

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
1 از 4	صفحه		
اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل خاک			

اندازه گیری کربنات کلسیم معادل

2- روش کلسیتر

1- اصول روش

در روش کلسیتر، کربنات‌های خاک بر اساس آنچه در معادلات 1 و 2 گفته شده، با اسید واکنش داده و حجم دی‌اکسید کربن آزاد شده اندازه‌گیری و میزان کربنات خاک تعیین می‌گردد.



در شرایطی که دما و فشار ثابت می‌باشند، افزایش حجم ایجاد شده در سیستم مستقیماً نشان دهنده میزان دی‌اکسید کربن آزاد شده از تجزیه و انحلال کربنات‌های موجود در خاک است.

2- وسایل

- دستگاه کلسیتر (شکل 1): اجزای اصلی این دستگاه عبارتند از: ظرف واکنش 250 میلی‌لیتری (A)، لوله 10 میلی‌لیتری (ظرف اسید) (B)، شیر دارای سه انشعاب (C)، بورت مدرج با حجم 100-200 (±0/1 میلی‌لیتر) (D)، مخزن متحرک (E). اتصالات این قطعات شلنگ‌های آزمایشگاهی از جنس تایگون¹ می‌باشد.
- مگنت و همزن برقی
- بالن یک لیتری
- ترازو با دقت ±1/00 میلی‌گرم.
- ترازوی حساس با دقت ±0/1 میلی‌گرم.
- دپینسر 10/00 میلی‌لیتر با دقت ±0/01 میلی‌لیتر.

3- مواد و/یا واکنشگرها

- محلول هیدروکلریک اسید (HCl) 4 نرمال: 393/3 میلی‌لیتر از هیدروکلریک اسید غلیظ (32%, sp. gr. 1.16) را به 400 میلی‌لیتر آب مقطر اضافه کرده و پس از سرد شدن به حجم 1 لیتر برسانید

¹Tygon

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب SWRI Soil & Water Research Institute 1952
صفحه	2 از 4	
اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل خاک		

- محلول پر کننده بورت دستگاه کلسیتر: محلول 10% (بصورت وزنی) سدیم کلراید (NaCl): 100 گرم از نمک سدیم کلراید را در آب مقطر حل کرده و به حجم 1 لیتر برسانید.
- پودر کربنات کلسیم خالص

4- روش کار

- ابتدا نمونه خاک هواخشک شده را به خوبی نرم کرده و از الک 10 مش ($< 2 \text{ mm}$) عبور دهید. سپس به منظور اطمینان از یکنواختی نمونه، خاک عبور داده شده از الک را بوسیله هاون سائیده تا پودر کاملا یکنواخت و نرم شده بدست آید.
- مقدار 0/200 و 0/400 گرم از کربنات کلسیم خالص را توزین و به ظرف واکنش (A) منتقل کنید.
- مگنت را درون ظرف قرار داده و 20 میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید.
- 7 میلی لیتر از محلول HCl 4 نرمال به ظرف اسید (B) اضافه کرده و بادقت به طوری که اسید درون ظرف واکنش ریخته نشود درب ظرف را بسته و به خوبی محکم کنید.
- شیر (C) را برای یکسان شدن فشار درون دستگاه با فشار اتمسفر باز کنید و سطح مایع درون ستون (D) را با جابه جا کردن بالن مخزن (E) بر روی صفر تنظیم کنید. شیر را بسته و ارتفاع مخزن را طوری تنظیم کنید که سطح مایع در آن حدود 2 سانتی متر پایین تر از سطح مایع در بورت قرار گیرد.
- با خم کردن ظرف واکنش، محلول HCl را به تدریج به نمونه اضافه کنید. سپس همزن برقی را روشن (با دور آهسته) کنید. در صورت دردسترس نبودن همزن برقی ظرف واکنش را با دست بطور پیوسته تکان دهید. سطح مایع درون مخزن در طول زمان انجام آزمایش می‌بایست 1-2 سانتی متر پایین تر از سطح مایع در بورت قرار گیرد. از اینرو همزمان با پایین رفتن سطح مایع در بورت، بالن مخزن را نیز با حفظ فاصله 1-2 سانتی متری (پایین تر از سطح مایع درون بورت) به سمت پایین حرکت دهید.
- هنگامیکه سطح مایع در ستون ثابت شد (در حدود 5 دقیقه) سطح مایع در مخزن را با سطح مایع درون بورت در یک سطح قرار داده و حجم گاز دی‌اکسید کربن آزاد شده را یادداشت کنید.

❖ اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل در نمونه خاک

- مقدار 2/5 گرم (± 1 میلی گرم) از نمونه را توزین کرده و به ظرف واکنش منتقل کنید.
- تمامی مراحل انجام شده برای نمونه کربنات کلسیم برای نمونه خاک نیز تکرار می‌شود.
- تمامی مراحل فوق را برای نمونه شاهد (نمونه بدون خاک) انجام دهید.

5- محاسبات

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب SWRI Soil & Water Research Institute 1952
صفحه	3 از 4	
اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل خاک		

درصد کربنات کلسیم معادل موجود در نمونه مطابق معادله 3 محاسبه می‌شود:

$$\%CaCO_3 = \left(\frac{m_2(V_1 - V_3)}{m_1(V_2 - V_3)} \right) \times 100 \quad \text{معادله 3}$$

که در آن :

m_1 = وزن نمونه خاک برحسب گرم

m_2 = میانگین وزن دو نمونه کربنات کلسیم خالص برحسب گرم

V_1 = حجم دی اکسید کربن آزاد شده از واکنش نمونه برحسب میلی‌لیتر

V_2 = میانگین حجم دی اکسید کربن آزاد شده از واکنش دو نمونه کربنات کلسیم خالص برحسب میلی‌لیتر

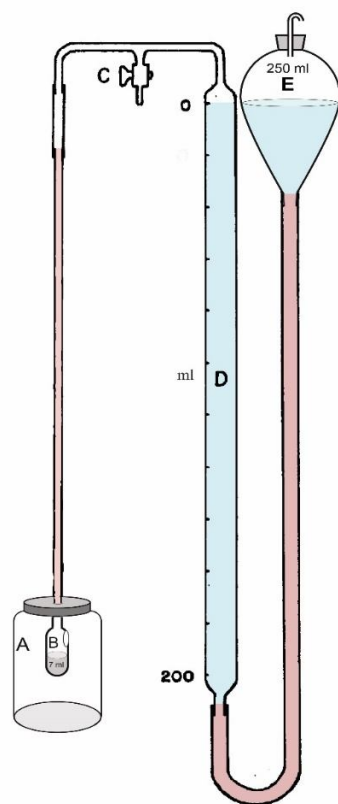
V_3 = حجم دی اکسید کربن آزاد شده از نمونه شاهد برحسب میلی‌لیتر می‌باشد.

6- نکات

- اندازه‌گیری کربنات کلسیم در نمونه خاک، شاهد و پودر کربنات کلسیم می‌بایست در محیطی انجام شود که دما و فشار آن ثابت باشد.
- منبع اصلی خطا در این روش نشت گاز CO_2 از مخلوط واکنش می‌باشد. یکسان بودن تمامی مراحل کار برای همه‌ی نمونه‌ها مانند حجم اسید، شدت هم خوردن مخلوط نمونه و اسید، و مدت زمان انجام آزمایش، لازم و ضروری می‌باشد.
- اضافه کردن آب به نمونه باعث رقیق شدن اسید و در نتیجه کاهش میزان اکسیداسیون مواد آلی می‌گردد. بنابراین در خاک‌های با درصد ماده آلی بالا می‌بایست مقدار بیشتری آب به نمونه اضافه گردد.
- در خاک‌های با درصد کربنات کلسیم بالا برای جلوگیری از کف کردن بیش از اندازه نمونه در زمان واکنش می‌توان به مخلوط مورد نظر قبل از اضافه کردن اسید چند قطره الکل اضافه کرد.
- به منظور به حداقل رساندن اکسیداسیون ترکیبات آلی در نمونه و تولید دی‌اکسید کربن می‌توان از ترکیبات $FeCl_2$ یا $SnCl_2$ (5% بصورت وزنی) استفاده کرد.

آزمایشگاه شیمی خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب SWRI Soil & Water Research Institute 1952
4 از 4	صفحه	
اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل خاک		

- اکثر کانی‌های کربناتی در اسید رقیق سرعت حل می‌شوند اما کانی‌های دولومیت برای انحلال در اسید سرد به زمان بیشتری نیاز دارند. لذا برای حصول اطمینان از انحلال کامل این کانی‌ها می‌بایست زمان واکنش را برای خاک‌های دارای دولومیت افزایش داد.



شکل 1- کلسیمتر برای اندازه‌گیری کربنات کلسیم معادل

7- منابع مورد استفاده

1. Shahbazi, K., 2020a. Standard operating procedure for soil calcium carbonate equivalent - Volumetric Calcimeter method. Food and Agriculture Organization of the United Nations 1, 13.