

称取混合均匀的实验室土壤样品（见8.1，表1）。将该试验部分量定量转移到反应容器（6.3）中，并添加20 mL水（5.1）。再分别称取0.200 g和0.400 g碳酸钙标准物质，将该标准物质量定量转移到反应容器（6.3）中，并添加20 mL水（5.1）。对于空白测定，使用装有20 mL水的反应容器。

将反应容器放置在测定装置（6.1，图 1）前，使空白测定和标准物质测定随机分布在各装置。打开旋塞D，对于样品测定和标准物质测定，通过上下移动贮水容器F，将U型校准管的液面置于3 mL处；对于相应的空白测定，将液面置于20 mL和80 mL处。

向塑料杯（6.4）中倒入7 mL盐酸（5.2），并使用夹具（6.5）将塑料杯放入含有试验部分的反应容器中。在将反应容器连接到测定装置之前，注意避免盐酸和土壤接触。

用水润湿装置的橡胶塞，连接反应容器。关闭旋塞D，再次查看管中的水位。将反应容器倾斜一定角度，让塑料杯（6.4）中的盐酸小心地倒入土壤中。反应产生的气体将降低右侧管中的水位，同时升高左侧管中的水位。摇动5 min，当水位不再变化时记录体积。如果仍在变化，则继续摇动直到体积稳定，但不超过1 h。期间注意体积变化。摇动过程中，注意两侧管中的水位差不超过3 mL。该水位差能通过上下移动贮水容器F进行调整。摇动结束时，使两侧管中的水位高度相同，并测量校准管中的气体体积，精确到0.1 mL。

注8：空白测定的体积变化不宜超过1.0 mL。

注9：有机质含量高的土壤宜加入更多水。

9 计算

通过从最终值中减去校准管中的初始值，来计算样品（ V_1 ）、碳酸钙标准物质（ V_2 ）和空白品（ V_3 ）产生的气体体积变化值。 $w(\text{CaCO}_3)$ 是烘干基的土壤碳酸盐含量，单位为克/千克，使用公式（1）计算样品的碳酸盐含量：

$$w(\text{CaCO}_3) = 1000 \times \frac{m_2 \times (V_1 - V_3)}{m_1 \times (V_2 - V_3)} \times \frac{100 + w(\text{H}_2\text{O})}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试验土壤的质量，单位为克（g）；

m_2 ——碳酸钙标准物质的平均质量，单位为克（g）；

V_1 ——试验部分反应产生的二氧化碳的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——碳酸钙标准物质反应产生的二氧化碳的平均体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——空白测定中的体积变化值（该值可能为负值），单位为毫升（mL）；

$w(\text{H}_2\text{O})$ ——按照ISO 11465测定的烘干土的含水量（烘干基），以质量百分数表示。

10 重复性

在两次连续的单独测量中所执行的碳酸盐含量测定的重复性应满足表2所示的条件。

表 2 重复性

碳酸盐含量，g/kg	允许误差
0~50	3 g/kg
50~150	6 %
150~180	9 g/kg
>180	5 %

11 测试报告

测试报告应包含下列信息：

- a) 对本文件的引用；
 - b) 完全识别样品所需的所有信息；
 - c) 以整数表示的测定结果，单位为克每千克，基于烘干土壤计算，以碳酸钙或其他指定的碳酸盐形式（当已知其为主要存在形式时）表示；
 - d) 本文件中未规定或视为可选的任何操作的详细信息，以及可能影响结果的任何因素。
-