

测定条件：饱和液土水比为 10:4 搅匀后立即用电位计法测定。土水比 1:5，加水后放置一夜，第二天用电位计法测定

自上述一些试验结果来看，岩心 pH 值的测定与土壤 pH 值的测定存在着相同问题，即测定的理论与技术和测定 pH 的真实意义。自测定方面来看，以水土比与悬浮效应影响较大，特别是其与岩心性质有关，偏差幅度较大，因之即使控制了相同的条件，相对比较 pH 值之大小，其所反映的是什么，要求的又是什么，

须要研究。

由于我们水平低，上面许多试验中发现问题都没有加以任何解释，大部分仅是“验证”性的，证实与土壤 pH 测定有相同的影响因素及其偏差幅度。试验(8)中结果更没有很好地与岩心成份及其他指标一起综合研究。这里发表其目的是抛砖引玉，希望兄弟队在 pH 值测定中进一步探讨其能否反映岩心或反映其他特征的变化规律，一起来验证这个指标。

扩散法测定碳酸盐

中心实验室 周玉茹

机械分析中碳酸盐的测定过去都是用 10% HCl 分解试样，差减计算其含量除水浴加热浸泡外，还要倾泻法洗到中性，须时五天左右，而且数据一般偏高，因为部分非碳酸盐矿物亦被溶解，作为碳酸盐计算在内。为此我们拟改用化学分析方法测定碳酸盐，结果较为准确，还可以缩短机分周期。但是机分样颗粒大，化学分析代表性有问题，数据重现性差，如将样品粉碎到通过 60~80 目，又要增加一道加工工序，如多称试样，又给测定带来困难，增加许多手续，酸碱回滴时，对亚铁含量高的样品，结果又易偏低。

我们根据文献介绍，进行了一些试验，目的是改进方法，使能用较粗样品，多称样，取得具代表性的结果。我们用 10% HCl 分解试样，释出的 CO_2 用预置在密闭的反应器中的 NaOH 吸收，反应完毕后，用酸回滴剩余的 NaOH，计算碳酸盐含量。测定方法如下。

试剂：

HCl 10%

标准 NaOH 约 0.7N

标准 HCl 约 0.3N

酚酞指示剂，1%

仪器装置及测定步骤：

把称好试样和盛有一定量标准 NaOH 的小烧杯或大试管放入反应容器中，盖紧瓶塞，塞子上附有玻璃管，上端连有橡皮管，可以用弹簧夹夹住(仪器装置如图)。由此管抽出瓶中空气，再接上漏斗，加入 10% HCl (小心勿使溅入 NaOH 中)，将此反应瓶放入水浴上低温下预热 15 分钟，80~90℃ 保持 15 分钟。将 NaOH 吸收液定量地移入 100 毫升烧杯中，加入 10% BaCl_2 10 毫升，2 滴酚酞指示剂，再用标准 HCl 回滴，这个方法操作简便，质量可与经典重量法相比，表 1 是用石灰石、白云石、菱铁矿试验结果的比较。

为进一步简化步骤，我们不进行加热而在加入 10% HCl 后，放置一昼夜以上，分析结果良好，其结果见表 2

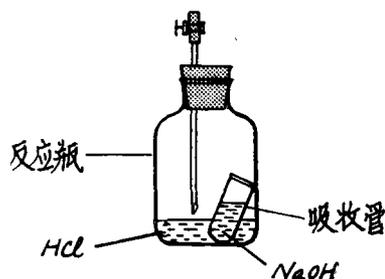


表1 較純碳酸岩样試驗結果对比

样 品	本 法	经典重量法(HCl分解试样, 重量法测定释出的CO ₂)
白云石	46.15, 46.71	45.70, 45.90
	46.67, 46.71	
菱铁矿	35.32, 35.62	35.60, 35.60
	35.70, 35.62	
石灰石	39.36, 38.59, 39.14	40.70, 40.80
	41.02, 40.92, 36.59	
	37.70, 40.74, 40.74	

表2 加酸后放置一昼夜分析結果

样 号	本法(放置一昼夜)	经典重量法
171	15.81	16.17
172	24.70	25.42
174	13.29	14.18
178	3.46	3.33
179	1.03	1.28
183	36.32	36.90

結 論

但是对于粗粒样品, 即便称样3克, 仍不能取得滿意的結果, 其結果见表3。

本法可以避免试样中铁、特别是亚铁的影响, 一般酸碱回滴法在此情况下結果偏低。本法可以达到经典法的质量要求。数据见附表4

本法在称样上还是受到一定限制(最多称到3克,)因之, 机分中碳酸盐含量测定时仍要碎样,(到60孔左右)。自方法本身来看, 质量可与经典方法相比; 又须成套仪器, 任何瓶口较大能放入较粗试管者都适用, 手續簡便, 是多快好省的方法。

表3 粗粒样品分析結果比較

样 号	用10% HCl 溶矿	用30% HCl 溶矿	经典重量法	直接酸碱回滴(细粒)
1	1.36	3.46	2.00	3.01
6	6.51	6.94	6.32	7.36
7	29.40	32.00	37.73	33.81
16	28.10	26.50	29.77	27.83
17	21.38	22.85	25.00	26.75
26	36.20	23.80	45.68	38.52
27	20.15	15.95	22.50	24.39
42	34.50	35.79	39.09	33.62
43	20.40	20.98	22.04	21.95
46	26.85	23.80	38.86	26.73
47	19.00	16.20	21.36	16.67
49	13.60	15.10	14.54	16.60
50	16.60	18.71	26.59	16.67
51	3.80	3.78	4.86	5.43
54	23.00	17.19	20.45	17.17
57	10.85	10.52		10.70

表4 碳酸盐测定几种方法比较

样号	Fe ⁺⁺ /含量	碳酸盐含量					
		经典重量法		直接酸碱滴定(原法)		扩散法	
171	1.17	16.28	16.17	16.15	15.57	17.22	
172	5.85	25.41	25.42	14.69	23.86	24.99	
173	1.41	9.65	10.12	9.62	10.06	10.22	
174	2.78	14.21	14.18	11.09	11.59	14.58	
175	0.76	0.22	10.22	0.64	0.76	0.57	
177	1.25	0.75	0.80	1.13	1.12	1.13	
178	1.12	3.44	3.33	6.58	4.16	3.88	
179	1.04	1.28	1.31	1.69	1.86	1.89	
180	3.67	5.86	5.75	3.01	6.25	5.49	
181	2.20	13.36	13.28	11.86	12.12	13.07	
182	1.42	14.32	14.13	13.77	13.98	14.01	
183	1.86	36.90		35.63	35.60	36.90	
184	0.92	12.08	12.14	12.39	11.93	12.49	
185	4.51	18.60	18.52	13.58	11.89	18.37	
186	1.65	1.04	1.04	1.08	1.33	1.33	
187	1.37	2.97	3.05	3.29	2.84	3.60	
188	1.44	12.63	12.57	12.44	12.49	12.67	
189	1.13	11.81	11.89	11.92	12.13	11.93	
9	3.84	3.16	3.18	2.20	3.21	2.31	
6	3.89	4.60	4.51	3.42	4.20	4.38	
23	5.58	7.76	7.65	4.55	6.30		
75	3.70	2.02	2.03	1.99	2.16	1.68	
77	3.77	2.65	2.72	2.75	2.70	3.36	
91	4.07	5.16	5.26	5.11		5.10	
93	3.36	5.51	5.62	5.30	5.07	5.73	
97	3.57	0.05	0.03	0.27		0.15	
300	1.48	0.34	0.36	0.18	0.39	0.48	
301	3.46	4.24	4.34	3.80		4.47	
304	2.85	2.25	2.31	2.45		2.46	
305	2.79	2.33	2.47	2.68		2.67	
201	1.82	9.63	9.52	8.21		9.66	
203	1.93	9.52	9.65	8.32		9.45	
205	2.02	8.32	8.43	7.74		8.55	
127	1.57	2.48	2.37	2.41		2.52	
128	1.93	8.13	8.24	6.53		8.40	
130	1.78	8.26	8.10	6.80		8.22	