

ICS 27.140

P 10

备案号: J632—2007

**DL**

**中华人民共和国电力行业标准**

**P**

**DL/T 5357 — 2006**

---

# 水电水利工程岩土化学分析 试 验 规 程

**Code for chemical analysis tests of rock and soil  
for hydropower and water conservancy engineering**



2006-12-17 发布

2007-05-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	2
3 总则 .....	3
4 风干试样含水率试验 .....	4
5 酸碱度试验 .....	6
6 易溶盐试验 .....	8
6.1 浸出液制取 .....	8
6.2 易溶盐总量测定 .....	9
6.3 碳酸根和碳酸氢根测定 .....	11
6.4 氯根测定 .....	14
6.5 硫酸根测定——EDTA 络合滴定法 .....	15
6.6 硫酸根测定——比浊法 .....	19
6.7 钙离子测定 .....	21
6.8 镁离子测定 .....	23
6.9 钙、镁离子测定——原子吸收分光光度法 .....	24
6.10 钾、钠离子测定 .....	27
7 中溶盐（石膏）试验 .....	30
8 难溶盐（碳酸钙）试验 .....	33
8.1 简易碱吸收容量法 .....	33
8.2 气量法 .....	35
9 有机质试验 .....	39
10 游离氧化铁试验 .....	42
11 小于 2 $\mu$ m 粒组试样分离与制备 .....	46
11.1 物理化学分离制备法 .....	46

## DL/T 5357 — 2006

11.2 湿研磨分离制备法 .....	51
12 岩石、土化学成分试验 .....	52
12.1 试样制备 .....	52
12.2 烧失量试验 .....	52
12.3 硅的测定 .....	54
12.4 铁的测定 .....	57
12.5 铝的测定——差减法 .....	60
12.6 铝的测定——EDTA-NaF 容量法 .....	63
12.7 钙、镁的测定 .....	65
12.8 钾、钠的测定 .....	68
13 阳离子交换量试验 .....	71
14 比表面积试验 .....	74
15 岩土矿物组成试验 .....	77
附录 A (规范性附录) 试验室管理 .....	85
条文说明 .....	87

## 前 言

本标准是根据《国家发展改革委办公厅关于印发 2005 年行业标准项目计划的通知》（发改办工业〔2005〕739 号）要求进行修订的。

SD 128—1984《土工试验规程》（第一分册）、SD 128—1986《土工试验规程》（第二分册）、SD 128—1987《土工试验规程》（第三分册）、SDS 01—1979《土工试验规程》（下册）（部分）经本次修订后成为四个标准：DL/T 5354—2006《水电水利工程钻孔土工试验规程》、DL/T 5335—2006《水电水利工程土工试验规程》、DL/T 5356—2006《水电水利工程粗粒土试验规程》和 DL/T 5357—2006《水电水利工程岩土化学分析试验规程》，实施后代替 SD 128—1984、SD 128—1986、SD 128—1987 和 SDS 01—1979（下册）。

本标准对 SDS 01—1979（下册）中的化学分析试验部分修订的主要内容如下：

- 增加范围、规范性引用文件、总则三章。
- 增加岩石化学分析试验内容。
- 原规程按试验项目代号排列，修订后按章节顺序排列。
- 按法定计量单位要求用物质的量单位摩尔，废除原规程克分子当量计量单位。计算结果将质量摩尔浓度、百分含量和质量含量同时列出。
- 增加钙、镁离子测定原子吸收分光光度法一节；增加游离氧化铁试验一章；将章名硅、铁、铝、钙、镁、钾全量分析，改称为岩石、土化学成分试验，增加岩石试样制备一节，并增加钠测定的试验内容。
- 易溶盐总量测定中删除电导法，酸碱度试验中删除比色

法，钾、钠测定中删除亚硝酸钴钠重量法，比表面积试验中删除甘油吸附法，X 射线粉晶分析中删除照相法，删除差热分析试验，删除原规程 SDS 01—1979 附录 28-1、附录 28-2、附录 29-1、附录 32-1 这 4 种试验方法。

——增加附录 A 试验室管理，作为规范性附录列入。

——删除原规程说明书部分，按章、节顺序编写条文说明。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业水电规划设计标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准主要起草单位：中国水电顾问集团成都勘测设计研究院。

本标准参加起草单位：中国水电顾问集团昆明勘测设计研究院、中国水电顾问集团西北勘测设计研究院、中国水电顾问集团贵阳勘测设计研究院。

本标准主要起草人：周麒雯、张伯骥、张虹、蒋德鑫、韩练练、陈梦德、陈芳芳、戴宏图、姜家华、贾兆武。

## 1 范 围

本标准规定了岩土化学成分分析和矿物成分分析的试验方法。

本标准适用于水电水利工程中岩石和土的化学成分和矿物成分的分析，以及岩石和土对水工建筑物腐蚀性的检验。

## **2 规范性引用文件**

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

**GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法**

### 3 总 则

3.0.1 为规范水电水利工程岩土化学分析试验方法，提高试验成果质量和试验成果的可比性，制定本标准。

3.0.2 岩土化学分析试验对象应具有代表性。岩土化学分析试验内容、试验方法、技术条件等应符合水电水利工程勘测设计、施工以及运行的基本要求和特性。

3.0.3 除有特殊要求外，本规程试验用水的级别应不低于 GB 6682 中规定的三级水。本规程各类试验中采用的化学试剂，除特殊要求外，应采用分析纯试剂。

3.0.4 对化学分析试验仪器、设备，应定期进行检定与校准。试验室管理要求见附录 A。

3.0.5 岩土化学成分分析试验，除应符合本规程外，尚应符合国家和行业有关标准的规定。



## 4 风干试样含水率试验

4.0.1 本试验采用烘干法，适用于有机质含量不大于 5% 以及含石膏较少的各类岩石和土。

4.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 烘箱：附温度控制装置。
- 2 天平：称量为 200g，最小分度值 0.001g。
- 3 铝盒。
- 4 干燥器：采用变色硅胶干燥剂。
- 5 筛：孔径 2mm。

4.0.3 试验应按下列步骤进行：

1 将洁净的铝盒置于 105℃~110℃ 温度的烘箱中烘 3h~4h，取出，在干燥器中冷却至室温，立即称量。重复上述步骤，直至前后两次质量之差不大于 0.001g。

2 称取过 2mm 筛的风干试样 2g~5g（小于 2μm 粒径的试样用量可减少至 1g 左右），置于经烘干的铝盒中，立即盖好盒盖，称量。

3 揭开盒盖，将铝盒放入烘箱中，在 105℃~110℃ 温度下烘 6h~8h。

4 取出铝盒，将盒盖好，放在干燥器中冷却至室温，立即称量。

5 重复本条 3、4 款步骤，直至前后两次质量之差不大于 0.001g，视为试样已达恒量。

6 称量准确至 0.001g。

4.0.4 试验成果整理应符合下列要求：

- 1 按下列公式计算风干试样含水率：

$$w_0 = \frac{m - m_d}{m_d} \times 100 \quad (4.0.4-1)$$

式中:

$w_0$ ——风干试样含水率, %;

$m_d$ ——烘干试样质量, g;

$m$ ——风干试样质量, g。

2 按下列公式计算烘干试样质量:

$$m_d = \frac{m}{1 + 0.01w_0} \quad (4.0.4-2)$$

3 含水率计算值精确至 0.01%。

4.0.5 本试验应进行平行试验, 平行试验允许误差应不大于 0.2%, 取算术平均值。

4.0.6 风干试样含水率试验记录格式见表 4.0.6。

表 4.0.6 风干试样含水率试验记录表 (烘干法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	铝盒 编号	铝盒 质量 g		铝盒+风干 土质量 g	铝盒+烘干 土质量 g		烘干土 质量 g	失水 量 g	含水率 %	平均 %
		1	2		1	2				

## 5 酸碱度试验

5.0.1 本试验方法采用电测法，适用于各类岩石和土。

5.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

1 酸度计：附玻璃电极、甘汞电极或复合电极。便携式 pH 计应附有温度补偿功能。

2 电动振荡器。

3 天平：称量 200g，最小分度值 0.01g。

4 筛：孔径 2mm。

5.0.3 试剂用水：用前应煮沸数分钟，驱除二氧化碳，然后冷却。取 50mL 冷却的水，加 1 滴饱和氯化钾溶液，如 pH 值在 6~7 之间，可用于试剂配制。

5.0.4 试剂制备应符合下列规定：

1 pH4.01 标准缓冲液。称取经 105℃~110℃烘干 2h~3h 的 10.12g 邻苯二甲酸氢钾 ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ )，经漏斗用水冲洗入 1000mL 容量瓶中，待溶解后继续用水稀释，定容至 1000mL。

2 pH6.87 标准缓冲液。称取经 105℃~110℃烘干 2h~3h 的 3.53g 磷酸氢二钠 ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) 和 3.39g 磷酸氢二钾 ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )，经漏斗用水冲洗入 1000mL 容量瓶中，待溶解后继续用水稀释，定容至 1000mL。

3 pH9.18 标准缓冲液。称取 3.80g 硼砂 ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )，经漏斗用水冲洗入 1000mL 容量瓶中，待溶解后继续用水稀释，定容至 1000mL。缓冲液宜储存于密闭的塑料瓶中，使用期为 2 个月。

4 饱和氯化钾溶液。向适量水中加入氯化钾 (KCl)，边加边搅拌，直至不再溶解为止。

5.0.5 酸度计校正：应在试验前，按酸度计使用要求，用标准缓

冲溶液对酸度计进行校正。

#### 5.0.6 试验应按下列步骤进行：

1 试样悬液的制备。称取过 2mm 筛的风干试样 10g，放入 100mL 广口瓶中，加 50mL 水，在电动振荡器上间歇振荡 3min，静置 30min 备用。

2 将少许待测的试样悬液盛于 25mL 烧杯中，将酸度计上的玻璃电极和甘汞电极（或复合电极）插入其中，轻轻摇动烧杯，使试样悬液均匀接触电极 2min~3min，然后弃去。按此步骤用试样悬液洗涤玻璃电极和甘汞电极（或复合电极）1~2 次。

3 再取一部分试样悬液注入 25mL 烧杯至 2/3 处，将洗涤过的电极插入其中，玻璃电极球膜需完全浸没在试样悬液中，轻轻摇动烧杯，使电极与试样悬液充分接触 2min~3min，按酸度计使用要求测定试样悬液 pH 值，估读至 0.01pH，并测悬液温度。

4 测试完毕，关闭电源，用水清洗电极，并用滤纸吸干电极表面的水分或将电极浸泡在水中。

5 本试验应进行平行试验，平行试验的 pH 差值不得大于 0.1，取算术平均值。

#### 5.0.7 酸碱度试验记录格式见表 5.0.7。

表 5.0.7 酸碱度试验记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	土水 比例	温度 ℃	pH 值			备 注
			1	2	平均	

## 6 易溶盐试验

### 6.1 浸出液制取

6.1.1 本试验方法适用于各类岩石和土。

6.1.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.01g。
- 2 筛：孔径 2mm。
- 3 电动振荡器。
- 4 过滤设备：包括平底瓷漏斗、抽滤瓶、真空泵等。
- 5 离心机：转速不小于 1000r/min。

6.1.3 试验应按下列步骤进行：

1 根据试样中含盐量和分析项目的需要，称取过 2mm 筛的风干试样 50g~100g，准确至 0.01g，置于广口瓶中，按土水比 1:5 加入无二氧化碳水，搅匀，在电动振荡器上振荡 3min。

2 将滤纸用水润湿后贴在平底漏斗底部，漏斗装在抽滤瓶上，连接真空泵抽气，使滤纸与漏斗贴紧无气泡。将振荡后的试样悬液摇匀，倒入漏斗中抽气过滤，过滤时漏斗应盖表面皿。

3 当发现滤液混浊时，应重新过滤。经反复过滤仍然混浊时，应用离心机进行离心分离。所得的透明滤液即为试样浸出液，储存于磨口玻璃瓶中备用。

6.1.4 浸出液制取记录格式见表 6.1.4。

表 6.1.4 浸出液制取记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

制取日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样编号	风干试样质量 g	含水率 %	烘干试样质量 g	土水比	浸出液用水体积 mL

## 6.2 易溶盐总量测定

6.2.1 本试验采用烘干法，适用于各类岩石和土。

6.2.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 烘箱、干燥器。
- 3 水浴锅、蒸发皿。
- 4 移液管、表面皿。

6.2.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 15%双氧水溶液。量取 15mL 双氧水，溶于 85mL 水中。
- 2 2%碳酸钠溶液。称取 20g 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )，溶于 100mL 水中。

6.2.4 试验应按下列步骤进行：

1 用移液管吸取 50mL~100mL 试样浸出液，注入已达恒量的蒸发皿中，盖上表面皿，放在水浴锅上蒸干。当蒸干残渣中呈现黄褐色时，应加入 1mL~2mL 15%双氧水，继续在水浴锅上蒸干，反复处理至黄褐色消失。

2 将蒸发皿放入烘箱，在 105℃~110℃温度下烘 4h~8h，取出后放入干燥器中冷却至室温，称蒸发皿加试样残渣的总质量，反复进行至最后相邻两次称量差值不大于 0.0005g。

3 当浸出液蒸干残渣中含有大量结晶水时,取 2 个已达恒量的蒸发皿,一个加 50mL 浸出液,另一个加 50mL 水,然后各加入等量 2%碳酸钠溶液,搅拌均匀后,同时按本条 1、2 款步骤进行,烘干温度改为 180℃。

4 称量准确至 0.0001g。

6.2.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算未经 2%碳酸钠处理的易溶盐总量:

$$w = \frac{V_w(m_2 - m_1)}{V_s m_d} \times 100 \quad (6.2.5-1)$$

式中:

$w$ ——易溶盐总量, %;

$V_w$ ——制取浸出液用水体积, mL;

$V_s$ ——吸取试样浸出液体积, mL;

$m_d$ ——制取浸出液时的烘干试样质量, g;

$m_2$ ——蒸发皿加烘干残渣的总质量, g;

$m_1$ ——蒸发皿质量, g。

2 按下列公式计算用 2%碳酸钠溶液处理后的易溶盐总量:

$$w = \frac{V_w(m_3 - m_0)}{V_s m_d} \times 100 \quad (6.2.5-2)$$

式中:

$m_3$ ——试样加碳酸钠烘干后残渣的总质量, g;

$m_0$ ——碳酸钠烘干后的质量, g。

3 计算值精确至 0.01%。平行试验允许误差不大于 0.02%,取其算术平均值。

6.2.6 烘干法易溶盐总量测定试验的记录格式见表 6.2.6。

表 6.2.6 易溶盐总量测定记录表 (烘干法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液 体积 mL	蒸发皿		蒸发皿加残渣 质量 g	碳酸钠烘干 质量 g	易溶盐总量 %	平均值 %
		编号	质量 g				

### 6.3 碳酸根和碳酸氢根测定

6.3.1 本试验方法适用于各类岩石和土。

6.3.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管：容量 25mL，最小分度值 0.1mL。

6.3.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 0.1% 甲基橙指示剂。称取 0.1g 甲基橙溶于 100mL 水中。
- 2 0.5% 酚酞指示剂。称取 0.5g 酚酞溶于 50mL 95% 的乙醇中，用水稀释至 100mL。
- 3 硫酸标准溶液。取 3mL 浓硫酸加入适量水中，用水稀释至 5000mL。

6.3.4 硫酸标准溶液的标定应符合下列规定：

- 1 称取 3 份在 160℃~180℃ 温度下烘 2h~4h 的无水碳酸钠，每份 0.1g，准确至 0.0001g，放入 3 个锥形瓶中，各加入 20mL~30mL 水，再各加入 2 滴 0.1% 甲基橙指示剂，用配制好的硫酸标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色为终点，记录硫酸标准溶液用量，估读至 0.05mL。
- 2 按下列公式计算硫酸标准溶液的浓度：



$$c_s(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times 10^3}{V(\text{H}_2\text{SO}_4) \times 106} \quad (6.3.4)$$

式中:

$c_s(\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准溶液浓度, mol/L;

$V(\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准溶液用量, mL;

$m(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ ——碳酸钠的用量, g;

106——碳酸钠摩尔质量, g/mol。

3 3 份平行样滴定, 平行误差不大于 0.05mL, 取算术平均值。计算精确至 0.0001mol/L。

### 6.3.5 试验应按下列步骤进行:

1 用移液管吸取 25mL 试样浸出液, 注入锥形瓶中, 加 2~3 滴 0.5% 酚酞指示剂, 摇匀, 试液如不显红色, 表示无碳酸根存在, 如试液显红色, 即用硫酸标准溶液滴定至试液红色刚褪去为止, 记下硫酸标准溶液用量, 估读至 0.05mL。

2 在加酚酞滴定后的试液中再加 1~2 滴 0.1% 甲基橙指示剂, 继续用硫酸标准溶液滴定至试液由黄色变为橙色为终点, 记下硫酸标准溶液用量, 估读至 0.05mL。

### 6.3.6 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算碳酸根含量:

$$b(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{2V_1 c_s \frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_d} \quad (6.3.6-1)$$

$$\text{CO}_3^{2-} = b(\text{CO}_3^{2-}) \times 60 \times 10^{-6} \times 100 \quad (6.3.6-2)$$

$$\text{CO}_3^{2-} = b(\text{CO}_3^{2-}) \times 60 \quad (6.3.6-3)$$

式中:

$b(\text{CO}_3^{2-})$ ——碳酸根质量摩尔浓度, mmol/kg;

$\text{CO}_3^{2-}$ ——碳酸根含量, % 或 mg/kg;

$V_1$ ——酚酞为指示剂滴定硫酸标准溶液的用量, mL;

$V_s$ ——吸取试样浸出液体积, mL;

60——碳酸根摩尔质量, g/mol。

2 按下列公式计算重碳酸根含量:

$$b(\text{HCO}_3^-) = \frac{2(V_2 - V_1)c_s \frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_a} \quad (6.3.6-4)$$

$$\text{HCO}_3^- = b(\text{HCO}_3^-) \times 61 \times 10^{-3} \times 100 \quad (6.3.6-5)$$

$$\text{HCO}_3^- = b(\text{HCO}_3^-) \times 61 \quad (6.3.6-6)$$

式中:

$b(\text{HCO}_3^-)$ ——碳酸氢根质量摩尔浓度, mmol/kg;

$\text{HCO}_3^-$ ——碳酸氢根含量, %或 mg/kg;

$V_2$ ——甲基橙为指示剂滴定硫酸标准溶液用量, mL;

61——重碳酸根摩尔质量, g/mol。

3 平行滴定误差不大于 0.1mL, 取算术平均值。计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.3.7 碳酸根和碳酸氢根测定试验的记录格式见表 6.3.7。

表 6.3.7 碳酸根和碳酸氢根测定记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

硫酸标准溶液浓度 \_\_\_\_\_ mol/L

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液 体积 mL	第一次		第二次		测定结果 $\frac{\text{CO}_3^{2-}}{\text{HCO}_3^-}$		
		用量 mL	平均 mL	用量 mL	平均 mL	mmol/kg	%	mg/kg

## 6.4 氯根测定

6.4.1 本试验采用硝酸银容量法，适用于各类岩石和土。

6.4.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管：容量 25mL，最小分度值 0.1mL，棕色。

6.4.3 试剂制备应符合下列规定：

1 0.02mol/L 硝酸银标准溶液。称取 3.3974g 在 105℃~110℃ 温度下烘干 30min 的硝酸银 ( $\text{AgNO}_3$ )，用水溶解后，转移到容量瓶中，定容至 1000mL，储存于棕色瓶中。

2 5% 铬酸钾指示剂。称取 5g 铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) 溶于适量水中，然后逐滴加入硝酸银标准溶液至试液出现砖红色沉淀为止。放置一夜后过滤，滤液用水稀释至 100mL，储存于滴瓶中。

3 碳酸氢钠溶液。称取 1.7g 碳酸氢钠 ( $\text{NaHCO}_3$ ) 溶于水中，并用水稀释定容至 1000mL，其浓度约为 0.02mol/L。

4 0.1% 甲基橙指示剂。按 6.3.3 条 1 款配制。

6.4.4 试验应按下列步骤进行：

1 用移液管吸取试样浸出液 25mL 置于锥形瓶中，加 1~2 滴 0.1% 甲基橙指示剂，逐滴加入 0.02mol/L 碳酸氢钠溶液至试液呈纯黄色，控制 pH 值为 7。再加入 5~6 滴 5% 铬酸钾指示剂，用 0.02mol/L 硝酸银标准溶液滴定至试液生成砖红色沉淀为终点，记下硝酸银标准溶液的用量。

2 另取 25mL 水，按本条 1 款的步骤操作，作空白试验。

6.4.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算氯根的含量：

$$b(\text{Cl}^-) = \frac{(V_1 - V_2)c(\text{AgNO}_3)\frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_s} \quad (6.4.5-1)$$

$$\text{Cl}^- = b(\text{Cl}^-) \times 35.5 \times 10^{-6} \times 100 \quad (6.4.5-2)$$

$$\text{Cl}^- = b(\text{Cl}^-) \times 35.5 \quad (6.4.5-3)$$

式中:

$b(\text{Cl}^-)$  —— 氯根质量摩尔浓度, mmol/kg;

$\text{Cl}^-$  —— 氯根含量, % 或 mg/kg;

$V_1$  —— 浸出液消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;

$V_2$  —— 水 (空白) 消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;

35.5 —— 氯根摩尔质量, g/mol。

2 平行滴定误差不大于 0.1mL, 取算术平均值。计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.4.6 氯根测定试验的记录格式见表 6.4.6。

表 6.4.6 氯根测定记录表 ( $\text{AgNO}_3$  容量法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

硝酸银标准溶液浓度 \_\_\_\_\_ mol/L

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液 体积 mL	滴定		空白		测定结果		
		用量 mL	平均 mL	用量 mL	平均 mL	mmol/kg	%	mg/kg

## 6.5 硫酸根测定——EDTA 络合滴定法

6.5.1 本试验采用 EDTA 络合滴定法, 适用于硫酸根含量不小于 50mg/L 的岩石和土。

6.5.2 硫酸根含量的估测应按下列步骤进行:

1 将 5g 氯化钡 ( $\text{BaCl}_2$ ) 溶于 95mL 水中, 制成 5% 氯化钡溶液。将浓盐酸按 1:1 体积比与水混合均匀, 制成 1:1 盐酸。

2 取 5mL 试样浸出液置于试管中, 加入 2 滴 1:1 盐酸, 5 滴 5% 氯化钡溶液, 摇匀。根据溶液浑浊程度查表 6.5.2 估测硫酸根

含量，选择硫酸根测定方法。

表 6.5.2 硫酸根测定方法选择及钡镁合剂用量

加氯化钡后溶液 浑浊情况	硫酸根含量 mg/L	测定方法	吸取试样浸出液用量 mL	钡镁合剂用量 mL
数分钟后微浑浊	<10	比浊法	—	—
立即微浑浊	25~50	比浊法	—	—
立即浑浊	50~100	EDTA 法	25	4~5
立即沉淀	100~200	EDTA 法	25	8
立即大量沉淀	>200	EDTA 法	10	10~12

### 6.5.3 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管：容量 25mL，最小分度值 0.1mL。
- 3 烘箱。

### 6.5.4 试剂制备应符合下列规定：

- 1 1:4 盐酸溶液。将 1 份浓盐酸与 4 份水混合均匀。
- 2 钡镁合剂。称取 2.44g 氯化钡 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 和 2.04g 氯化镁 ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 溶解于水后，稀释定容至 1000mL。此溶液中钡镁离子浓度各为 0.01mol/L，每毫升约可沉淀 1mg 硫酸根。

3 pH10 氨缓冲溶液。称取 70g 氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 置于烧杯中，加适量水溶解后，再加入浓氨水 570mL，稀释至 1000mL。

4 铬黑 T 指示剂。称取 0.5g 铬黑 T 和 100g 烘干的氯化钠 ( $\text{NaCl}$ )，混合研细拌匀，储存于棕色瓶中。

5 0.01mol/L 锌基准溶液。称取 0.6358g 在 105℃~110℃温度下烘干的分析纯锌粉或粒置于烧杯中，分次加入 1:1 盐酸溶液 20mL~30mL，待锌完全溶解，然后移入 1000mL 容量瓶中，用

水稀释定容至刻度。

6 EDTA 标准溶液。称取 3.72g 乙二胺四乙酸二钠溶于热水中，冷却后移入容量瓶中，定容至 1000mL。

7 95%乙醇。

6.5.5 EDTA 标准溶液标定应符合下列规定：

1 用移液管吸取 3 份 0.01mol/L 锌基准溶液，每份 20mL，分别置于 3 个锥形瓶中，用适量水稀释后，加 10mL 氨缓冲溶液，少许铬黑 T 指示剂，再加 5mL 95%乙醇，然后用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为亮蓝色为终点，记下用量。

2 按下列公式计算 EDTA 标准溶液的浓度：

$$c(\text{EDTA}) = \frac{V(\text{Zn}^{2+})c(\text{Zn}^{2+})}{V(\text{EDTA})} \quad (6.5.5)$$

式中：

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液浓度，mol/L；

$V(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液用量，mL；

$c(\text{Zn}^{2+})$ ——锌基准溶液浓度，mol/L；

$V(\text{Zn}^{2+})$ ——锌基准溶液用量，mL。

3 3 份试样平行滴定，平行误差不大于 0.05mL，取算术平均值。计算精确至 0.0001mol/L。

6.5.6 试验应按下列步骤进行：

1 按表 6.5.2 估测硫酸根含量，吸取一定量试样浸出液置于锥形瓶中，用水稀释至约 25mL，投入刚果红试纸一片，滴加 1:4 盐酸溶液至试纸呈蓝色，再过量 2~3 滴，加热煮沸除去二氧化碳，趁热按表 6.5.2 的规定用滴定管准确滴加过量钡镁合剂，边滴边摇，直到预计的需要量（注意滴入量至少应过量 50%），继续加热煮沸 5min，取下冷却静置 2h。然后加 10mL 氨缓冲溶液，少许铬黑 T，5mL 95%乙醇，摇匀，用 EDTA 标准溶液滴定至试液由红色变为天蓝色为终点，记下用量。

2 另取一个锥形瓶加入约 25mL 水作空白试验，投入刚

果红试纸一片，滴加 1:4 盐酸溶液至试纸呈蓝色，再过量 2~3 滴，由滴定管准确滴加与本条 1 款步骤等量的钡镁合剂，然后加 10mL 氨缓冲溶液，少许铬黑 T，5mL 95% 乙醇，摇匀，用 EDTA 标准溶液滴定至试液由红色变为天蓝色为终点，记下用量。

3 再取一个锥形瓶加入与本条 1 款等体积的试样浸出液，然后按 6.8.4 条 1 款的步骤，测定同体积浸出液中钙镁对 EDTA 标准溶液的用量。

#### 6.5.7 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算硫酸根含量：

$$b(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{(V_3 + V_2 - V_1)c(\text{EDTA}) \frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_d} \quad (6.5.7-1)$$

$$\text{SO}_4^{2-} = b(\text{SO}_4^{2-}) \times 96 \times 10^{-6} \times 100 \quad (6.5.7-2)$$

$$\text{SO}_4^{2-} = b(\text{SO}_4^{2-}) \times 96 \quad (6.5.7-3)$$

式中：

$b(\text{SO}_4^{2-})$ ——硫酸根质量摩尔浓度，mmol/kg；

$\text{SO}_4^{2-}$ ——硫酸根含量，%或 mg/kg；

$V_1$ ——试样浸出液中钙镁与钡镁合剂对 EDTA 标准溶液的用量，mL；

$V_2$ ——用同体积钡镁合剂（空白）对 EDTA 标准溶液的用量，mL；

$V_3$ ——同体积试样浸出液中钙镁对 EDTA 标准溶液的用量，mL；

96——硫酸根摩尔质量，g/mol。

2 平行滴定误差不大于 0.1mL，取算术平均值。计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.5.8 EDTA 络合滴定法硫酸根测定试验的记录格式见表 6.5.8。

表 6.5.8 硫酸根测定记录表 (EDTA 法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

EDTA 标准溶液浓度 \_\_\_\_\_ mol/L

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液 体积 mL	V <sub>1</sub>		V <sub>2</sub>		V <sub>3</sub>		测定结果		
		用量 mL	平均 mL	用量 mL	平均 mL	用量 mL	平均 mL	mmol/kg	%	mg/kg

## 6.6 硫酸根测定——比浊法

6.6.1 本试验采用比浊法,适用于硫酸根含量小于 50mg/L 的岩石和土。

6.6.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 光电比色计或分光光度计。
- 2 天平:称量 200g,最小分度值 0.0001g。
- 3 电动磁力搅拌器。
- 4 量匙:容量 0.2mL~0.3mL。
- 5 筛子:孔径 0.60mm~0.85mm。
- 6 烘箱。

6.6.3 试剂制备应符合下列规定:

1 悬浊液稳定剂。将 30mL 浓盐酸 (HCl)、100mL 95% 的乙醇、300mL 水、25g 氯化钠 (NaCl) 混匀,之后再与 50mL 甘油混合均匀。

2 结晶氯化钡。将氯化钡 (BaCl<sub>2</sub>) 结晶过筛,取粒径在 0.60mm~0.85mm 之间的晶粒备用。

3 硫酸根 (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) 标准溶液:称取 0.1479g 在 105℃~110℃ 烘干的无水硫酸钠,用水溶解后转入容量瓶中,继续稀释定容至 1000mL,此溶液中硫酸根含量为 0.1mg/mL。



#### 6.6.4 试验应按下列步骤进行:

1 标准曲线的绘制。用移液管分别吸取 5, 10, 20, 30, 40mL 硫酸根标准溶液注入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 制成每 100mL 标准溶液中含 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0mg 硫酸根的标准系列, 分别转入烧杯中, 各加 5.0mL 悬浊液稳定剂和一量匙的结晶氯化钡, 置于电动磁力搅拌器上搅拌 1min。以水为参比, 在光电比色计上用紫色滤光片(如用分光光度计, 则用 400nm~450nm 的波长)进行比浊, 在 3min 内每隔 30s 测读一次悬浊液吸光值, 取稳定后的吸光值。以硫酸根含量为纵坐标, 相对应的吸光值为横坐标, 绘制关系曲线, 即为标准曲线。

2 硫酸根含量的测定。用移液管吸取 100mL 试样浸出液(当硫酸根含量大于 4mg/mL 时, 应少取浸出液并用水稀释至 100mL)置于烧杯中, 然后按本条 1 款的标准系列溶液加悬浊液稳定剂等步骤进行操作, 以同一试样浸出液为参比, 测定试样悬浊液的吸光值, 取稳定后的读数, 从标准曲线上查得相应硫酸根的含量。

#### 6.6.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算硫酸根含量:

$$SO_4^{2-} = \frac{m(SO_4^{2-}) \frac{V_w}{V_s}}{m_d \times 10^3} \times 100 \quad (6.6.5-1)$$

$$SO_4^{2-} = (SO_4^{2-} \%) \times 10^6 \quad (6.6.5-2)$$

$$b(SO_4^{2-}) = \frac{(SO_4^{2-} \%)}{96} \times 10^6 \quad (6.6.5-3)$$

式中:

$m(SO_4^{2-})$ ——由标准曲线查得硫酸根含量, mg;

$(SO_4^{2-} \%)$ ——硫酸根含量, 以小数计。

2 计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

#### 6.6.6 比浊法硫酸根测定试验的记录格式见表 6.6.6。

表 6.6.6 硫酸根测定记录表（比浊法）

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	吸光值	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 含量 mg	测定结果 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>		
				mmol/kg	%	mg/kg

## 6.7 钙离子测定

6.7.1 本试验采用 EDTA 络合滴定法，适用于各类岩石和土。

6.7.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 酸式滴定管：容量 25mL，最小分度值 0.1mL。
- 2 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。

6.7.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 2mol/L 氢氧化钠溶液。称取 8g 氢氧化钠溶于 100mL 无二氧化碳水中。
- 2 钙指示剂。称取 0.5g 钙指示剂与 50g 预先烘焙的氯化钠一起置于研钵中研细混合均匀，储存于棕色瓶中，保存于干燥器内。
- 3 EDTA 标准溶液。配制与标定按 6.5.4 条 6 款和 6.5.5 条的规定。
- 4 1:4 盐酸溶液。按 6.5.4 条 1 款配制。
- 5 95%乙醇。

6.7.4 试验应按下列步骤进行：

1 用移液管吸取 25mL 试样浸出液置于锥形瓶中，投入刚果红试纸一小片，滴加 1:4 盐酸溶液至试纸变为蓝色为止，煮沸除去二氧化碳（当浸出液中碳酸根和重碳酸根含量很少时，可省去此步骤）。

2 冷却后，加入 2mL 浓度为 2mol/L 的氢氧化钠溶液，控制

pH 值约为 12，摇匀。放置 1min~2min 后，加少许钙指示剂和 5mL 95% 乙醇，用 EDTA 标准溶液滴定至试液由红色变为浅蓝色为终点。记下 EDTA 标准溶液用量，估读至 0.05mL。

6.7.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算钙离子含量：

$$b(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V(\text{EDTA})c(\text{EDTA})\frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_d} \quad (6.7.5-1)$$

$$\text{Ca}^{2+} = b(\text{Ca}^{2+}) \times 40 \times 10^{-6} \times 100 \quad (6.7.5-2)$$

$$\text{Ca}^{2+} = b(\text{Ca}^{2+}) \times 40 \quad (6.7.5-3)$$

式中：

$b(\text{Ca}^{2+})$ ——钙离子质量摩尔浓度，mmol/kg；

$\text{Ca}^{2+}$ ——钙离子含量，% 或 mg/kg；

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液浓度，mol/L；

$V(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液用量，mL；

40——钙离子摩尔质量，g/mol。

2 平行滴定误差不大于 0.1mL，取算术平均值。计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.7.6 钙离子测定试验的记录格式见表 6.7.6。

表 6.7.6 钙离子测定记录表 (EDTA 法)

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

EDTA 标准溶液浓度\_\_\_\_\_ mol/L

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	EDTA		测定结果		
		用量 mL	平均 mL	mmol/kg	%	mg/kg

## 6.8 镁离子测定

6.8.1 本试验采用 EDTA 法, 适用于各类岩石和土。

6.8.2 主要仪器设备应符合 6.7.2 条的规定。

6.8.3 试剂制备应符合 6.5.4 和 6.7.3 条的规定。

6.8.4 试验应按下列步骤进行:

1 用移液管吸取 25mL 试样浸出液置于锥形瓶中, 加入 5mL pH10 氨缓冲溶液, 摇匀后加入少许铬黑 T 指示剂和 5mL 95% 乙醇, 充分摇匀, 用 EDTA 标准溶液滴定至试液由红色变为亮蓝色为终点, 记下钙镁离子对 EDTA 标准溶液的用量, 估读至 0.05mL。

2 用移液管吸取与本条 1 款等体积的试样浸出液, 按 6.7.4 条的试验步骤操作, 滴定钙离子对 EDTA 标准溶液的用量, 估读至 0.05mL。

6.8.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算镁离子含量:

$$b(\text{Mg}^{2+}) = \frac{(V_2 - V_1)c(\text{EDTA}) \frac{V_w}{V_s} \times 10^3}{m_d} \quad (6.8.5-1)$$

$$\text{Mg}^{2+} = b(\text{Mg}^{2+}) \times 24 \times 10^{-6} \times 100 \quad (6.8.5-2)$$

$$\text{Mg}^{2+} = b(\text{Mg}^{2+}) \times 24 \quad (6.8.5-3)$$

式中:

$b(\text{Mg}^{2+})$ ——镁离子质量摩尔浓度, mmol/kg;

$\text{Mg}^{2+}$ ——镁离子含量, % 或 mg/kg;

$V_2$ ——钙镁离子对 EDTA 标准溶液的用量, mL;

$V_1$ ——钙离子对 EDTA 标准溶液的用量, mL;

24——镁离子摩尔质量, g/mol。

2 平行滴定误差不大于 0.1mL, 取算术平均值。计算值精确

至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.8.6 镁离子测定试验的记录格式见表 6.8.6。

表 6.8.6 镁离子测定记录表 (EDTA 法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

EDTA 标准溶液浓度 \_\_\_\_\_ mol/L

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液 体积 mL	V <sub>1</sub>		V <sub>2</sub>		测定结果		
		用量 mL	平均 mL	用量 mL	平均 mL	mmol/kg	%	mg/kg

## 6.9 钙、镁离子测定——原子吸收分光光度法

6.9.1 本试验采用原子吸收分光光度法，适用于各类岩石和土。

6.9.2 主要仪器设备应符合下列规定：

1 原子吸收分光光度计：附有元素灯和空气与乙炔燃气等设备。

2 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。

6.9.3 试剂制备应符合下列规定：

1 钙离子标准溶液。称取 0.2497g 在 105℃~110℃温度下烘干的碳酸钙置于烧杯中，加入少量稀盐酸，完全溶解后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，储存于塑料瓶中。此溶液浓度  $\rho(\text{Ca}^{2+})$  为 100mg/L。

2 镁离子标准溶液。称取 0.1000g 光谱纯金属镁置于烧杯中，加入少量稀盐酸，完全溶解后移入 1000mL 容量瓶中，用

水稀释至刻度，储存于塑料瓶中。此溶液浓度  $\rho(\text{Mg}^{2+})$  为 100mg/L。

3 5%氯化镧溶液。称取 13.4g 光谱纯氯化镧 ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于 100mL 水中。

#### 6.9.4 试验应按下列步骤进行：

1 取 50mL 容量瓶 6 个，准确加入 0, 1, 3, 5, 7, 10mL 钙离子标准溶液和 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0mL 镁离子标准溶液，再各加入 5mL 5%氯化镧溶液，最后用水稀释至刻度。此系列相应浓度  $\rho(\text{Ca}^{2+})$  为 0, 2, 6, 10, 14, 20mg/L,  $\rho(\text{Mg}^{2+})$  为 0, 1, 2, 4, 6, 10mg/L。

2 分别选用钙和镁的空心阴极灯，波长钙离子 ( $\text{Ca}^{2+}$ ) 为 422.7nm，镁离子 ( $\text{Mg}^{2+}$ ) 为 285.2nm，以空气-乙炔燃气为工作条件，按原子吸收分光光度计的使用要求测定钙和镁的吸收值。以吸收值为纵坐标，钙、镁离子浓度为横坐标，分别绘制钙、镁的标准曲线。

3 用移液管吸取一定量的试样浸出液于 50mL 容量瓶中，控制钙离子浓度小于 20mg/L，镁离子浓度小于 10mg/L，加入 5mL 5%氯化镧溶液，用水稀释至 50mL。按本条 2 款条件和步骤分别测定钙和镁的吸收值，并用测得的钙、镁吸收值，从标准曲线查得相应的钙、镁离子浓度。

#### 6.9.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算钙、镁离子含量：

$$\text{Ca}^{2+} = \frac{\rho(\text{Ca}^{2+})V_c \frac{V_w}{V_s}}{m_d \times 10^3} \times 100 \quad (6.9.5-1)$$

$$\text{Ca}^{2+} = (\text{Ca}^{2+\%}) \times 10^6 \quad (6.9.5-2)$$

$$b(\text{Ca}^{2+}) = \frac{(\text{Ca}^{2+\%})}{40} \times 10^6 \quad (6.9.5-3)$$

$$\text{Mg}^{2+} = \frac{\rho(\text{Mg}^{2+})V_c \frac{V_w}{V_s}}{m_d \times 10^3} \times 100 \quad (6.9.5-4)$$

$$\text{Mg}^{2+} = (\text{Mg}^{2+\%}) \times 10^6 \quad (6.9.5-5)$$

$$b(\text{Mg}^{2+}) = \frac{(\text{Mg}^{2+\%})}{24} \times 10^6 \quad (6.9.5-6)$$

式中:

$\rho(\text{Ca}^{2+})$ ——由标准曲线查得钙离子浓度, mg/L;

$\rho(\text{Mg}^{2+})$ ——由标准曲线查得镁离子浓度, mg/L;

$(\text{Ca}^{2+\%})$ ——钙离子含量, 以小数计;

$(\text{Mg}^{2+\%})$ ——镁离子质量, 以小数计;

$V_c$ ——测定溶液定容体积, L。

2 计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.9.6 钙、镁离子原子吸收分光光度测定试验的记录格式见表 6.9.6-1 和表 6.9.6-2。

表 6.9.6-1 钙离子测定记录表(原子吸收法)

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	定容体积 L	吸收值	浓度 mg/L	测定结果		
					mmol/kg	%	mg/kg

表 6.9.6-2 镁离子测定记录表 (原子吸收法)

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	定容体积 L	吸收值	浓度 mg/L	测定结果		
					mmol/kg	%	mg/kg

## 6.10 钾、钠离子测定

6.10.1 本试验采用火焰光度法,适用于各类岩石和土。

6.10.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 火焰分光光度计。
- 2 天平:称量 200g,最小分度值 0.0001g。

6.10.3 试剂制备应符合下列规定:

1 钠离子标准溶液。称取 0.2542g 在 550℃ 温度下灼烧过的氯化钠 (NaCl),在少量水中溶解后,转入 1000mL 容量瓶中,继续用水稀释至刻度,储存于塑料瓶中。此溶液浓度  $\rho(\text{Na}^+)$  为 100mg/L。

2 钾离子标准溶液。称取 0.1908g 在 105℃~110℃ 温度下烘干的氯化钾 (KCl),在少量水中溶解后,转入 1000mL 容量瓶中,继续用水稀释至刻度,储存于塑料瓶中。此溶液浓度  $\rho(\text{K}^+)$  为 100mg/L。

6.10.4 试验应按下列步骤进行:

1 配制标准溶液系列。取 6 个 50mL 容量瓶,准确注入钠离子标准溶液和钾离子标准溶液各 0, 1, 5, 10, 15, 25mL,然后各用水稀释至刻度,此系列相应浓度  $\rho(\text{Na}^+)$  或  $\rho(\text{K}^+)$  为 0, 2,



10, 20, 30, 50mg/L。

2 按火焰分光光度计的使用要求,分别用钠滤光片和钾滤光片逐个测定其吸收值。然后分别以吸收值为纵坐标,以钠离子、钾离子浓度为横坐标,分别绘制钠、钾的标准曲线。

3 用移液管吸取一定量的试样浸出液置于 50mL 容量瓶中,用水稀释至 50mL,按本条 2 款条件和步骤分别用钠滤光片和钾滤光片测定其吸收值,并用测得的钠、钾吸收值,从标准曲线查得相应的钠、钾离子浓度。

6.10.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 应按下列公式计算钠、钾离子含量:

$$\text{Na}^+ = \frac{\rho(\text{Na}^+)V_c \frac{V_w}{V_s}}{m_d \times 10^3} \times 100 \quad (6.10.5-1)$$

$$\text{Na}^+ = (\text{Na}^+\%) \times 10^6 \quad (6.10.5-2)$$

$$b(\text{Na}^+) = \frac{(\text{Na}^+\%)}{23} \times 10^6 \quad (6.10.5-3)$$

$$\text{K}^+ = \frac{\rho(\text{K}^+)V_c \frac{V_w}{V_s}}{m_d \times 10^3} \times 100 \quad (6.10.5-4)$$

$$\text{K}^+ = (\text{K}^+\%) \times 10^6 \quad (6.10.5-5)$$

$$b(\text{K}^+) = \frac{(\text{K}^+\%)}{39} \times 10^6 \quad (6.10.5-6)$$

式中:

$\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ ——试样中钠、钾离子含量, %或 mg/kg;

$b(\text{Na}^+)$ 、 $b(\text{K}^+)$ ——试样中钠、钾离子质量摩尔浓度, mmol/kg;

$\rho(\text{Na}^+)$ 、 $\rho(\text{K}^+)$ ——由标准曲线查得的钠、钾离子浓度, mg/L;

$(\text{Na}^+\%)$ 、 $(\text{K}^+\%)$ ——试样中钠、钾离子含量, 以小数计;

$V_c$ ——测定溶液定容体积, =0.05L;

23、39——钠、钾离子摩尔质量, g/mol。

2 计算值精确至 0.01mmol/kg 或 0.001% 或 1mg/kg。

6.10.6 钠、钾离子测定试验的记录格式见表 6.10.6-1 和表 6.10.6-2。

表 6.10.6-1 钾离子测定记录表 (火焰光度法)

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	定容体积 L	吸收值	浓度 mg/L	测定结果		
					mmol/kg	%	mg/kg

表 6.10.6-2 钠离子测定记录表 (火焰光度法)

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	浸出液体积 mL	定容体积 L	吸收值	浓度 mg/L	测定结果		
					mmol/kg	%	mg/kg

## 7 中溶盐（石膏）试验

7.0.1 本试验采用酸浸提-质量法，适用于含石膏较多的土。

7.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 加热设备：电炉、高温炉。
- 3 过滤设备：漏斗及架。
- 4 制样设备：0.5mm 筛、玛瑙研钵。

7.0.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 0.25mol/L 盐酸溶液。量取 20.8mL 浓盐酸用水稀释至 1000mL。
- 2 1:1 盐酸溶液。取 1 份浓盐酸与 1 份水混合。
- 3 10% 氢氧化铵溶液。量取 31mL 浓氨水，用水稀释至 100mL。
- 4 10% 氯化钡溶液。称取 10g 氯化钡 ( $\text{BaCl}_2$ ) 溶于少量水中，稀释至 100mL。
- 5 1% 硝酸银溶液。称取 0.5g 硝酸银 ( $\text{AgNO}_3$ ) 溶于 50mL 水中，再加数滴浓硝酸酸化，储存于棕色滴瓶中。
- 6 甲基橙指示剂。称取 0.1g 甲基橙溶于 100mL 水中，储存于滴瓶中。

7.0.4 试验应按下列步骤进行：

- 1 将试样捏碎摊开于瓷盘中，除去试样中的杂物，置于阴凉通风处晾干，然后用四分法选取试样约 100g，置于玛瑙研钵中研磨，使其全部通过 0.5mm 筛备用。取风干试样按第 4 章要求测含水率。

- 2 根据硫酸根离子的含量，称取 1g~5g 制备好的风干试样，准确至 0.0001g。将风干试样放入 200mL 烧杯中，缓慢地加入

50mL 浓度为 0.25mol/L 的盐酸, 边加边搅拌, 如试样含有大量碳酸盐, 应继续加盐酸至试液无气泡产生为止, 放置过夜。

3 取溶液进行过滤, 沉淀用 0.25mol/L 盐酸淋洗至最后滤液中无硫酸根离子为止。可取最后溶液置于试管中, 加少许氯化钡溶液进行检验, 应无白色浑浊, 即得酸浸提液。

4 收集滤液置于烧杯中, 将其加热浓缩至约 150mL。冷却后, 加甲基橙指示剂, 用 10% 氢氧化铵溶液中和至溶液呈黄色为止。再用 1:1 盐酸溶液调至红色后, 多加 10 滴, 加热煮沸, 在搅拌下趁热缓慢滴加 10% 氯化钡溶液, 直至溶液中硫酸根离子沉淀完全, 并稍有过量为止。可采用让溶液静置澄清后, 沿杯壁滴加氯化钡溶液, 如无白色浑浊生成, 表示已沉淀完全。将处理后的滤液置于水浴锅上, 在 60℃ 保持 2h。

5 用定量滤纸过滤, 并用热水洗涤沉淀, 直到最后洗液无氯离子为止。可用 1% 硝酸银检验, 应无白色浑浊。

6 用滤纸包好沉淀, 放入预先已在 600℃ 温度下灼烧至恒量的瓷坩埚中, 置于电炉上灰化滤纸, 不得出现明火燃烧, 然后移入高温炉中, 控制在 600℃ 温度下灼烧 1h, 取出放于石棉网上稍冷, 再放入干燥器中冷却至室温, 称量, 准确至 0.0001g。再将其放入高温炉中控制在 600℃ 温度下灼烧 30min, 取出冷却, 称量。重复操作至恒量为止。

7 另取一份试样, 按 6.5 或 6.6 的要求测定易溶盐中的硫酸离子, 并求出水浸出液中硫酸根百分含量  $W(\text{SO}_4^{2-})_w$ 。

#### 7.0.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算石膏含量:

$$W(\text{SO}_4^{2-})_b = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.4116}{m_d} \times 100 \quad (7.0.5-1)$$

$$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = [W(\text{SO}_4^{2-})_b - W(\text{SO}_4^{2-})_w] \times 1.7922 \quad (7.0.5-2)$$

式中:

$W(\text{SO}_4^{2-})_b$ ——酸浸出液中硫酸根的含量, %;

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ——中溶盐(石膏)含量, %;

$W(\text{SO}_4^{2-})_w$ ——水浸出液中硫酸根的含量, %;

$m_1$ ——坩埚的质量, g;

$m_2$ ——坩埚加沉淀物质量, g;

$m_d$ ——烘干试样的质量, g;

0.4116——由硫酸钡换算成硫酸根的因数;

1.7922——由硫酸根换算成石膏的因数。

## 2 计算值精确至 0.01%。

7.0.6 每组试验的试样为两个, 两个平行试样试验结果误差不得大于 0.2%, 取其算术平均值。

7.0.7 中溶盐(石膏)试验的记录格式见表 7.0.7。

表 7.0.7 中溶盐(石膏)试验记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试 样质量 g	酸浸出液硫酸根含量						水浸出液硫 酸根含量 %	试验 结果 %
		坩埚号	坩埚 质量 g	坩埚加沉 淀物质量 g	沉淀物 质量 g	含量 %	平均 %		

## 8 难溶盐（碳酸钙）试验

### 8.1 简易碱吸收容量法

8.1.1 本试验采用适用于碳酸盐含量较低的土。

8.1.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 简易碱吸收容量法测定装置。
- 2 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 3 制样设备：0.15mm 筛、玛瑙研钵。

8.1.3 试剂制备应符合下列规定：

1 2mol/L 氢氧化钾溶液。将 112g 氢氧化钾（KOH）溶解于约 700mL 无二氧化碳的水中，稀释至 1000mL。储存于带有苏打石灰管的塑料瓶中。

2 2mol/L 盐酸溶液。将 167mL 浓盐酸稀释至 1000mL 水中。

3 1mol/L 盐酸溶液。将 83mL 浓盐酸稀释至 1000mL 水中。

4 溴甲酚绿指示剂。溶解 0.1g 溴甲酚绿于 250mL 浓度为 0.0006mol/L 的氢氧化钠溶液中。

5 百里酚蓝—酚酞试剂。将 1 份 0.1% 百里酚蓝的 50% 的酒精溶液与 3 份 0.1% 酚酞酒精溶液相混合。

6 0.1mol/L 盐酸标准溶液。将 8.3mL 浓盐酸稀释至 1000mL 水中。并按 6.3.3 条 4 款的规定进行标定。

8.1.4 试验应按下列步骤进行：

1 将试样捏碎摊开于瓷盘中，除去试样中杂物，置于阴凉通风处晾干，然后用四分法选取试样约 100g，置于玛瑙研钵中研磨，使其全部通过 0.15mm 筛备用。取风干试样按第 4 章要求测含水率。

2 根据碳酸钙的含量，称取 1g~8g 制备好的风干试样，准

确至 0.0001g。将风干试样放置于广口瓶底。在塑料杯中加入 5mL 浓度为 2mol/L 的氢氧化钾溶液，放置于广口瓶底，塞紧瓶塞勿使其漏气。将 50mL 医用注射器连接在乳胶管上端，捏开玻璃珠开关，从广口瓶中抽出 50mL 空气。

3 用注射器通过乳胶管向广口瓶中注入 20mL 浓度为 2mol/L 的盐酸溶液，乳胶管上端用止水夹夹紧，轻轻旋转广口瓶使试样与盐酸充分接触均匀。在室温下放置 16h~24h。

4 打开瓶塞，取出塑料杯，用 50mL 无二氧化碳的水将塑料杯中的氢氧化钾溶液洗入 200mL 三角瓶中。加 20 滴百里酚蓝—酚酞混合指示剂，用 1mol/L 盐酸溶液滴定至溶液由紫色变为淡红色时，改用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液刚出现黄色而红色又未完全消失（pH 值为 8.3）为止，不记用量。然后加入 16 滴溴甲酚绿指示剂，用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液由蓝色变为亮黄色（pH 值为 3.9）为止，记下这次滴定用量。

5 按本条 3、4 款步骤进行空白试验。

8.1.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算难溶盐碳酸钙含量：

$$\text{CaCO}_3 = \frac{2c(V_1 - V_2) \times 50 \times 10^3}{m_d} \times 100 \quad (8.1.5)$$

式中：

$\text{CaCO}_3$ ——难溶盐碳酸钙含量，%；

$c$ ——盐酸标准液浓度，mol/L；

$V_1$ ——以溴甲酚绿为指示剂滴定时盐酸标准溶液用量，mL；

$V_2$ ——空白试验，以溴甲酚绿为指示剂时盐酸标准溶液用量，mL；

50——碳酸钙摩尔质量的一半，kg/mol；

$m_d$ ——烘干试样质量，g。

2 计算值精确至 0.01%。

8.1.6 每组试验的试样为两个，两个平行试验的结果误差不得大于 0.2%，取其算术平均值。

8.1.7 简易碱吸收法难溶盐碳酸钙试验的记录格式见表 8.1.7。

表 8.1.7 难溶盐（碳酸钙）试验记录表（简易法）

工程名称\_\_\_\_\_ 试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_ 计算\_\_\_\_\_

盐酸标准溶液浓度\_\_\_\_\_ mol/L 校核\_\_\_\_\_

试样编号	烘干试样质量 g	盐酸标准溶液		试验结果	
		用量 mL	空白用量 mL	计算值 %	平均 %

## 8.2 气 量 法

8.2.1 本试验采用气量法，适用于碳酸盐含量较低的土。

8.2.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 二氧化碳约测计。
- 2 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 3 制样设备：0.5mm 筛、玛瑙研钵。
- 4 气压计。
- 5 温度计：量程 0℃～50℃，最小分度值 0.5℃。

8.2.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 1:3 盐酸溶液。取 1 份盐酸加 3 份水混合。
- 2 0.1% 甲基红溶液。溶解 0.1g 甲基红于 100mL 水中。

8.2.4 试验应按下列步骤进行：

- 1 按 8.1.4 条 1 款的步骤进行试样制备。



2 根据仪器使用要求安装好二氧化碳约测计，并检查约测计管路不得有漏气现象。打开阀门，将加有微量盐酸和 0.1% 甲基红溶液的红色水溶液注入量管中，至移动管和两量管三管水面齐平。

3 根据碳酸钙的含量称取 1g~5g 预先在 105℃~110℃ 温度下烘干的试样，准确至 0.0001g。将试样均匀铺于广口瓶瓶底，试样上放瓷坩埚，再对瓷坩埚注入适量 1:3 盐酸溶液，盖紧广口瓶塞，打开阀门，上下移动移动管，使移动管和两量管三管水面齐平。关闭阀门，记下量管的右管起始水位读数。

4 用长柄夹夹住广口瓶出口，轻轻摇动，使瓷坩埚中盐酸溶液倾出与试样充分反应。去除长柄夹，当量管的右管水面受到二氧化碳气体压力而下降时，打开阀门，使量管的左右管水面保持同一水平。静置 10min，至量管的右管水面稳定，再移动移动管使三管水面齐平，记下量管的右管最终水位读数，同时记下试验时的水温 and 大气压力。最终水位读数与起始水位读数之差即为产生的二氧化碳体积。

5 按本条 3、4 款的步骤进行空白试验。并从试样产生的二氧化碳体积中减去空白试验体积。

#### 8.2.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算气量法难溶盐含量：

$$\text{CaCO}_3 = \frac{V(\text{CO}_2) \rho(\text{CO}_2) \times 2.272}{m_d \times 10^6} \times 100 \quad (8.2.5)$$

式中：

$\text{CaCO}_3$  —— 难溶盐碳酸钙含量，%；

$V(\text{CO}_2)$  —— 二氧化碳体积，mL；

$\rho(\text{CO}_2)$  —— 在试验时的水温和大气压力下二氧化碳密度，由表 8.2.5 查得， $\mu\text{g/mL}$ ；

2.272 —— 由二氧化碳换算成碳酸钙 ( $\text{CaCO}_3 / \text{CO}_2$ ) 的因数；

$m_d$  —— 烘干试样质量，g。

表 8.2.5 不同温度和大气压力下 CO<sub>2</sub> 密度  $\mu\text{g/mL}$ 

温度 ℃	大气压力 kPa							
	98.925	99.591	100.125	100.791	101.325	101.991	102.525	103.191
28	1778	1791	1804	1817	1828	1837	1847	1856
27	1784	1797	1810	1823	1834	1843	1853	1863
26	1791	1803	1816	1829	1840	1849	1859	1869
25	1797	1810	1823	1836	1847	1856	1866	1876
24	1803	1816	1829	1842	1853	1862	1872	1882
23	1809	1822	1835	1848	1859	1868	1878	1888
22	1815	1828	1841	1854	1865	1875	1885	1895
21	1822	1835	1848	1861	1872	1882	1892	1902
20	1828	1841	1854	1867	1878	1888	1898	1908
19	1834	1847	1860	1873	1884	1894	1904	1914
18	1810	1853	1866	1879	1890	1900	1910	1920
17	1846	1860	1873	1886	1897	1907	1917	1927
16	1853	1866	1879	1892	1903	1913	1923	1933
15	1859	1872	1886	1899	1910	1920	1930	1940
14	1865	1878	1892	1906	1917	1927	1937	1947
13	1872	1889	1899	1912	1924	1934	1944	1954
12	1878	1892	1906	1919	1930	1940	1950	1960
11	1885	1899	1913	1926	1937	1947	1957	1967
10	1892	1906	1919	1933	1944	1954	1964	1974

2 计算值精确至 0.1%。

8.2.6 每组试验的试样为两个，两个试样试验的差值不得大于 0.5%，取其算术平均值。

8.2.7 气量法难溶盐碳酸钙试验的记录格式见表 8.2.7。

表 8.2.7 难溶盐（碳酸钙）试验记录表（气量法）

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试样 质量 g	初读数 mL	终读数 mL	体积 mL	水温度 ℃	大气 压力 kPa	试验结果	
							计算值 %	平均 %

## 9 有机质试验

9.0.1 本试验采用重铬酸钾容量法，适用于有机质含量不大于15%的土。

9.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 油浴锅：内盛植物油，应带铁丝笼。
- 3 温度计：量程 0℃～200℃，最小分度值 1℃。

9.0.3 本试验所用试剂应符合下列规定：

1 0.075mol/L 重铬酸钾标准溶液。称取 44.1231g 经磨细并在 105℃～110℃温度下烘干的重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ )，溶解于 800mL 水中（必要时可加热），缓缓加入 1000mL 浓硫酸，并不断搅拌，冷却后移至 2000mL 容量瓶中用水定容。

2 硫酸亚铁标准溶液。称取 56g 硫酸亚铁( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )溶于 800mL 水中，加 30mL 浓度为 3mol/L 的硫酸溶液，搅拌均匀，冷却至室温，稀释至 1000mL 储存于棕色瓶中。

3 邻菲罗啉指示剂。称取 0.695g 硫酸亚铁( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )和 1.485g 邻菲罗啉( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ )溶于 100mL 水中。此指示剂应储存于棕色瓶中封闭保存。

4 硫酸银。研成细粉。

5 灼烧土。取 200g 土样土并通过 0.25mm 筛，分装于数个瓷蒸发皿中，在 700℃～800℃温度下的高温炉中灼烧 1h～2h，将有机质完全烧尽后备用。

9.0.4 硫酸亚铁标准溶液的标定应符合下列规定：

1 由滴定管中准确滴出 10mL 重铬酸钾标准溶液 3 份至 150mL 三角瓶中，各用水稀释至 60mL。分别加入 3～5 滴邻菲罗啉指示剂，用配制的硫酸亚铁标准溶液滴定，使溶液由黄色经过

绿色突变至橙红色即为终点。估读至 0.05mL。

2 按式 (9.0.4) 计算硫酸亚铁标准溶液的浓度:

$$c(\text{FeSO}_4) = \frac{c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{V(\text{FeSO}_4)} \quad (9.0.4)$$

式中:

$c(\text{FeSO}_4)$ ——硫酸亚铁标准溶液的浓度, mol/L;

$V(\text{FeSO}_4)$ ——滴定硫酸亚铁标准溶液用量, mL;

$c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ ——重铬酸钾标准溶液浓度, mol/L;

$V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ ——取重铬酸钾标准溶液体积, mL。

3 三份平行滴定误差不大于 0.05mL, 取算术平均值。计算精确至 0.0001mol/L。

9.0.5 试验应按下列步骤进行:

1 称取 0.1g~0.5g 挑去植物根并过 0.15mm 筛的风干土样, 视土中有机质含量而定, 准确称至 0.0001g, 放入干燥试管底部, 加入约 0.1g 硫酸银 ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) 粉末, 用微量滴定管缓慢加入 10mL 重铬酸钾标准溶液, 摇匀, 在试管口上插上小漏斗。

2 将试管插入铁丝笼中, 放入预先加热至 190℃ 左右的油浴锅中, 试管内的液面应低于油面, 控制在 170℃~180℃ 的温度范围, 待试管内溶液开始沸腾时开始记时, 保持沸腾 5min, 取出铁丝笼, 待试管冷却, 擦净外部油液。

3 将试管内溶液倒入三角瓶中, 并用水洗涤试管内壁 2~3 次, 洗液一并倒入三角瓶中, 使溶液体积控制在 60mL。往试液中加 3~5 滴邻菲罗啉指示剂, 用硫酸亚铁标准溶液滴定至溶液由黄色经绿色突变为橙红色时为终点。记录硫酸亚铁标准溶液的用量, 估读至 0.05mL。

4 试验的同时, 用 0.2000g 灼烧过的土样代替被测土样, 按本条 1~3 款步骤进行全过程空白试验, 记录消耗的硫酸亚铁溶液, 估读至 0.05mL。也可采用纯砂进行空白试验。

## 9.0.6 试验成果整理应符合下列要求:

## 1 按下列公式计算有机质含量:

$$O_m = \frac{c(\text{FeSO}_4)(V_2 - V_1) \times 3 \times 10^3 \times 1.724}{m_d} \times 100 \quad (9.0.6)$$

式中:

 $O_m$ ——有机质含量, %; $V_2$ ——空白滴定硫酸亚铁标准溶液用量, mL; $V_1$ ——试样测定硫酸亚铁标准溶液用量, mL;

3——1/4 碳原子摩尔质量, g/mol;

1.724——有机碳换算成有机质的因数。

## 2 计算值精确至 0.01%。

## 9.0.7 本试验应进行平行试验, 平行试验误差不大于 0.05%, 取算术平均值。

## 9.0.8 有机质试验记录格式见表 9.0.8。

表 9.0.8 有机质试验记录表 (重铬酸钾容量法)

工程名称 \_\_\_\_\_ 试验 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_ 计算 \_\_\_\_\_

硫酸亚铁标准溶液浓度 \_\_\_\_\_ mol/L 校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干土质量 g	滴定用量 mL	空白试验用量 mL	有机质含量 %	平均 %

## 10 游离氧化铁试验

10.0.1 本试验方法适用于各类岩石和土。

10.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 分光光度计。
- 2 离心机：转速不小于 3000r/min。
- 3 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g；称量 200g，最小分度值 0.01g。
- 4 水浴锅：附温度控制器。
- 5 振荡器。
- 6 制样设备：0.15mm 筛、玛瑙研钵。

10.0.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 连二亚硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 2 氯化钠饱和溶液。
- 3 1mol/L 氯化钠溶液。称取 58.44g 氯化钠 ( $\text{NaCl}$ ) 溶于 1000mL 水中。
- 4 10% 盐酸羟胺。
- 5 1mol/L 碳酸氢钠溶液。称取 84.01g 碳酸氢钠 ( $\text{NaHCO}_3$ ) 溶于 1000mL 水中。
- 6 0.3mol/L 柠檬酸钠溶液。称取 88.23g 柠檬酸钠 ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于 1000mL 水中。
- 7 醋酸-醋酸钠缓冲溶液。称取 68g 醋酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 溶于 500mL 水中，加入 28.8mL 冰醋酸，用水稀释至 1000mL。
- 8 0.1% 邻菲罗啉。称取 1.0g 邻菲罗啉 ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 溶于加有 5mL 0.1mol/L 盐酸的 1000mL 水中。
- 9 达姆试剂。称取 62.1g 草酸铵、31.5g 草酸溶于 2500mL 水中，pH 值约为 8.2。

10 铁标准溶液。称取 0.7017g 硫酸亚铁铵  $((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$  溶于水中，加 5mL 浓硫酸，定容至 1000mL，此溶液含铁量为  $100\mu\text{g/mL}$ 。

11 铁标准溶液使用液。将  $100\mu\text{g/mL}$  铁标准溶液稀释 10 倍成为  $10\mu\text{g/mL}$  的使用液，供比色绘制标准曲线。

10.0.4 试验应按下列步骤进行：

1 配制标准系列。分别吸取 0, 1, 3, 5, 7, 9mL 浓度为  $10\mu\text{g/mL}$  的铁标准溶液使用液置于 50mL 容量瓶中，相应的含铁量为 0, 10, 30, 50, 70, 90 $\mu\text{g}$ ，加入 1mL 10% 盐酸羟氨摇匀放置 10min，加 5mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液，加入 3mL 0.1% 邻菲罗啉，加水至刻度，摇匀使其充分显色。

2 1h 后，按分光光度计使用要求，在波长为 508nm 处用 1cm 比色皿比色，测定其对应的消光值。以消光值为纵坐标，以含铁量为横坐标，绘制标准曲线。

3 称取过 0.15mm 筛的烘干试样 0.1g~0.5g，当游离氧化铁含量很低时，宜称取 0.5g~1.0g，准确至 0.0001g。将试样放入 50mL 离心管中，加入 20mL 浓度为 0.3mol/L 的柠檬酸钠溶液、2.5mL 浓度为 1mol/L 的碳酸氢钠溶液。

4 将离心管在水浴锅上加热至 80℃，加 0.5g 固体连二亚硫酸钠，不断搅拌 15min，然后再加 5mL 饱和氯化钠溶液，取出冷却，用离心机分离，澄清液倒入 250mL 容量瓶中，如此反复处理至土样呈灰白色。

5 用 1mol/L 氯化钠溶液洗涤离心管内残渣 2~3 次，澄清液一并倒入容量瓶中，定容待测游离氧化铁总量。

6 称取烘干土样 1g~2g，准确至 0.0001g，放入 100mL 经过烘干的棕色广口瓶中，用移液管或酸式滴定管加入 50mL 达姆试剂，加塞振荡 2h 后立即倒入离心管中用离心机分离，将澄清液倒入烘干的 100mL 试剂瓶中，定容，待测无定形游离氧化铁。

7 分别吸取一定量的上述两种待测液置于 50mL 容量瓶中，



按本条 1、2 款绘制标准曲线的规定做同样处理显色，根据消光值在标准曲线上查得其铁含量。

### 10.0.5 试验成果整理应符合下列要求：

#### 1 按下列公式计算游离氧化铁总量：

$$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{dt}} = \frac{F \cdot \frac{V_w}{V} \times 1.4297 \times 10^{-6}}{m_d} \times 100 \quad (10.0.5-1)$$

式中：

$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{dt}}$ ——游离氧化铁总量，%；

$F$ ——按待测液的消光值在标准曲线上查得的铁含量， $\mu\text{g}$ ；

$m_d$ ——烘干试样质量 g；

$V$ ——吸取待测液的体积，mL；

$V_w$ ——浸提液的总体积，mL；

1.4297——Fe 与  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的换算系数。

#### 2 按式 (10.0.5-2) 计算无定形游离氧化铁：

$$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{da}} = \frac{F_1 \cdot \frac{V_{w1}}{V_1} \times 1.4297 \times 10^{-6}}{m_d} \times 100 \quad (10.0.5-2)$$

式中：

$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{da}}$ ——无定形游离氧化铁含量，%；

$F_1$ ——按待测液的消光值在标准曲线上查得的铁含量， $\mu\text{g}$ ；

$V_{w1}$ ——达姆试剂浸提液的总体积，mL；

$V_1$ ——吸取浸提液的体积，mL。

#### 3 按下列公式计算结晶态游离氧化铁：

$$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{dc}} = (\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{dt}} - (\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{da}} \quad (10.0.5-3)$$

式中：

$(\text{Fe}_2\text{O}_3)_{\text{dc}}$ ——结晶态游离氧化铁含量，%。

4 计算值精确至 0.01%。

10.0.6 每组试验的试样为两个，两个试样的试验结果差值不得大于 0.1%，取其算术平均值。

10.0.7 游离氧化铁试验记录格式见表 10.0.7。

表 10.0.7 游离氧化铁试验记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

取样位置 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

(1) 游离氧化铁总量测定

试样 编号	烘干试 样质量 g	浸提液		消 光 值	从标准曲线上 查得的含铁量 $\mu\text{g}$	游离氧化铁含量	
		总体积 mL	吸取体积 mL			计算值 %	平均 %

(2) 无定形游离氧化铁测定

试样 编号	烘干试 样质量 g	浸提液		消 光 值	从标准曲线上 查得的含铁量 $\mu\text{g}$	游离氧化铁含量	
		总体积 mL	吸取体积 mL			计算值 %	平均 %

## 11 小于 2 $\mu$ m 粒组试样分离与制备

### 11.1 物理化学分离制备法

11.1.1 本方法适用于各类土，也适用于含黏土矿物的岩石。

11.1.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 烧杯：1000mL，2000mL 或 3000mL。
- 2 有机玻璃制多孔圆板搅拌器：直径略小于烧杯内径。
- 3 勾状虹吸管。
- 4 加热设备：电炉、水浴锅、沙浴、烘箱等。
- 5 电动搅拌器。
- 6 抽滤瓶、真空泵。
- 7 天平：称量 200g，最小分度值 0.01g。
- 8 筛：孔径 0.075mm。

11.1.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 0.1mol/L 盐酸溶液。8.5mL 浓盐酸加水稀释至 1000mL。
- 2 1:1 盐酸溶液。1 份浓盐酸和 1 份水混合均匀。
- 3 pH 值约为 4 的稀盐酸溶液。
- 4 KB 指示剂。称取 1 份酸性铬蓝 K、2 份萘酚绿 B 以及 100 份硫酸钾，先将硫酸钾 ( $K_2SO_4$ ) 研细，然后将酸性铬蓝 K 和萘酚绿 B 混入，共同研细，储存于棕色瓶中，放在干燥器中保存。
- 5 pH10 氨缓冲溶液。将 70g 氯化铵 ( $NH_4Cl$ ) 溶于水中，加 570mL 浓氨水，稀释至 1000mL。
- 6 酸化的硝酸银溶液。将 0.5g 硝酸银 ( $AgNO_3$ ) 溶于 50mL 水中，加少量浓硝酸酸化，储存于棕色瓶中。
- 7 95%乙醇。
- 8 30%双氧水。

9 柠檬酸钠缓冲溶液。取 188g 含 2 个水分子的柠檬酸钠，21g 重碳酸钠，175g 氯化钠溶于 2000mL 热水中，冷却，调节 pH 值至 7.3，并稀释至 2500mL，加入 0.2g 苯。

10 连二亚硫酸钠。

11 氯化钠。

12 丙酮。

13 氯化镁。

14 2% 碳酸钠溶液。

15 1:4 盐酸溶液。1 浓盐酸和 4 水 合均匀。

16 1:1 氨水。1 浓氨水和 1 水 合均匀。

17 饱和草酸铵溶液。称取 4g~5g 草酸铵  $((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4)$  加至 100mL 水中，加热溶解，放置冷却应有结晶析出。此时溶液即为饱和溶液。

11.1.4 试样制备应符合下列要求：

1 将风干土样碾碎，过 0.075mm 筛。含土的岩石，浸泡在水中，待软化后碾碎，摊开风干，过 0.075mm 筛。

2 根据小于  $2\mu\text{m}$  粒组含量需用量，称取 20g~50g 风干试样置于 中，用 量水润湿待用。

11.1.5 去除碳酸盐应按下列步骤进行：

1 用 1:4 盐酸溶液检验，如有二氧化碳逸出，应进行除碳酸盐步骤。

2 加入 100mL~200mL 浓度为 0.1mol/L 的盐酸溶液，当碳酸盐含量高时，可改用 0.2mol/L 盐酸溶液。充分搅拌使碳酸盐分解，静置澄清后用倾析法弃去上部清液，重复上述操作，如此反复处理至溶液无二氧化碳逸出为止。也可加入 200mL 水，充分搅拌后，在边加边搅拌的条件下，逐滴加入 1:1 盐酸溶液至溶液无二氧化碳逸出为止，溶液的 pH 值应能稳定在 4 左右。静置澄清后弃去上部清液。

3 用 pH 值约为 4 的稀盐酸溶液继续处理试样，并改用滤泵

抽滤，重复上述操作，直至滤液无  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  离子为止。

4 取滤液少许置于指形管中，加入 1mL~2mL pH10 氨缓冲溶液，使滤液 pH 值为 10（用 pH 试纸检验）。加入适量 KB 指示剂，若滤液呈红色，则表示有  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  离子存在。也可取滤液少许，加入饱和草酸铵溶液 1mL，煮沸 1min，若有  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  离子则滤液混浊。

5 洗尽  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  离子的试样继续用水抽滤洗至无  $\text{Cl}^-$  离子（用酸性硝酸银检验）为止。

#### 11.1.6 去除有机质应按下列步骤进行：

1 若试样有机质含量很少，不需双氧水处理，则只要洗至悬液分散不易澄清时即可。若试样有机质含量较多，应去除有机质。

2 将洗尽  $\text{Cl}^-$  离子的试样放在 40℃ 的水浴锅上加热，在不断搅拌下分次缓缓加入 20mL~50mL 30% 双氧水（若作用剧烈，可浸入冷水中加以抑制）。待作用减弱后，移至 60℃~70℃ 砂浴上加热以促进作用，蒸发至糊状时取下。

3 冷却至 40℃ 时再次缓缓加 10mL 30% 双氧水，重复本条 2 款步骤继续氧化有机质，一般反复处理 3 次即可。处理完毕后，煮沸逐去多余的双氧水。

#### 11.1.7 去除铁应按下列步骤进行：

1 向经去除碳酸盐和有机质的试样加入 200mL~400mL 柠檬酸钠缓冲溶液，在水浴锅上加热至 80℃。

2 在不断搅拌下分次加入 2g 连二亚硫酸钠粉末，并在 80℃ 温度下保持 15min~20min。在此期间应不断加以搅拌。

3 放置冷却澄清后弃去上部清液，若悬液不易澄清或抽滤时滤液混浊，可适量加入固体氯化钠和丙酮使悬液絮凝。

4 加入 100mL 柠檬酸钠缓冲溶液，充分搅拌后进行抽滤（或用倾析法）。然后用水洗涤、抽滤 2~3 次。

5 经处理后的试样应呈灰白色，若仍有红黄色，则应按本条 1~4 款步骤再次处理，一般处理 2~3 次即可。若试样不需要下

述处理，本步骤结束后即可进行小于  $2\mu\text{m}$  粒组分离。

6 碱分散处理，包括除去游离的硅、铝氧化物。将上述土样移至大瓷勺中加入 2% 碳酸钠溶液，使悬液的 pH 值为 9~10。在电动搅拌器的不断搅拌下煮沸 5min。放置澄清后，弃去上部清液。也可用 1:1 氨水调节 pH 值在 9 左右，则不需加热处理。

11.1.8 小于  $2\mu\text{m}$  粒组的分离应按下列步骤进行：

1 经处理后的土样盛于 1000mL 烧杯中，稀释成悬液。

2 用有机玻璃制多孔圆板搅拌器上下往复搅动悬液 10~20 次，静置于温度变化不大的地方。

3 根据水温和土的比重按表 11.1.8 所列的沉降时间，用勾状虹吸管吸取自液面以下 10cm 处虹吸管口以上全部悬液，吸出的悬液用烧杯盛装。

表 11.1.8 不同温度、比重下直径  $2\mu\text{m}$  的土粒沉降 10cm 距离所需时间

温度 ℃	比 重														
	2.60			2.65			2.70			2.75			2.80		
	h:min:s			h:min:s			h:min:s			h:min:s			h:min:s		
10	10	24	51	10	5	55	9	48	6	9	31	17	9	15	25
11	10	7	27	9	49	3	9	31	43	9	15	23	8	59	58
12	9	50	44	9	32	50	9	15	59	9	0	6	8	45	6
13	9	34	43	9	17	18	9	0	55	8	45	28	8	30	52
14	9	19	29	9	2	32	8	46	34	8	31	32	8	17	19
15	9	4	54	8	48	24	8	32	51	8	18	12	8	4	22
16	8	50	54	8	34	49	8	19	41	8	5	24	7	51	55
17	8	37	23	8	21	42	8	6	57	7	53	2	7	39	54
18	8	24	32	8	9	15	7	54	51	7	41	17	7	28	28
19	8	12	6	7	57	12	7	43	10	7	29	56	7	17	26
20	8	0	13	7	45	39	7	31	58	7	19	3	7	6	51

表 11.1.8 (续)

温度 ℃	比 重														
	2.60			2.65			2.70			2.75			2.80		
	h:min:s			h:min:s			h:min:s			h:min:s			h:min:s		
21	7	48	45	7	34	32	7	21	10	7	8	34	6	56	40
22	7	37	42	7	23	50	7	10	47	6	58	28	6	46	51
23	7	27	9	7	13	36	7	0	50	6	48	49	6	37	28
24	7	16	49	7	3	35	6	51	8	6	39	23	6	28	17
25	7	7	2	6	54	5	6	41	54	6	30	25	6	9	35
26	6	57	28	6	44	49	6	32	55	6	21	41	6	11	5
27	6	48	18	6	35	55	6	24	17	6	13	18	6	2	56
28	6	39	27	6	27	21	6	15	58	6	5	13	5	55	4
29	6	30	51	6	19	1	6	7	52	5	57	21	5	47	26
30	6	22	35	6	11	0	6	0	5	5	49	48	5	40	5

4 向烧杯中加入水至原体积，按本条 2、3 款步骤继续进行分离，如此反复直至虹吸出的大致是透明液体为止。

11.1.9 小于  $2\mu\text{m}$  粒组氢（铝）质试样的制备应按下列步骤进行：

1 将分离出的悬液加 1:4 盐酸溶液至 pH 值在 4 左右，使其絮凝，然后用倾析法或抽滤弃去上部清液。

2 将絮凝的小于  $2\mu\text{m}$  粒组用 pH 值为 4 左右的盐酸酸化的水处理 2~3 次，使其为  $\text{H}^+$  离子饱和。

3 用水或在不易澄清时用 95% 乙醇，通过抽滤或倾析法洗至无  $\text{Cl}^-$  离子。

4  $2\mu\text{m}$  粒组洗净后收集在烧杯中，在  $70^\circ\text{C}$  水浴锅上浓缩成泥糊，转至搪瓷盘摊开晾干，或在低于  $50^\circ\text{C}$  温度下烘干，磨细即成氢（铝）质小于  $2\mu\text{m}$  粒组试样。

## 11.2 湿研磨分离制备法

11.2.1 本方法适用于各类土，也适用于含黏土矿物的岩石。

11.2.2 主要仪器设备，应符合下列规定：

- 1 瓷研钵。
- 2 粗皮头研棒。
- 3 其他应符合 11.1.2 条的规定。

11.2.3 小于  $2\mu\text{m}$  粒组的分离按下列步骤进行：

- 1 试样制备应符合 11.1.4 条的要求。
- 2 用粗皮头研棒研磨试样约 15min，盛装于烧杯中，稀释成悬液。按 11.1.8 条 2~4 款的步骤分离出小于  $2\mu\text{m}$  粒组。

- 3 沉降分离几次以后悬液变清，此时将烧杯中的试样在  $70^{\circ}\text{C}$  左右水浴锅上浓缩至稠泥糊，用粗皮头研棒研磨约 15min，再稀释成悬液继续分离小于  $2\mu\text{m}$  粒组，直至虹吸出的大致是透明液体为止。

- 4 每次分离出的小于  $2\mu\text{m}$  粒组收集在烧杯中，在  $70^{\circ}\text{C}$  水浴锅上浓缩成泥糊转至搪瓷盘中晾干，或在低于  $50^{\circ}\text{C}$  温度下烘干，磨细备用。



## 12 岩石、土化学成分试验

### 12.1 试样制备

12.1.1 本方法采用干法研磨，适用于各类岩石和土作全样分析时的试样制备。

12.1.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 粉碎机。
- 2 铁研钵、瓷研钵或玛瑙研钵、磁铁块。
- 3 筛。孔径 0.075, 0.15mm。
- 4 烘箱和干燥器。

12.1.3 试样制备应按下列步骤进行：

1 取代表性岩石或土样风干。岩石用手锤将岩石制成碎块；土样碾碎。

2 将试样用铁研钵研磨，使之全部通过 0.075mm 筛，用磁铁块吸去铁屑。岩石样也可用粉碎机粉碎后，用铁研钵继续研磨。

3 对含有磁性矿物的试样，应采用瓷研钵或玛瑙研钵将试样研磨后，使之全部通过 0.15mm 筛。

4 将制备好的试样置于 105℃~110℃ 的温度下烘 6h，然后放入干燥器内冷却至室温待用。

### 12.2 烧失量试验

12.2.1 本试验采用灼烧法，适用于各类岩石和土。

12.2.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 高温电炉：最高使用温度不低于 1000℃。
- 2 瓷坩埚：容量 20mL~25mL。

- 3 干燥器：盛变色硅胶干燥剂。
- 4 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。

### 12.2.3 试验应按下列步骤进行：

1 将瓷坩埚放在已升温至 950℃ 的高温电炉中灼烧 1h，取出稍冷后置于干燥器中冷却 30min，称量。然后再放在高温电炉中灼烧 10min~20min，取出稍冷后置于干燥器中冷却 30min，称量。直至两次质量之差不超过 0.0005g，此即为灼烧后坩埚的质量。

2 称取 1g~2g 试样放于已知质量的瓷坩埚中，称量准确至 0.0001g。

3 将瓷坩埚放入高温电炉内，坩埚盖斜置于瓷坩埚上，徐徐升温至 950℃，恒温 1h。合上瓷坩埚，取出稍冷后置于干燥器内，冷却 30min 后，称量。如此反复操作，直至前后两次质量之差不大于 0.0005g。

### 12.2.4 试验成果整理应符合下列要求：

- 1 按下列公式计算烧失量：

$$LOI = \frac{m_d - m_1}{m_d} \times 100 \quad (12.2.4)$$

式中：

LOI——烧失量，%；

$m_d$ ——烘干试样质量，g；

$m_1$ ——灼烧试样质量，g。

- 2 计算值精确至 0.01%。

12.2.5 每组试验的试样为两个，两个试样的试验差值不大于 0.10%，取算术平均值。

12.2.6 烧失量试验记录格式见表 12.2.6。

表 12.2.6 烧失量试验记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验方法 灼烧法

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试样 质量 g	坩埚质量 g	坩埚加灼烧 试样质量 g	灼烧试样 质量 g	烧失量	
					试验值 %	平均 %

## 12.3 硅 的 测 定

12.3.1 本试验采用灼烧法，适用于各类岩石和土。进行全量分析时，试样应全部通过 0.075mm 筛；进行黏土矿物分析时，应采用小于 2 $\mu$ m 粒组试样。

12.3.2 主要仪器设备应符合下列规定：

1 加热设备：高温炉（附高温计及温度控制器）、电炉、水浴锅。

2 铂坩埚：容量 25mL~30mL，坩埚钳用铂片包头。

3 银坩埚、普通坩埚钳。

4 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。

5 瓷坩埚：容量 25mL~30mL。

12.3.3 试剂制备应符合下列规定：

1 无水碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。用时烘干磨细。

2 粒状氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ )。

3 无水乙醇和 95% 乙醇。

4 1:1 盐酸溶液。1 份浓盐酸和 1 份水混合均匀。

5 1% 动物胶（明胶）溶液：称 1g 动物胶加热溶于 100mL 水中，应即用即配。

6 浓盐酸 ( $\text{HCl}$ )。

7 20%硫氰酸钾溶液。称 20g 硫氰酸钾(KCNS)溶于 100mL 水中。

8 0.5%盐酸溶液。将 5mL 浓盐酸稀释至 1000mL。

9 酸化的硝酸银溶液。

#### 12.3.4 碳酸钠碱熔法试样溶液制备应符合下列规定：

1 准确称取 3g~5g 无水碳酸钠，在玛瑙研钵中研细后，取一部分铺在铂坩埚底部。

2 准确称取 0.2g~0.5g 过 0.15mm 筛的试样，放入装有碳酸钠的铂坩埚内，再用余下的碳酸钠覆盖于试样表面，压平后加盖并留有缝隙。

3 将铂坩埚放在高温炉内，逐渐升温至 900℃~950℃，并保持 30min，然后用铂头坩埚钳取出，趁热观察熔融物是否透明，并小心地旋转一圈。若熔融物既能转动并附于坩埚上，又透明，表示试样已熔融好。否则，应继续熔融。

4 试样熔好后，将铂坩埚放在干净的石棉板上，当冷却至 80℃~90℃时，将铂坩埚下部浸入冷水中，使熔块脱离坩埚壁。若熔块不易脱离，可向铂坩埚内加 4mL~5mL 水，并在电炉上加热近沸，促使熔块脱出。

5 将脱出的熔块连同铂坩埚及坩埚盖一起放至 250mL 烧杯中，加少量的乙醇和水湿润熔块和铂坩埚，用表面皿盖住烧杯，沿其内壁缓慢加入 30mL 1:1 盐酸溶液，应防止随二氧化碳急剧逸出而使溶液溅失。待熔块溶解完全后，用水洗净并取出铂坩埚和坩埚盖，再洗净表面皿和烧杯内壁，此溶液作硅测定用。

#### 12.3.5 氢氧化钠碱熔法试样溶液制备应符合下列规定：

1 准确称取 0.2g~0.5g 试样，放在银坩埚底部，轻轻振动使试样铺开。加入 4~5 滴 95%乙醇使其润湿，将 2g~4g 粒状氢氧化钠铺在试样上面，盖上坩埚盖并留有缝隙，置于高温炉内。逐渐升高炉温，在 350℃温度下保持 5min~10min，然后继续升温至 700℃~720℃，保持 15min~20min 使试样熔融。

2 试样熔融好后取出,小心地旋转银坩埚使熔融物附着于坩埚壁上,放在干净石棉板上。冷却后将银坩埚移至 250mL 的烧杯中,加入 50mL 的水,在电炉上加热至 80℃左右,并不断搅拌使熔块从银坩埚中脱出。用 1:4 盐酸和水洗净,并取出银坩埚。

3 在不断搅拌下,分次加入 20mL 左右的浓盐酸,使熔块全部溶解为透明溶液,此溶液作硅测定用。

#### 12.3.6 试验应按下列步骤进行:

1 将 12.3.4 条或 12.3.5 条中盛有测硅溶液的烧杯盖上表面皿,放入水浴锅内蒸至糊状取下,加入 20mL 浓盐酸,搅拌后放置过夜。也可采用煮沸 10min 的方法代替水浴锅加热。

2 将盛有新鲜配制的 1%动物胶溶液的烧杯与盛有测硅溶液的烧杯同时放入水浴锅中,并使容器内的液面控制在水浴锅水面以下。当这两种溶液温度上升至 70℃时,将 10mL 动物胶溶液缓慢加至盛有测硅溶液的烧杯中,边加边搅拌,持续搅拌 5min,并在 70℃温度下保持 10min,使硅酸溶胶絮凝。

3 取出瓷勺冷却,用中速滤纸过滤硅胶沉淀。滤液盛于 250mL 容量瓶中,用热的 0.5%盐酸洗涤沉淀至无  $\text{Fe}^{3+}$  离子反应为止,可采用 20%硫氰酸钾溶液检验滤液不显红色,定容,以备测定铁、铝、钙、镁等用,也可用于测钾。

4 将洗净的沉淀用滤纸包好,放入已恒量过的瓷坩埚中,在电炉上灰化。在灰化过程中,坩埚应半开。开始是低温,待发烟后逐渐升温,不得出现明火,停止冒烟后,进一步增高温度使灰化完全。碳化的滤纸应全部灰化成白色。

5 擦净坩埚外壁及底部,放至高温炉中灼烧到 950℃,保持 1h,取出,稍冷,放入干燥器中 30min,冷却后称量。再在相同条件下灼烧 30min,称量。如此反复操作,直至两次称量之差不大于 0.0005g。

6 在进行硅测定的同时,应进行空白试验。

#### 12.3.7 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算试样中硅的含量:

$$\text{SiO}_2 = \frac{(m_1 - m_{01}) - (m_2 - m_{02})}{m_d} \times 100 \quad (12.3.7)$$

式中:

$\text{SiO}_2$ —— $\text{SiO}_2$  含量, %;

$m_d$ ——烘干试样质量, g;

$m_1$ ——坩埚加  $\text{SiO}_2$  沉淀质量, g;

$m_2$ ——坩埚加空白质量, g;

$m_{01}$ ——有  $\text{SiO}_2$  坩埚质量, g;

$m_{02}$ ——空白坩埚质量, g。

2 计算值精确至 0.01%。

12.3.8 每组试验的试样为两个, 两个试样试验结果的差值不应大于 0.40%, 取其算术平均值。

12.3.9 硅的测定试验记录格式见表 12.3.9。

表 12.3.9 硅的测定试验记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验方法 动物胶质量法 \_\_\_\_\_

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试 样质量 g	试 验			空 白			SiO <sub>2</sub> 含量	
		坩埚 编号	坩埚 质量 g	坩埚加 SiO <sub>2</sub> 质量 g	坩埚 编号	坩埚 质量 g	坩埚加 空白质量 g	试验值 %	平均 %

## 12.4 铁 的 测 定

12.4.1 本试验采用 EDTA 法, 适用范围和试样应符合 12.3.1 条的规定。

12.4.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 天平: 称量 200g, 最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管: 容量 50mL, 最小分度值 0.1mL。
- 3 电炉。
- 4 移液管。

12.4.3 试剂制备应符合下列规定:

- 1 1mol/L 盐酸溶液。将 8.3mL 浓盐酸用水稀释至 100mL。
- 2 1:1 氢氧化铵溶液。1 份浓氨水和 1 份水混合均匀。
- 3 1:1 盐酸溶液。
- 4 10% 磺基水杨酸溶液。将 10g 磺基水杨酸溶于水中, 稀释至 100mL。

5 pH10 氨缓冲溶液。70g 氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 溶于水中, 加 570mL 浓氨水, 稀释至 1000mL。

6 铬黑 T 指示剂。将 0.5g 铬黑 T 与 100g 干燥的氯化钠共同研细, 储存于棕色瓶中, 放在干燥器中保存。

7 0.01mol/L 锌标准溶液。准确称取 0.6538g 经干燥过的纯锌粒置于烧杯中, 分次加入少量的 1:1 盐酸溶液, 使之完全溶解, 然后移至 1000mL 容量瓶中定容。

8 0.01mol/L EDTA 标准溶液。准确称取 3.72g 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA 二钠盐) 溶于热水中, 并稀释至 1000mL。

12.4.4 EDTA 标准溶液的标定应符合下列规定:

1 用移液管吸取 20mL 锌标准溶液 3 份, 分别置于锥形瓶中, 加水 50mL, 加 10mL 氨缓冲溶液, 少许铬黑 T 指示剂, 5mL 95% 乙醇, 用配制的 EDTA 标准溶液滴定到溶液由红色变为亮蓝色为终点, 记录其用量, 估读至 0.05mL。

2 按下列公式计算 EDTA 标准溶液浓度:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c(\text{Zn}^{2+})V}{V(\text{EDTA})} \quad (12.4.4)$$

式中:

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

$c(\text{Zn}^{2+})$ ——锌标准溶液的浓度, mol/L;

$V$ ——锌标准溶液的体积, mL;

$V(\text{EDTA})$ ——滴定时 EDTA 标准溶液的用量, mL。

3 3 份平行样滴定误差不大于 0.05mL, 取算术平均值。计算精确至 0.0001mol/L。

#### 12.4.5 试验应按下列步骤进行:

1 去硅溶液试样应按 12.3.6 条 1~3 款步骤制取, 并记下溶液总量。

2 用移液管吸取 25mL 去硅溶液, 移至锥形瓶中, 放入一小片刚果红试纸。逐滴滴加 1:1 氢氧化铵溶液, 使刚果红试纸由蓝色变为红色, 再加入 5mL 浓度为 1mol/L 的盐酸溶液, 用水稀释至 100mL。

3 将溶液加热至 50℃~60℃, 加入 1mL 10% 磺基水杨酸溶液, 趁热用 EDTA 标准溶液滴定至溶液紫红色消失出现亮黄色为终点, 记录 EDTA 标准溶液的用量, 估读至 0.05mL。

#### 12.4.6 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算铁的含量:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{c(\text{EDTA})V \frac{V_0}{V_1} \times 79.85 \times 10^{-3}}{m_d} \times 100 \quad (12.4.6)$$

式中:

$\text{Fe}_2\text{O}_3$ —— $\text{Fe}_2\text{O}_3$  含量, %;

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液浓度, mol/L;

$V$ ——EDTA 标准溶液用量, mL;

$V_0$ ——去硅溶液总体积, mL;

$V_1$ ——吸取去硅溶液体积, mL;

79.85——氧化铁摩尔质量之半, g/mol。



# DL/T 5357 — 2006

2 计算值精确至 0.01%。

12.4.7 每组试验试样为两个，两个试样试验的差值不得大于 0.15%，取其算术平均值。

12.4.8 铁的测定试验记录格式见表 12.4.8。

表 12.4.8 铁的测定试验记录表

工程名称 \_\_\_\_\_ 试验 \_\_\_\_\_  
 试验方法 EDTA 容量法 计算 \_\_\_\_\_  
 试验日期 \_\_\_\_\_ 校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试样 质量 g	去硅溶液		EDTA 标准溶液		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含量	
		总体积 mL	取用量 mL	浓度 mol/L	用量 mL	计算值 %	平均值 %

## 12.5 铝的测定——差减法

12.5.1 本试验采用差减法，适用范围和试样应符合 12.3.1 条的规定。在进行本试验的同时，应按 12.4 节进行铁的测定。

12.5.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 天平：称量 200g，最小分度值 0.0001g。
- 2 加热设备：高温炉、电炉。
- 3 移液管。

12.5.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1 1:1 氢氧化铵溶液。
- 2 2%硝酸铵溶液。将 20g 硝酸铵 (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) 溶于 1000mL 水中，用氢氧化铵调至中性。
- 3 1:1 盐酸溶液。
- 4 酸化的硝酸银溶液。
- 5 0.1%甲基红溶液。

## 12.5.4 试验应按下列步骤进行:

1 去硅溶液试样应按 12.3.6 条 1~3 款步骤制取, 并记下溶液总量。

2 用移液管吸取去硅溶液 50mL 或 100mL, 移至 250mL 烧杯中, 加热近沸, 慢慢加入 1:1 氢氧化铵溶液, 边加边搅拌, 直至溶液由透明黄色突变混浊, 然后稍过量一些, 使溶液 pH 值接近于 7, 应采用 pH 试纸检验。

3 将烧杯中的沉淀物加热煮沸 1min~2min, 取下趁热过滤, 滤液盛于 250mL 或 500mL 容量瓶中。

4 用热的 2% 硝酸铵溶液洗涤烧杯及漏斗上的沉淀物 2~3 次。

5 将沉淀物连同滤纸移入原烧杯中, 加 5mL 1:1 盐酸溶液使其沉淀溶解, 将滤纸搅碎后, 加入 50mL 的水, 加热近沸, 加 2 滴甲基红指示剂, 慢慢加入 1:1 氢氧化铵溶液, 使溶液由红色变为黄色, 进行第二次沉淀。

6 沉淀后按本条 2 款步骤煮沸、过滤, 用 2% 硝酸铵溶液洗涤至无氯离子反应为止 (用酸化硝酸银检验)。

7 将接有滤液的容量瓶定容, 以备测钙、镁用。

8 将洗净的沉淀物连同滤纸包好, 放至已恒重过的瓷坩埚中, 按 12.3.6 条 4~5 款步骤进行灰化、灼烧至恒量。

9 试验同时应进行空白试验。

## 12.5.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算三价氧化物总量:

$$R_2O_3 = \frac{[(m_1 - m_{01}) - (m_2 - m_{02})] \times \frac{V_0}{V}}{m_d} \times 100 \quad (12.5.5-1)$$

式中:

$R_2O_3$ —— $R_2O_3$  含量, %;

$m_1$ ——坩埚加  $R_2O_3$  沉淀质量, g;

$m_2$ ——坩埚加空白质量, g;

$m_{01}$ ——有  $R_2O_3$  坩埚质量, g;

$m_{02}$ ——空白坩埚质量, g;

$V_0$ ——去硅溶液总体积, mL;

$V$ ——吸取去硅溶液体积, mL。

## 2 按下列公式计算铝含量:

$$Al_2O_3 = R_2O_3 - Fe_2O_3 \quad (12.5.5-2)$$

式中:

$Al_2O_3$ —— $Al_2O_3$  含量, %;

$Fe_2O_3$ —— $Fe_2O_3$  含量, %。

## 3 计算值精确至 0.01%。

12.5.6 每组试验的试样为两个, 两个试样试验结果的差值不得大于 0.30%, 取其算术平均值。

12.5.7 差减法铝的测定记录格式见表 12.5.7

表 12.5.7 铝的测定记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验方法 差减法

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干 试样 质量 g	去硅 溶液		试验			空白			$R_2O_3$ 含量		$Fe_2O_3$ 含量 %	$Al_2O_3$ 含量 %
		总体 积 mL	取用 量 mL	坩埚 编号	坩埚 质量 g	坩埚加 $R_2O_3$ 质量 g	坩埚 编号	坩埚 质量 g	坩埚加 空白 质量 g	计算 值 %	平均 %		

## 12.6 铝的测定——EDTA-NaF 容量法

12.6.1 本试验采用 EDTA-NaF 法, 适用范围和试样应符合 12.3.1 条的规定。

12.6.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 天平: 称量 200g, 最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管: 容量 50mL, 最小分度值 0.1mL。
- 3 加热设备: 电炉。
- 4 移液管。

12.6.3 试剂制备应符合下列规定:

- 1 0.02mol/L EDTA 标准溶液。
- 2 0.02mol/L 锌标准溶液。
- 3 1%二甲酚橙溶液。将 1g 二甲酚橙溶于 100mL 水中。
- 4 0.05%亚甲基蓝溶液。将 0.05g 亚甲基蓝溶于 100mL 水中。
- 5 0.1%甲基红溶液。
- 6 pH6 醋酸-醋酸钠缓冲溶液。将 136g 醋酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于少量水中, 加 3.3mL 冰醋酸, 稀释至 1000mL。
- 7 1:1 氢氧化铵溶液。
- 8 1:2 硝酸溶液。将 1 份浓硝酸与 2 份水混合。
- 9 氟化钠。

12.6.4 试验应按下列步骤进行:

1 去硅溶液试样应按 12.3.6 条 1~3 款步骤制取, 并记下溶液总量。

2 用移液管吸取 25mL 去硅溶液放入锥形瓶中, 加入 25mL EDTA 标准溶液, 加热煮沸 2min~3min, 冷却。加 1 滴 0.1% 甲基红溶液, 用 1:1 氢氧化铵溶液中和至黄色, 再用 1:2 硝酸溶液调至红色。加入 10mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液, 稀释至 100mL。加入 1 滴 0.05% 亚甲基蓝溶液以及 3 滴 1% 二甲酚橙溶液, 用锌标准溶液滴定过量的 EDTA, 至溶液由黄色变为深橙色。

3 加入 1g 氟化钠, 煮沸 3min~5min, 冷却。用水冲洗瓶壁, 再加入 1~2 滴 1% 二甲酚橙溶液, 用锌的标准溶液滴定至溶液由黄绿色变为深橙色为终点, 记录滴定用量, 估读至 0.05mL。

12.6.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算铝的含量:

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{c(\text{Zn}^{2+}) \times V_1 \frac{V_0}{V} \times 50.98 \times 10^{-3}}{m_d} \times 100 \quad (12.6.5)$$

式中:

$\text{Al}_2\text{O}_3$ —— $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量, %;

$c(\text{Zn}^{2+})$ ——锌标准溶液浓度, mol/L;

$V_0$ ——去硅溶液总体积, mL;

$V$ ——吸取去硅溶液总体积, mL;

$V_1$ ——第二次滴定时锌标准溶液用量, mL;

50.98—— $1/2 \text{Al}_2\text{O}_3$  的摩尔质量, g/mol。

2 计算精确至 0.01%。

12.6.6 每组试验的试样为两个, 两个试样试验结果的差值不得大于 0.1%, 取其算术平均值。

12.6.7 EDTA-NaF 容量法铝的测定记录格式见表 12.6.7。

表 12.6.7 铝的测定记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验方法 EDTA-NaF 容量法

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干试 样质量 g	去硅溶液		锌标准溶液		$\text{Al}_2\text{O}_3$ 含量	
		总体积 mL	取用量 mL	浓度 mol/L	用量 mL	计算值 %	平均 %

## 12.7 钙、镁的测定

12.7.1 本试验采用 EDTA 法, 适用范围和试样应符合 12.3.1 条的规定。

12.7.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 天平: 称量 200g, 最小分度值 0.0001g。
- 2 酸式滴定管: 容量 50mL 或 25mL, 最小分度值 0.1mL。
- 3 加热设备: 烘箱或砂浴。
- 4 移液管。

12.7.3 试剂制备应符合下列规定:

- 1 浓硝酸。
- 2 浓盐酸。
- 3 1:1 盐酸。
- 4 钙指示剂。将 0.5g 钙指示剂与 10g 已烘干的氯化钠共同研细, 储存于棕色瓶中, 放在干燥器中保存。
- 5 铬黑 T 指示剂。将 0.5g 铬黑 T 与 100g 已烘干的氯化钠共同研细, 储存于棕色瓶中, 放在干燥器中保存。
- 6 KB 指示剂。
- 7 2mol/L 氢氧化钠溶液。称取 8g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于 100mL 水中。
- 8 0.01mol/L 锌标准溶液。
- 9 0.01mol/L EDTA 标准溶液。
- 10 95% 乙醇。
- 11 pH10 氨缓冲溶液。

12.7.4 试验应按下列步骤进行:

1 经沉淀  $R_2O_3$  后的滤液应按 12.5.4 条 1~7 款步骤制取, 并记下滤液总量。试样也可采用按 12.3.6 条制取的去硅溶液。

2 用移液管吸取 25mL 滤液, 移至 250mL 烧杯中, 在电热板上蒸干, 加 20mL 浓硝酸, 再蒸干。用水冲洗烧杯内壁, 加 15mL

浓硝酸，再蒸干。

3 沿烧杯壁慢慢加入 15mL 浓盐酸，蒸干。用水冲洗烧杯内壁，加 10mL 浓盐酸，再蒸干。然后加入 1mL 1:1 盐酸和少量水，加热使蒸干物溶解，冷却，加入 2mL 浓度为 2mol/L 的氢氧化钠溶液，摇匀 1min~2min 使镁离子沉淀，加少许钙指示剂，5mL 95% 乙醇，及时用 EDTA 标准溶液进行钙的滴定，滴定至溶液由酒红色变为浅蓝色为终点。若采用银坩埚熔样的溶液应改用 KB 指示剂。记录 EDTA 标准溶液用量，估读至 0.05mL。

4 当采用去硅溶液测钙、镁时，应向该溶液加入掩蔽剂如三乙醇胺、盐酸羟胺等，消除铁、铝等干扰，用 EDTA 标准溶液进行钙的滴定。

5 用移管吸取 25mL 滤液，移至 250mL 烧杯中，按本条 2、3 款进行去铵盐处理。若吸取去硅溶液，则同本条 4 款。

6 加氨缓冲溶液 5mL，摇匀后加少许铬黑 T 指示剂，5mL 95% 乙醇，充分摇匀，用 EDTA 标准溶液进行钙镁含量的滴定，滴定至溶液变为亮蓝色为终点。采用银坩埚熔样的溶液应改用 KB 指示剂。记录 EDTA 标准溶液用量，估读至 0.05mL。

7 试验同时应进行空白试验。

12.7.5 试验成果整理应符合下列要求：

1 按下列公式计算钙、镁的含量：

$$\text{CaO} = \frac{c(\text{EDTA})(V_1 - V_{01}) \times 56.08 \times 10^{-3}}{m_c \frac{V}{V_0} \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad (12.7.5-1)$$

$$\text{MgO} = \frac{c(\text{EDTA})[(V_2 - V_{02}) - (V_1 - V_{01})] \times 40.31 \times 10^{-3}}{m_d \frac{V}{V_0} \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad (12.7.5-2)$$

式中：

CaO——CaO 含量, %;

MgO——MgO 含量, %;

 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液浓度, mol/L; $V_1$ ——滴定钙时 EDTA 标准溶液用量, mL; $V_{01}$ ——滴定钙空白时 EDTA 标准溶液用量, mL; $V_2$ ——滴定同体积溶液中钙、镁含量时, EDTA 标准溶液用量, mL; $V_{02}$ ——滴定钙、镁含量空白时, EDTA 标准溶液用量, mL; $V_0$ ——去  $\text{R}_2\text{O}_3$  滤液或去硅溶液总体积, mL; $V$ ——测定时吸取滤液或去硅溶液体积, mL;

25/250——由测定滤液 250mL 中, 吸取 25mL 测钙的稀释倍数;

56.08——氧化钙摩尔质量, g/mol;

40.31——氧化镁摩尔质量, g/mol。

2 计算值精确至 0.01%。

12.7.6 试验每组试验的试样为两个, 两个试样试验结果的差值不得大于 0.15%, 取算术平均值。

12.7.7 钙、镁的测定试验记录格式见表 12.7.7。

表 12.7.7 钙、镁的测定记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法 EDTA 法

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	烘干 试样 质量 g	去硅 溶液		沉淀 $R_2O_3$ 滤液		EDTA 标准溶液					CaO 含量		MgO 含量	
		总 体 积 mL	取 用 量 mL	总 体 积 mL	取 用 量 mL	浓 度 mol/L	滴 钙 用 量 mL	滴 钙 空 白 mL	滴 钙 镁 用 量 mL	滴 钙 镁 空 白 mL	计 算 值 %	平 均 %	计 算 值 %	平 均 %



## 12.8 钾、钠的测定

12.8.1 本试验采用火焰光度法, 适用范围和试样应符合 12.3.1 条的规定。对于小于  $2\mu\text{m}$  粒组土样, 仅进行钾的测定。

12.8.2 主要仪器设备应符合下列规定:

- 1 火焰分光光度计。
- 2 天平: 称量 200g, 最小分度值 0.0001g。
- 3 加热设备: 高温炉 (附高温计和温度控制器)、电炉。
- 4 铂坩埚。

12.8.3 试剂制备应符合下列规定:

- 1 氢氟酸。
- 2 1:1 硫酸。
- 3 1:1 盐酸。
- 4 1:1 氢氧化铵溶液。
- 5 10% 碳酸铵溶液。
- 6 甲基红指示剂 (0.2% 乙醇溶液)。
- 7 钾标准溶液。准确称取 1.5830g 在  $105^{\circ}\text{C}$  温度下烘焙 4h~6h 的氯化钾 ( $\text{KCl}$ ), 溶于水中, 在 1000mL 容量瓶中定容, 储存于塑料瓶中。此溶液每毫升含  $\text{K}_2\text{O}$  1mg。
- 8 钠标准溶液。准确称取 1.8860g 经  $550^{\circ}\text{C}$  灼烧过的氯化钠 ( $\text{NaCl}$ ), 溶于水中, 在 1000mL 容量瓶中定容, 储存于塑料瓶中。此溶液每毫升含  $\text{Na}_2\text{O}$  1mg。

12.8.4 试验应按下列步骤进行:

- 1 绘制标准曲线。分别向 100mL 容量瓶中准确注入 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6mL 的钾、钠标准溶液, 分别相当于含氧化钾、氧化钠 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6mg, 用水稀释至标线, 摇匀。按火焰分光光度计的使用要求逐个测定其吸收值。以测得的吸收值为纵坐标, 以含量为横坐标, 绘制氧化钾、氧化钠标准曲线。

- 2 准确称取 0.2g 试样置于铂坩埚中, 用少量水润湿。加入

15~20 滴 1:1 硫酸及 5mL~7mL 氢氟酸,置于低温电热板上蒸发。近干时,摇动铂坩埚,防止溅失。

3 待氢氟酸驱尽后,逐渐升高温度,继续将三氧化硫的白烟赶尽。取下冷却后,加入 50mL 热水,并将残渣压碎使其溶解,滴 1 滴甲基红指示剂,用 1:1 氢氧化铵溶液中和至溶液呈黄色,再加入 10mL 10% 碳酸铵溶液,搅拌,置于电热板上加热 20min~30min。

4 用快速滤纸过滤,以热水洗涤,滤液及洗液盛于 100mL 容量瓶中,冷却至室温。用 1:1 盐酸中和至溶液呈微红色,然后用水稀释至标线,摇匀。

5 取制备好的溶液,在火焰分光光度计上按仪器使用要求进行测定,并在氧化钾、氧化钠标准曲线查得相应含量。

12.8.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按式 (12.8.5-1) 和式 (12.8.5-2) 计算钾、钠含量:

$$K_2O = \frac{\rho(K_2O) \times 10^{-3}}{m_d} \times 100 \quad (12.8.5-1)$$

$$Na_2O = \frac{\rho(Na_2O) \times 10^{-3}}{m_d} \times 100 \quad (12.8.5-2)$$

式中:

$K_2O$  ——  $K_2O$  的含量, %;

$Na_2O$  ——  $Na_2O$  的含量, %;

$\rho(K_2O)$  —— 在氧化钾标准曲线上查得的  $K_2O$  含量, mg;

$\rho(Na_2O)$  —— 在氧化钠标准曲线上查得的  $Na_2O$  含量, mg;

$m_d$  —— 烘干试样质量, g。

2 计算值精确至 0.01%。

12.8.6 钾、钠测定每组试验的试样为两个,两个试样试验结果的差值不得大于 0.05%,取算术平均值。

12.8.7 钾、钠测定试验记录格式见表 12.8.7。

表 12.8.7 钾、钠测定试验记录表

工程名称 \_\_\_\_\_

试验 \_\_\_\_\_

试验方法 火焰光度法

计算 \_\_\_\_\_

试验日期 \_\_\_\_\_

校核 \_\_\_\_\_

试样 编号	烘干 试样 质量 g	溶液 总体 积 mL	火焰分光 光度计 吸收值		标准曲线查得的 含量		K <sub>2</sub> O 含量		Na <sub>2</sub> O 含量	
							计算值	平均	计算值	平均
			K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	$\rho(K_2O)$ mg	$\rho(Na_2O)$ mg	%	%	%	%

## 13 阳离子交换量试验

13.0.1 本试验方法适用于粒径小于  $2\mu\text{m}$  粒组试样的各类岩石和土。

13.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

- 1 离心机：转速  $3000\text{r/min}$ 。
- 2 玻璃离心管：容量  $100\text{mL}$ 。
- 3 天平：称量为  $200\text{g}$ ，最小分度值  $0.0001\text{g}$ ；称量  $200\text{g}$ ，最小分度值  $0.1\text{g}$ 。

13.0.3 试剂制备应符合下列规定：

- 1  $1\text{mol/L}$  氯化钡溶液。称取  $244\text{g}$  氯化钡 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，用水稀释至  $1000\text{mL}$ 。
- 2 三乙醇胺溶液：量取  $90\text{mL}$  三乙醇胺溶液，用水稀释至  $1000\text{mL}$ ，加入  $140\text{mL}$  浓度为  $2\text{mol/L}$  的盐酸溶液，用水稀释至  $2000\text{mL}$ ，混匀。
- 3 氯化钡缓冲溶液。将等体积的三乙醇胺溶液与  $1\text{mol/L}$  氯化钡溶液混合，调节  $\text{pH}$  值至  $8.1$ 。
- 4  $0.025\text{mol/L}$  硫酸镁标准溶液。准确称取  $6.2\text{g}$  硫酸镁 ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )，用水定容稀释至  $1000\text{mL}$ 。
- 5  $\text{pH}10$  氯化铵缓冲溶液。准确称取  $67.5\text{g}$  氯化铵，用水溶解，加入  $570\text{mL}$  浓氨水，加水稀释至  $1000\text{mL}$ 。
- 6  $0.01\text{mol/L}$  EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液。准确称取  $3.72\text{g}$  EDTA- $\text{Na}_2$ ，用水稀释至  $1000\text{mL}$ ，用  $0.025\text{mol/L}$  硫酸镁溶液标定其准确浓度。
- 7  $0.1\%$  铬黑 T 指示剂。称取  $0.1\text{g}$  铬黑 T 及  $5\text{g}$  盐酸羟胺，溶于  $100\text{mL}$  酒精中。

13.0.4 试验应按下列步骤进行：

- 1 准确称取  $0.5\text{g} \sim 1\text{g}$  试样，放入  $100\text{mL}$  离心管中。

2 若试样系石灰性土,加入 40mL 氯化钡缓冲溶液,间歇摇晃 1h,将离心管放入离心机中转 3min~5min,弃去清液;若土样系非石灰性土,则此步骤可以省略。

3 向离心管中加入 80mL 氯化钡缓冲溶液,充分摇匀后放置过夜,离心弃去上部清液。

4 向离心管中加入 80mL 水,不断摇晃直至均匀,离心,弃去上部清液,将离心管及内容物一起称量。

5 用移液管移取 40mL 浓度为 0.025mol/L 的硫酸镁标准溶液注入离心管中,间歇摇晃 2h 左右,离心,将上部清液移入有盖三角瓶中。

6 用移液管移取 5mL 上述清液于另一个三角瓶中,加 8 滴 pH10 氯化铵缓冲溶液和 4 滴铬黑 T 指示剂,使试液呈紫色,用 0.01mol/L 的 EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液滴定至试液颜色由红色变为蓝色为止。记录滴定量,估读至 0.05mL。

7 另吸取 5mL 浓度为 0.025mol/L 的硫酸镁标准溶液,按本条 6 款操作,用浓度为 0.01mol/L 的 EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液滴定至终点。记录滴定量,估读至 0.05mL。

### 13.0.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 考虑到离心过的土样用水洗涤后残留体积的影响,对试样的滴定量  $V_1$  应按下列公式进行校正:

$$V_3 = V_1(40 + m_2 - m_1) / 40 \quad (13.0.5-1)$$

式中:

$V_3$ —— $V_1$  的校正值, mL;

$V_1$ ——滴定经硫酸镁处理的试样(第一次)所消耗的 EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液体积, mL;

$m_1$ ——试样加离心管质量, g;

$m_2$ ——离心后离心管及内容物质量, g。

2 按下列公式计算阳离子交换量:

$$CEC = \frac{c(\text{EDTA} - \text{Na}_2)(V_2 - V_3) \times \frac{40}{5} \times 100}{m_d} \quad (13.0.5-2)$$

式中:

CEC——阳离子交换量, cmol/kg;

$V_2$ ——滴定硫酸镁(第二次)所消耗的 EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液体积, mL;

40/5——分取倍数;

$c(\text{EDTA} - \text{Na}_2)$ ——EDTA- $\text{Na}_2$  标准溶液浓度, mol/L;

$m_d$ ——烘干试样质量, g;

100——mol 与 cmol 换算因素。

3 计算值精确至 0.01cmol/kg。

13.0.6 每组试验的试样为两个, 两个试样试验结果的差值不得大于 0.50cmol/kg, 取算术平均值。

13.0.7 阳离子交换量试验的记录格式见表 13.0.7。

表 13.0.7 阳离子交换量试验记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

试样 编号	烘干 试样 质量 g	离心管加 土样质量		EDTA- $\text{Na}_2$ 标准溶液			校正后 滴定用 量 mL	阳离子交换量 cmol/kg	
		处理前 g	处理后 g	第一次 滴定用量 mL	第二次 滴定用量 mL	浓度 mol/L		计算值	平均

## 14 比 表 面 积 试 验

14.0.1 本试验采用乙二醇吸附法，适用于粒径小于  $2\mu\text{m}$  粒组试样的各类岩石和土。

14.0.2 主要仪器设备应符合下列规定：

1 乙二醇吸附法测比表面积试验装置：由真空干燥器、缓冲瓶、干燥塔等组成。干燥塔内应盛无水氯化钙，各接头连接处应涂抹真空脂密封。

2 真空泵。

3 筛：孔径  $0.25\text{mm}$ 。

4 天平：称量  $200\text{g}$ ，最小分度值  $0.0001\text{g}$ 。

5 加热设备：砂浴、高温炉。

14.0.3 试剂制备应符合下列规定：

1 无水乙二醇。应进行减压蒸馏处理，并将蒸馏出的液体最先的  $10\%$  和最后的  $10\%$  弃去。

2 五氧化二磷。

3 无水氯化钙。

4 氯化钙-乙二醇溶剂化物。称取  $200\text{g}$  左右过  $0.25\text{mm}$  筛孔的无水氯化钙，在  $210^\circ\text{C}$  温度下烘  $1\text{h}$  以上。趁热称取  $150\text{g}$  左右，加至  $25\text{g}$  乙二醇中，迅速混合均匀，冷却后放在真空干燥器中。

14.0.4 试验应按下列步骤进行：

1 准确称取  $1\text{g}$  试样，放入已知质量的铝盒中铺开，然后放至盛有五氧化二磷的真空干燥器内，用真空泵抽气  $1\text{h}$ ，关闭干燥器阀门，放置  $6\text{h}$  左右。通过盛有无水氯化钙的干燥塔缓慢充气，取出铝盒，称量。如此反复操作，直至两次称量之差不大于  $0.0005\text{g}$ ，记下质量。

2 向干燥至恒量的试样逐滴加入  $1\text{mL}$  无水乙二醇，并在

50℃左右的砂浴上加热数分钟,以促进润湿。

3 将润湿后的试样放入盛有氯化钙-乙二醇溶剂化物的真空干燥器内。用真空泵抽气 1h, 关闭阀门。在 25℃左右温度下放置 16h~24h, 再用真空泵抽气 0.5h, 关闭阀门, 再放置 24h 后, 通过干燥塔充气, 取出铝盒, 称量。

4 称量后, 再放回盛有氯化钙-乙二醇溶剂化物的真空干燥器中, 抽气 0.5h, 关闭阀门, 放置 8h~10h, 通过干燥塔充气、称量。如此反复操作, 直至两次称量之差不大于 0.0005g, 记下质量。

5 另称取 1.05g 试样, 在 600℃±15℃温度下的高温炉内灼烧 2h, 放置干燥器中冷却, 称量。滴加 1mL 无水乙二醇, 放置过夜。按本条 2~4 款步骤进行测定。

#### 14.0.5 试验成果整理应符合下列要求:

1 按下列公式计算比表面积:

$$A_t = \frac{G}{m_s \times 0.00031} \quad (14.0.5-1)$$

$$A_0 = \frac{G_1}{m_s \times 0.00031} \quad (14.0.5-2)$$

$$A_i = A_t - A_0 \quad (14.0.5-3)$$

式中:

$A_t$ ——总比表面积,  $m^2/g$ ;

$A_0$ ——外比表面积,  $m^2/g$ ;

$A_i$ ——内比表面积,  $m^2/g$ ;

$G$ ——未灼烧试样吸附乙二醇质量, g;

$m_s$ ——未灼烧试样真空干燥后质量, g;

$G_1$ ——灼烧试样吸附乙二醇质量, g;

0.00031——在  $1m^2$  表面上形成单分子层乙二醇质量,  $g/m^2$ 。

2 计算值取 3 位有效数字。

#### 14.0.6 每组试验的试样为两个, 取其算术平均值。



## DL/T 5357 — 2006

## 14.0.7 比表面积试验记录格式见表 14.0.7。

表 14.0.7 比表面积试验记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

## (1) 总比表面积

试样 编号	铝 盒 编 号	铝盒 质量 g	铝盒、真 空干燥试 样质量 g	真空干 燥试样 质量 g	铝盒、试 样、乙二 醇质量 g	乙二 醇吸 附量 g	总比表 面积 $\text{m}^2/\text{g}$	平均 $\text{m}^2/\text{g}$

## (2) 外比表面积

试样 编号	铝 盒 编 号	灼烧后 试样质量 g	铝盒、灼 烧后试样 质量 g	铝盒、试 样、乙二 醇质量 g	乙二 醇 吸 附 质 量 g	外比 表面积 $\text{m}^2/\text{g}$	平均 $\text{m}^2/\text{g}$	内表 面积 $\text{m}^2/\text{g}$

## 15 岩土矿物组成试验

15.0.1 本试验采用 X 射线分析方法, 定性或半定量判断土的矿物组成。本试验方法适用于粒径小于  $2\mu\text{m}$  粒组试样的各类岩石和土。

15.0.2 主要仪器设备应符合下列规定:

1 X 射线衍射仪: X 射线发生器、测角仪、计数器及自动记录装置。

2 载样玻璃片: 平面的及开有试样孔槽的硬质玻璃片。

3 离心机: 转速  $5000\text{r/min}$ 。

4 干燥器: 内盛饱和硝酸钙溶液 (相对湿度约为 50%)。

5 高温炉及电炉。

15.0.3 试剂制备应符合下列规定:

1  $0.5\text{mol/L}$  氯化镁溶液。称取  $102\text{g}$  氯化镁 ( $\text{MgCl}$ ) 溶于少量水, 稀释至  $1000\text{mL}$ 。

2  $1\text{mol/L}$  氯化钾溶液。将  $74.56\text{g}$  氯化钾 ( $\text{KCl}$ ) 溶于少量水, 稀释至  $1000\text{mL}$ 。

3 5% 甘油溶液。将  $5\text{mL}$  甘油稀释至  $100\text{mL}$ 。

4 50% 盐酸溶液。将  $50\text{mL}$  浓盐酸稀释至  $100\text{mL}$ 。

5 95% 乙醇。

6 丙酮。

7  $1\text{mol/L}$  硝酸铵溶液。将  $80\text{g}$  硝酸铵 ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) 溶于少量的水中, 稀释至  $1000\text{mL}$ 。

8 1:1 甘油。甘油与水等体积混合。

15.0.4 常规分析用试样制备应符合下列要求:

1 镁饱和试样制备。称取  $1\text{g}$  左右试样于离心管中, 加入  $50\text{mL}$  浓度为  $0.5\text{mol/L}$  的氯化镁溶液, 用玻璃棒充分搅拌, 放入离心机中, 在  $3000\text{r/min}$  以上速度下离心, 弃去上部清液。按此

操作处理两次。

2 干粉末试样的压制。将开有试样孔的载样薄片放在一块平整的玻璃片上，向试样孔中填入试样（一般用镁饱和的），使其厚度略高出试样孔。盖上一块平整玻璃片，用手按压，将试样压实、压平，然后移去上下玻璃片。用软毛刷小心地扫除试样孔周围多余的试样。

3 水分散定向薄膜试样的制备。将 50mg 试样（一般用镁饱和的）加水 2mL~3mL，充分搅拌使其分散。吸出 1.5mL 悬液，在 3.5cm×5.0cm 洁净的平面载样玻璃板上均匀铺开，静置晾干。

15.0.5 供蒙脱石矿物与蛭石、绿泥石区分，以及水化埃洛石与伊利石区分的镁饱和试样甘油化扩展处理应符合下列要求：

1 将镁饱和试样 50mg 放入离心管中，加入 10mL 5% 甘油溶液，用球状玻璃棒充分搅拌，离心，弃去上部清液。按此操作作用甘油溶液再处理一次，最后将离心管倒立于滤纸上，吸尽剩余的甘油溶液，按 15.0.4 条 3 款要求制成定向薄膜试样。

2 也可用按 15.0.4 条 2 款要求压制的干粉末样加入 1~2 滴 1:1 甘油溶液润湿，稍干后即可供鉴定用；若试样加甘油后膨胀隆起，可用玻璃片压实、刮平。

15.0.6 用于扩展性与非扩展性晶格的矿物区分，以及蛭石与蒙脱石类矿物区分的钾饱和试样的制备与热处理应符合下列要求：

1 钾饱和试样制备。按 15.0.4 条 1 款要求制备，将氯化镁试剂相应地换成 1mol/L 氯化钾溶液。

2 薄膜制备。将钾饱和试样按 15.0.4 条 3 款制成定向薄膜试样，或风干研磨成粉末后按 15.0.4 条 2 款要求压制。

3 钾饱和试样的热处理。将钾饱和粉末试样或其定向薄膜放入 300℃~350℃ 高温炉内加热 2h，定向薄膜的玻璃片加热时应逐渐上升至所需温度，加热后应逐渐冷却。冷却至 60℃ 左右，取出，储存于盛有无水氯化钙或五氧化二磷的干燥器中，直至进行试验时取出使用。粉末试样应按 15.0.4 条 2 款要求压制。

15.0.7 供绿泥石与高岭石以及其他 1.4nm 矿物区分用试样 550℃ 热处理。将钾或镁饱和粉末试样或其他定向薄膜放入 550℃ 高温炉中加热 2h，冷却至 60℃ 左右，取出，储存于盛有无水氯化钙或五氧化二磷的干燥器中，直至进行试验时取出使用。粉末试样应按 15.0.4 条 2 款要求压制。

15.0.8 供绿泥石与高岭石以及其他 1.4nm 矿物区分用试样的盐酸溶蚀处理应符合下列要求：

1 盐酸溶蚀处理。将试样用 1:1 盐酸溶液在 100℃ 下加热处理 15min~20min，然后移至离心管中，离心，弃去上部清液，再分别用水和 95% 乙醇或丙酮各处理 2 次，离心洗去多余的盐酸。

2 将经盐酸溶蚀处理过的试样按 15.0.4 条 3 款要求制成定向薄膜试样，或风干研磨成粉末后按 15.0.4 条 2 款要求压制。

15.0.9 供镁质蛭石与其他 1.4nm 矿物区分用试样的硝酸处理应符合下列要求：

1 硝酸铵处理。将试样或其镁饱和试样用 1mol/L 硝酸铵煮沸 10min，移至离心管中，离心，弃去上部清液，分别用水和 95% 乙醇或丙酮各处理 2 次，离心洗去多余的盐类。

2 将经硝酸铵处理过的试样按 15.0.4 条 3 款要求制成定向薄膜试样，或风干研磨成粉末后按 15.0.4 条 2 款要求压制。

15.0.10 对试样进行分析时，试样排列顺序应符合下列规定：

- 1 镁饱和的水分散定向薄膜或干粉末试样。
- 2 镁饱和的甘油化定向薄膜或干粉末试样。
- 3 热处理过的钾或镁饱和的定向或干粉末试样。
- 4 其他处理的试样。

15.0.11 在分析前，各种试样应在盛有饱和硝酸钙溶液的干燥器中放置 3 天。加热处理的试样从无水氯化钙干燥器中取出后，应加热至 60℃ 左右或立即进行分析。若衍射仪试样台有加热装置，则加热处理的试样应在 120℃ 温度下进行衍射分析。

15.0.12 根据仪器性能，试验条件的控制和主要参数的选择应符

合下列要求:

1 X 射线管阳极一般为铜靶 ( $\text{CuK}_\alpha$  辐射), 含铁多的试样最好能用铁靶 ( $\text{FeK}_\alpha$  辐射)。X 射线管的工作电压为  $30\text{kV}\sim 40\text{kV}$ , 工作电流为  $10\text{mA}\sim 15\text{mA}$ 。

2 发散狭缝:  $1^\circ$  或  $0.5^\circ$ ; 散射狭缝:  $1^\circ$  (加镍滤片或不加); 接收狭缝:  $0.2\text{mm}$  或  $0.4\text{mm}$ 。

3 扫描速度。可在  $0.5^\circ\sim 2.0^\circ$  ( $2\theta/\text{min}$ ) 内选择, 一般用  $1.0^\circ$  ( $2\theta/\text{min}$ )。

4 扫描范围。一般在  $2.0^\circ\sim 32.0^\circ$  ( $2\theta$ )。如果要研究矿物高角度的衍射谱线如 (060) 等, 则应将扫描范围延续至  $65^\circ$  ( $2\theta$ ) 左右 (对铜靶), 同时要减小扫描速度, 放宽狭缝。

5 灵敏度。满刻度  $400$  脉冲/秒  $\sim 2000$  脉冲/秒。

6 时间常数。  $4\text{s}\sim 8\text{s}$ 。

7 记录纸移动速度。  $300\text{mm/h}\sim 600\text{mm/h}$ 。

8 冷却水压 (水冷式仪器)。应按仪器使用要求控制, 不得任意降低供水压力。

15.0.13 将载有试样的玻璃片插在 X 射线衍射仪的试验台上, 选定技术参数和试验条件后, 按仪器使用要求进行操作。当测角器转至所需角度 ( $2\theta$ ) 后, 即可结束试验, 关闭仪器。

15.0.14 试验成果整理应符合下列要求:

1 试验结束后所得到的试验结果为仪器记录的衍射图谱, 是以衍射角 ( $2\theta$ ) 为横坐标, 以衍射谱线的衍射强度 (衍射峰的高度) 为纵坐标的曲线。

2 根据衍射图谱, 由各衍射峰的峰尖向横坐标作垂线, 确定衍射峰的衍射角 ( $2\theta$ )。

3 根据衍射峰的衍射角, 可在有关手册中查“衍射角与晶面间距换算表”即  $\theta\sim d$  对照表, 求得相应的晶面间距  $d$  值。

4 也可按下列公式计算晶面间距:

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (15.0.14)$$

式中:

$d$ ——晶面间距, nm;

$\theta$ ——衍射角, ( $^{\circ}$ );

$\lambda$ ——X 射线波长, nm。

X 射线管为铜靶时,  $\lambda$  为 0.15418nm, X 射线管为铁靶时,  $\lambda$  为 0.19373nm。

5 根据衍射峰的高度或面积确定其衍射强度  $I$ , 并用相对强度  $I/I_0$  表示。表示方法可采用以下三种:

- 1) 100 分制: 以最强者为 100, 最弱者为 0.5, 然后对比其他衍射峰的强度。
- 2) 10 分制: 以最强者为 10, 最弱者为 1, 然后对比其他衍射峰的强度。
- 3) 五级制: 将强度分为最强、强、中等、弱、最弱五个等级。

6 对于某些形状特殊的衍射峰, 需注明宽散程度、对称程度等。

7 在衍射图谱上应注明试验条件、主要参数及试样制备和处理方法。

15.0.15 衍射数据整理后, 应与标准矿物的衍射数据进行对比, 进行矿物鉴定。鉴定应按下列步骤进行:

1 应有三条强衍射谱线(即衍射峰)的  $d$  值和  $I/I_0$ , 有的矿物在  $2^{\circ} \sim 32^{\circ}$  ( $2\theta$ ) 范围内可能只出现一条衍射谱线。衍射谱线应与标准矿物的数据基本符合, 其中对  $d$  值要求高一些, 对  $I/I_0$  值可一般。

2 对比时, 应以低角度谱线, 特别是 (001) 基面谱线为主, 以高角度衍射谱线为辅。

3 应注意特征谱线的对比。

4 注意衍射峰的形状特征。黏土矿物衍射峰形状大多宽散, 非黏土矿物大多较尖锐。扩展性晶格矿物, 如蒙脱石等, 其衍射

峰具有明显的宽散特征。

5 先鉴别出黏土矿物种类,然后再作细分,最后鉴定伴存矿物。

15.0.16 高岭石与埃洛石二者衍射图谱相似,可用下列方法区分:

1 高岭石为片状结晶,易于形成定向集合体,故  $d(001)$  为  $0.7\text{nm} \sim 0.72\text{nm}$ ,衍射强度大,在  $0.44\text{nm}$  附近谱线强度弱,谱线均无宽散现象。埃洛石的  $(001)$  基面间距略大, $d$  为  $0.74\text{nm} \sim 0.76\text{nm}$ ,谱线宽散且强度较弱,但在  $0.44\text{nm}$  附近谱线强度大,并有向小的晶面间距扩散的趋势。

2 埃洛石在甘油饱和后, $d(001)$  可扩散至  $1\text{nm}$  左右,高岭石不扩展。

15.0.17 高岭石  $(001)$  与绿泥石  $(002)$  基面间距相似,均在  $0.7\text{nm}$  左右,可用下列方法区分:

1 将试样按酸的溶蚀处理后,绿泥石因分解,衍射谱线全部消失(绿泥石的特征反应),而高岭石无变化。故处理后  $0.7\text{nm}$  谱线仍然存在,说明有高岭石;反之,说明原有  $0.7\text{nm}$  附近谱线是绿泥石的。

2 将试样进行  $550^\circ\text{C}$  热处理后,高岭石因晶格破坏,衍射谱线全部消失。绿泥石衍射谱线仅稍有变化,一般是  $(001)$  基面谱线增强,而  $(002)$ ,  $(003)$  和  $(004)$  的衍射谱线减弱。

3 高岭石与绿泥石还可按下列谱线对比来区分:

绿泥石	高岭石
0.472nm (003)	无
0.354nm (004)	0.357nm~0.358nm (002)
极弱或无 (006)	0.237nm~0.239nm (003) 弱
0.153nm (060)	0.148nm~0.149nm (060)

15.0.18 蒙脱石、蛭石、绿泥石三种矿物都有  $1.4\text{nm}$  附近的谱线,可按下列方法区分:

1 在镁饱和甘油化定向薄膜试样的衍射图谱中, 仅蒙脱石(001)基面间距由 1.4nm 附近扩展至 1.77nm(蒙脱石的特征反应)。据此易于将蒙脱石与其他 1.4nm 矿物区分开。

2 将试样进行热处理后, 三者之中仅绿泥石(001)基面间距无显著变化, 且衍射强度有所增大, 而蒙脱石和蛭石均由 1.4nm 附近收缩至 1.0nm 附近。此可作为绿泥石与其他 1.4nm 附近矿物相区别的特征反应。

3 将试样进行酸的溶蚀处理后, 三者之中仅绿泥石衍射线全部消失, 其余两者的谱线基本不变。

4 将试样制成钾饱和定向薄膜, 其中绿泥石的 1.4nm 谱线无变化, 蛭石的 1.4nm 谱线收缩至 1.0nm, 而蒙脱石的则收缩至 1.2nm 附近(有的亦可收缩至 1.0nm)。若再进行 300℃~350℃加热处理, 三者中仅有绿泥石谱线无变化, 其余二者均可收缩至 1.0nm 左右。

5 将试样进行硝酸铵处理后, 三者之中仅绿泥石衍射线无变化。镁质蛭石的 1.4nm 谱线将收缩至 1.0nm, 蒙脱石的则收缩至 1.2nm 附近。

15.0.19 伊利石与水化埃洛石两种矿物都有 1.0nm 附近谱线, 可按下列方法区分:

1 试样处理成镁饱和甘油化定向薄膜后, 伊利石谱线无变化; 水化埃洛石的 1.0nm 谱线将扩展至 1.1nm 附近。

2 试样进行 300℃~350℃加热处理后, 伊利石谱线无变化; 水化埃洛石的 1.0nm 谱线将收缩至 0.72nm 附近。

15.0.20 伊利石类矿物  $d(003)$  为 0.332nm~0.336nm, 石英  $d(010)$  为 0.334nm 左右。这两种矿物都是土中常见的, 在判断  $d$  为 0.334nm 左右谱线时容易混淆, 应当注意。石英以  $d(100)$  为 0.426nm 附近谱线为依据较为适宜。

15.0.21 二八面体和三八面体的黏土矿物可用(060)晶面间距大小以及(002)谱线的强弱来鉴别。通常, 二八面体的  $d(060)$



## DL/T 5357 — 2006

为  $0.148\text{nm} \sim 0.151\text{nm}$ , 并且  $(002)$  谱线较强; 三八面体的  $d(060)$  为  $0.152\text{nm} \sim 0.153\text{nm}$ ,  $(002)$  谱线较弱或没有。应当注意, 不要将石英的  $0.153\text{nm}$  附近的谱线加以误判。

15.0.22 本试验方法属于定性分析和半定量分析, 鉴定结果按各种黏土矿物大致含量由多到少依次排列, 非黏土矿物按上述原则排列于黏土矿物之后。

15.0.23 岩土矿物组成试验的记录格式见表 15.0.23。

表 15.0.23 岩土矿物组成试验记录表

工程名称\_\_\_\_\_

试验\_\_\_\_\_

试验方法\_\_\_\_\_

计算\_\_\_\_\_

试验日期\_\_\_\_\_

校核\_\_\_\_\_

$d$ nm	$I/I_0$	$d$ nm	$I/I_0$	$d$ nm	$I/I_0$
试验条件					
鉴定结果					
X 射线衍射图谱:					

**附 录 A**  
**(规范性附录)**  
**试 验 室 管 理**

**A.1 试验室的一般要求**

- A.1.1** 试验室应光线充足，通风良好，避免阳光直射室内物品。
- A.1.2** 精密仪器室、加热设备室、操作室应分别设置。
- A.1.3** 试验室应保证水、电和通风的使用要求。

**A.2 试验室的安全**

- A.2.1** 应有专门的试验人员负责安全管理。
- A.2.2** 试验室应配置灭火器、砂等消防器材。
- A.2.3** 对于易爆、易燃、易挥发的有机试剂与无机试剂，应分别设置试剂储存间。
- A.2.4** 剧毒试剂和贵重物品应用保险柜储存，每次使用完毕后，应有详细记录。

**A.3 仪 器 设 备**

- A.3.1** 仪器设备应配置固定的操作台。
- A.3.2** 应定期对仪器设备进行维护和检定，并设置记录卡。

**A.4 试 剂**

- A.4.1** 试验采用的试剂不应低于分析纯。
- A.4.2** 配制试剂用水不应低于三级水。
- A.4.3** 试剂瓶上应有明示的标签。

## **A.5 试 样**

**A.5.1** 送达试验室的试样应有试验委托书或其他相关资料。

**A.5.2** 按试样的不同性质，采用不同的容器对试样进行妥善保管。

**A.5.3** 一般可在试验报告提交 3 个月后，且委托方对试验报告未提出任何疑问的情况下方可处理经过试验后的试样。

**A.5.4** 见证取样应按有关规定程序进行。

## **A.6 废 弃 物**

**A.6.1** 试验室废弃物处理应符合环保和卫生的要求。

# 水电水利工程 岩土化学分析试验规程

## 条 文 说 明

## 目 次

4	风干试样含水率试验 .....	89
5	酸碱度试验 .....	90
6	易溶盐试验 .....	91
7	中溶盐（石膏）试验 .....	95
8	难溶盐（碳酸钙）试验 .....	96
9	有机质试验 .....	97
10	游离氧化铁试验 .....	99
11	小于 2 $\mu$ m 粒组试样分离与制备 .....	100
12	岩石、土化学成分试验 .....	103
13	阳离子交换量试验 .....	107
14	比表面积试验 .....	109
15	岩土矿物组成试验 .....	110

## 4 风干试样含水率试验

4.0.1 因本规程化学分析所用试样均为置于室温、阴凉、自然通风晾干下的风干试样，化学分析中各项试验结果均以试样的烘干质量为准，故岩土的化学分析试样风干含水率规定为试样在  $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$  温度下烘至恒量时所失去的水的质量与达到恒量后干土质量的比值，以百分数表示。根据 GB/T 50279《岩土工程基本术语标准》的规定，将原含水量试验改为含水率试验。

含水率试验方法有多种，但能确保质量、操作简便又符合含水率物理概念的试验方法仍以烘干法为主，故本规程规定以烘干法为标准方法。水电水利工程的对象主要是无机质岩土，对于有机质超过干岩土质量 5% 的岩土，一般采用烘干温度为  $65^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$  的真空干燥法；含有石膏较多的试样，采用的烘干温度为  $55^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。在记录中注明有机质和石膏含量。

试样风干含水率试验是岩土化学分析试验最基本步骤之一，本次修订不再将有关本试验步骤列入各章中，同时在有关公式中直接以试样烘干质量  $m_d$  代入，在公式中省略以含水率计算烘干质量步骤。

4.0.3 本规程没有规定铝盒的规格，但对于同一组试验，要求铝盒的规格一致。

## 5 酸碱度试验

5.0.1 土的酸碱度试验通常用 pH 值表示。pH 值的测定可用比色法、电测法，但比色法不如电测法方便、准确，本次修订只列电测法。

5.0.6 每测 5~6 个试样后，需用标准缓冲溶液校准仪器一次。

## 6 易溶盐试验

### 6.1 浸出液制取

6.1.3 用水浸提易溶盐时，土水比例和浸提时间的选择是能将易溶盐从土中完全溶解出来，而又能尽量减少中、难溶盐的溶解。关于土水比例，根据各种盐类在水中溶解度不同，合理地控制土水比就有可能将易溶盐与中、难溶盐分开，通常采用 1:5 的土水比例。

经试验证明，水土作用 2min 即可使土中氯化物、碳酸盐、硫酸盐等可溶盐几乎全部溶入水中，如作用时间延长，将有中、难溶盐（硫酸钙和碳酸钙等）进入溶液。因此，浸提时间在 2min~3min 即可。为了统一试验条件，本规程采用 1:5 土水比例，浸提时间为 3min 立即过滤，振荡和放置时间越长，对可溶盐的分析结果误差越大。

浸出液过滤的目的是能得到清澈的滤液。其过滤方法较多，首先选用操作简便、过滤速度快的方法。如果滤液混浊，则应改用离心或超级滤心过滤等分离技术。

空气中的二氧化碳分压大小及蒸馏水中溶解的二氧化碳都会影响碳酸钙、碳酸镁和硫酸钙的溶解度，相应地影响到浸出液的盐分数量。

无二氧化碳水的制备方法：将水加热煮沸 15min 左右，以驱除二氧化碳气体，冷却后即用带有苏打石灰管的橡皮塞塞紧瓶口，备用。

样品待测液不能放置过长时间，一般不得超过 1 天，否则，会影响钙、镁、碳酸根和重碳酸根的测定。



## 6.2 易溶盐总量测定

6.2.1 除烘干法外，还可采用电导法测定土壤中可溶盐分总量，方法比较简单快速，特别对含盐量较低的土壤更为适宜。如果只需要了解盐分总量，或只需要掌握含盐量的季节变动情况，用电导法测定盐分总量是一个可以采用的方法。易溶盐属多盐性混合物，其摩尔电导率因盐性不同而异，因此，测得电导率与实际含量，因盐性不定的比例而存在着不稳定的差异，本次修订予以删除。

用烘干法测定易溶盐总量，不需特殊仪器设备，测定结果较为准确，在室内试验中应用广泛。

6.2.4 加 2% 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 的目的是使含有钙离子 ( $\text{Ca}^{2+}$ )、镁离子 ( $\text{Mg}^{2+}$ ) 的硫酸盐、氯盐转化为碳酸盐，以除去大量结晶水，此残渣在  $180^\circ\text{C}$  下烘干才能得到较稳定的试验结果。

## 6.3 碳酸根和重碳酸根测定

6.3.4 硫酸标准溶液也可用标定过的  $0.02\text{mol/L}$  氢氧化钠标准溶液标定，也可以用  $0.02\text{mol/L}$  盐酸标准溶液代替硫酸标准溶液。

6.3.5 碳酸根和重碳酸根的测定应在试样浸出液过滤后立即进行，否则，由于大气中二氧化碳 ( $\text{CO}_2$ ) 的侵入或浸出液 pH 值的变化引起二氧化碳释出而影响试验结果。

本规程使用的双指示剂是酚酞和甲基橙，滴定终点 pH 值分别为 8.3 和 4.4。目前有些单位采用混合指示剂代替甲基橙指示剂，目的是为提高滴定终点的分辨效果，但是混合指示剂的配方不统一。

## 6.4 氯根测定

6.4.1 氯根的测定，除采用硝酸银容量法之外，还有硝酸汞滴定法、硫氰酸汞光度法以及近期推荐的离子色谱法等。这些方法一般仅适用于氯根浓度较低的试样，操作也不如硝酸银容量法简便，有些还需要专门的仪器设备。本规程选择广泛采用的硝酸银容量法。

## 6.5 硫酸根测定——EDTA 络合滴定法

6.5.1 最经典的硫酸根常量的测定方法，是硫酸钡质量法。此方法虽然准确，但操作繁琐，设备笨重，近年来逐步地已被 EDTA 络合滴定法所替代，我国环保部门的水质监测和矿泉饮用水水质检测中均已认定 EDTA 络合滴定法为标准方法。因此，本规程也认定此方法为常量的测定方法。

## 6.6 硫酸根测定——比浊法

6.6.1 低含量硫酸根的测定计算方法很多，有硫酸钡比浊法、铬酸钡光度法、原子吸收光度法、离子色谱法等。在这些方法中，以比浊法最为简便，其准确性亦可基本满足这一指标的实际要求。国内多数单位的仪器设备能够达到要求。因此，本规程对低含量的硫酸根测定，选用比浊法。

## 6.7 钙离子测定

6.7.1 钙的测定方法有很多，但是钙的常量测定目前采用最普遍的是 EDTA 滴定法，具有设备简单，操作简便的特点。因此，本规程选用此方法。

6.7.4 当试样浸出液中镁离子 ( $Mg^{2+}$ ) 含量高时，将生成大量氢氧化镁 ( $Mg(OH)_2$ ) 沉淀，影响终点的判别，遇此情况时，可先滴定一定量 EDTA 标准溶液（不得过量）后，加 1mol/L 氢氧化钾 (KOH) 溶液，放置片刻，再加入 1mL~2mL 0.5% 氰化钾 (KCN) 和 1% 盐酸羟胺，以及钙指示剂，然后继续滴定至终点，可获得比较好的指示效果。

## 6.8 镁离子测定

6.8.1 常量镁离子的测定方法有很多，但目前被广泛采用的 EDTA 滴定法同钙离子测定一样，具有快速、简便，不需专用设备的优点。

因此,本规程采用此方法。

**6.8.4** EDTA 测定镁,实际上是先测定钙、镁离子含量再减去  $\text{Ca}^{2+}$  含量。所以,本方法为求得镁离子含量,需同时测定钙离子的含量。测定钙、镁含量的指示剂可用铬黑 T 或铬蓝黑,两者的滴定终点均为试液由红色变为蓝色,但是前者比后者的终点指示更为灵敏,故本规程选用铬黑 T 指示剂。

### 6.9 钙、镁离子测定——原子吸收分光光度法

**6.9.1** 低含量钙、镁离子的测定可用原子吸收法或火焰分光光度计法。原子吸收分光光度计已得到普遍应用,成为化学分析的常规仪器,其操作快速、简便,灵敏度又比火焰光度计法高。因此,作为新增试验项目本规程选用了原子吸收分光光度计法。

**6.9.4** 绘制标准曲线一般采用图解法,或采用最小二乘法求出曲线斜率和截距。

### 6.10 钾、钠离子测定

**6.10.1** 用火焰光度计测定钾、钠离子的方法已得到普遍应用,该方法还具有操作简便、快速、灵敏度高,同时能对钾、钠离子含量分开测定等优点,故本规程列入火焰光度计法。

采用差减法可计算钠、钾离子总含量,而不能将钠、钾离子含量分开计算。本次修订予以删除。

**6.10.4** 同 6.9.4 条说明。

## 7 中溶盐（石膏）试验

7.0.1 中溶盐是测定土中石膏（ $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）的含量。本条文采用酸浸提-质量法。

7.0.4 中溶盐含量测定以稀盐酸为浸提剂，用氯化钡作为沉淀剂，使浸提出的硫酸根沉淀为硫酸钡，经过滤、洗涤、灼烧至恒量，按硫酸钡的质量换算成石膏的含量。

## 8 难溶盐（碳酸钙）试验

### 8.1 碱 吸 收 法

8.1.1 碱吸收法适用于较精密的测定，结果较准确，但操作繁琐。

### 8.2 气 量 法

8.2.1 本规程中所列的气量法是较粗的方法，具有操作简便的特点，适合大批试样的测定。

8.2.4 气量法受温度影响明显，在操作时需注意避免直接接触广口瓶，以免人的体温影响气体体积。

8.2.5 气量法的计算是以测量产生的二氧化碳体积为基础的。该体积乘以二氧化碳的密度，即可求出二氧化碳的质量，再乘以换算系数 2.272，便可算出碳酸钙的含量。本条表 8.2.5 提供的二氧化碳密度仅适用于大气压力为 98.925kPa~103.191kPa，约相当于 0m~200m 的高程范围，对于地处海拔高、大气压力小于 98.825kPa 的地区，可采用热力学公式进行换算。

## 9 有机质试验

9.0.1 有机质的测定方法有很多，有质量法（干烧法和湿烧法）、容量法、比色法、双氧水氧化法等。经过对这些方法作反复比较，认为以重铬酸钾容量法为最好，具有操作简便、快速、再现性好，不受大量碳酸盐存在的干扰，设备简单，适合于批量试样的试验等特点，在土工试验中已广泛应用。因此，本规程选用重铬酸钾容量法。由于重铬酸钾的氧化能力有一定限度，故有机质含量高于 15% 的土样采用本方法是不适宜的。

9.0.3 硫酸亚铁标准溶液也可采用硫酸亚铁铵  $((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$  80g 配制。

9.0.5 为了使土样中的有机质氧化比较完全减少误差，土样的称取应随有机质含量而异。经验表明，有机质含量为 15% 的土样，称取 0.1000g；含量为 4%~7% 者，称取 0.2000g；含量为 2%~4% 者，称取 0.3000g；含量小于 2% 者，可称取 0.5000g。水电水利工程土样有机质含量多在 2% 以下，故常称取 0.5000g。

9.0.6 一般有机质含碳量为 58%，将有机质含碳量换算为有机质时应乘以 1.724 的换算系数。在本方法加热条件下，有机碳的氧化效率为 90%，校正系数 1.08 未计入。

当土中含有氯化物时，氯离子可被氧化而消耗重铬酸钾，也会导致测定结果偏高，因此需加入硫酸银使之成为氯化银沉淀而除去。此外，硫酸银还有提高氧化剂氧化能力的作用。原规程在说明书中建议此方法，本次修订正式列入。

加重铬酸钾时，可用 10mL 滴定管缓慢加入，不可采用移液管。重铬酸钾适宜的用量应当是在消煮完毕后，至少应过量 25% 以上，否则氧化不完全。消煮好的样品试液一般应为黄色或黄绿色。若以绿色为主，则说明重铬酸钾用量不足，应减少试样，重

## **DL/T 5357 — 2006**

新试验。在滴定时，消耗的硫酸亚铁的量小于空白试验用量的 1/3 时，有氧化不完全的可能，应弃去重作，并适当减少土样用量。

消煮温度范围和时间需严格控制，否则将对试验结果产生很大影响。

## 10 游离氧化铁试验

10.0.1 岩石和土中呈游离状态（即非硅酸盐形式）的铁的氧化物及其水化物称游离氧化铁。游离氧化铁根据其结晶程度分为结晶态游离氧化铁和无定形（即非晶质）游离氧化铁。无定形游离氧化铁是指不能产生 X 射线衍射图谱的氧化铁。游离氧化铁是红土、红黏土及红色沉积岩的主要胶结物，同时易受环境条件的影响而改变其形态和特征。这些特征，对这类岩土的工程性质有较大的影响。研究表明，游离氧化铁在岩土中的胶结作用不仅与含量、分布有关，还与结晶程度、水化程度有关。本规程主要适用于各类土，对于红色黏土岩类，可采用浸水软化后的岩石制成试样。本规程所列方法可测定岩土中游离氧化铁的总量和无定形游离氧化铁，两者相减即得结晶质游离氧化铁的含量，可用于定性分析和比较岩土与胶结有关的工程性质。本次修订增列此方法。

10.0.4 显色时间在室温下需 24h，亦可在水浴锅上加热 15min，以加快显色过程。

从加入草酸氨缓冲溶液直至用离心机分离的整个过程需连续进行，以免因土壤与溶液作用时间不同而影响提取质量。

达姆试剂提取液用量应控制在 6mL 以内，超过此用量会对测定结果有影响。



## 11 小于 $2\mu\text{m}$ 粒组试样分离与制备

### 11.1 物理化学分离制备法

11.1.1 土和岩石中的黏土矿物主要存在于小于  $2\mu\text{m}$  胶粒组中，因此在研究黏土矿物组成时，需要从土样中进行分离和富集。含黏土矿物的岩石主要指黏土岩类和部分蚀变岩类，都具有失水和浸水条件下崩解的性质，试样一般较易制备，这便是本方法的目的。

物理化学分散法虽然繁琐，但是对于影响分散的因素以及鉴定中某些干扰因素消除得较为彻底，分散效果较好。其基本原理如下：

用稀盐酸溶液分解钙镁碳酸盐，破坏其胶结作用；用水化的一价阳离子，如钠，置换土粒所吸附的多价阳离子，解除其絮凝作用；用双氧水氧化有机质，消除其胶结作用；用连二亚硫酸钠-柠檬酸钠的还原-络合法，使  $\text{Fe}^{3+}$  还原为  $\text{Fe}^{2+}$ ，并与柠檬酸钠络合除去，以消除游离氧化铁的胶结作用（在此处理中，氧化铝也有部分除去）；将稀碳酸钠溶液煮沸，将游离硅、铝氧化物溶解除去，同时，土被钠饱和，并使制备的试样悬液呈碱性，提供充分分散的条件。

由上述不难看出，在处理过程中使用了大量的化学试剂，必然会有某些副作用，影响鉴定结果。这是物理化学分散法的缺点。

分离出的小于  $2\mu\text{m}$  粒组可以用稀酸絮凝，最后制成氢（铝）质试样。

11.1.4 用筛径为  $0.075\text{mm}$  的筛可以直接采用物理方法进行第一次分离，并符合分类对细粒组的规定。

11.1.5 分解碳酸盐时，盐酸溶液的浓度以不超过  $0.2\text{mol/L}$  为宜，

否则对黏土矿物有明显的破坏作用。尤其当土样含有绿泥石时，应仔细处理，因该矿物易溶于酸，一般用酸处理碳酸盐以不加热为好，但是当土样中含有较多白云石时，在室温下分解缓慢，难以破坏完全，可加热至  $50^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$  使其迅速溶解。

**11.1.6** 用双氧水氧化有机质之前，土样中碳酸钙应除去并且酸化，以免双氧水催化分解，同时氯根需洗净，以免消耗氧化剂。

双氧水需缓缓分次加入，以免反应剧烈溅出；必要时可浸在冷水中降温，注意勿使双氧水触及皮肤。

用连二亚硫酸钠还原氧化铁时，柠檬酸钠缓冲溶液的作用如下：重碳酸钠可使溶液保持 pH 值为 7.3，因为在此 pH 值条件下的还原效果最佳，而且不会有硫化铁和硫的沉淀生成；柠檬酸钠与铁络合，也可防止生成硫化铁沉淀；氯化钠作为絮凝剂用，因为土样经此处理后，分散度大增，不易澄清，有碍下一步操作，必要时（尤其是土中有较多的水铝英石时）还需加丙酮，以促使絮凝。

2% 碳酸钠溶液用量不要过多，只要调节至 pH 值为 9~10 即可。在加热煮沸时，应先开电动搅拌器搅拌后开电炉加热，不然试样悬液跳动剧烈。

**11.1.8** 沉降分离要求进行至上部溶液大致透明为止，以保证小于  $2\mu\text{m}$  粒组分离完全。不然，会人为地造成易于分散的矿物富集，而难以分散的矿物又未能完全提取出来，影响试验结果。

## 11.2 湿研磨分离制备法

**11.2.1** 湿研磨分离制备法是一种较好的方法，比较简单，不需要特殊的仪器设备，在不允许对土样进行任何化学处理的条件下，用此法分散比较适宜。

**11.2.3** 湿研磨是将土样加水研磨，其分散效果远大于干研磨。湿研磨对分散的促进作用是一种降低强度的吸附效应。由于土粒

和粒团存在着微裂隙，这些裂隙表面吸附水分子后，表面能降低，有利于新表面的发展。同时，此水分子吸附层还产生一种楔裂压力，使裂隙向纵深扩展，从而导致粒间的强度降低，在外力下易于分散，而且被分散开来的土粒由于表面吸附层的存在，阻碍土粒之间再连接起来，所以湿研磨可以获得高分散的效果。

## 12 岩石、土化学成分试验

### 12.2 烧 失 量 试 验

12.2.1 岩石和土的烧失量是试样在 950℃ 高温灼烧条件下, 试样所失去物质的质量和试样质量的比值, 以百分数表示。原规程无此试验方法, 作为岩石、土化学成分全量分析试验的一部分, 本次修订作为新增试验方法列入本规程。

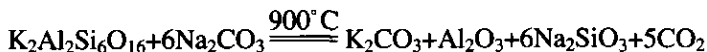
12.2.2 高温电炉在较长时间不用时, 电炉内耐火材料可能吸水, 试验前应干烘 0.5h~1h。

12.2.3 本试验方法将 950℃ 作为控制温度, 失去的物质包括有机质、结合水和易挥发性物质。

### 12.3 硅 的 测 定

12.3.1 岩石和土化学成分分析试验一般分全量分析和黏土矿物成分分析两类, 对试验要求不一。黏土矿物富集于小于 2μm 粒组中, 试样采用 11 章的方法制备。全量分析试样则采用本章 1 节的方法制备。土样较少进行全量分析。

12.3.4 和 12.3.5 试样溶液的制备采用碳酸盐碱熔法和氢氧化钠碱熔法, 其中, 碳酸盐碱熔法沿用较广。硅酸盐矿物与碳酸钠在高温熔融时的化学反应如下:



该法几乎可以使土中全部硅酸盐矿物溶解, 效果优于其他碱熔法。不过, 该法需要昂贵的铂坩埚。在无铂坩埚的条件下, 也可用氢氧化钠作熔剂, 用镍或银坩埚在较低的温度下熔样, 只是试样的分解有时不及碳酸钠法完全。

12.3.6 硅 ( $\text{SiO}_2$ ) 的测定有质量法、容量法和比色法。本规程采用应用比较广泛的动物胶质量法。动物胶在强酸条件下带正电荷, 能促使溶液中带负电荷的硅溶胶絮凝析出。

## 12.4 铁的测定

12.4.1 用 EDTA 法测铁的含量, 此法的基础是在 pH 值约为 1~2 的条件下,  $\text{Fe}^{3+}$  离子与水杨酸生成紫红色络合物。用 EDTA 标准溶液滴定时, 由于 EDTA 络合能力较强, 可夺取水杨酸络合物中的  $\text{Fe}^{3+}$ , 转变为  $\text{Fe}^{3+}$  与 EDTA 的络合物, 于是紫红色消失, 并依此指示滴定终点。

12.4.5 待测液的 pH 值需严格控制, 否则滴定终点难以掌握, 且重现性不好。当 pH 值小于 1 时,  $\text{Fe}^{3+}$  与水杨酸的络合能力大为降低, 并且 EDTA 与  $\text{Fe}^{3+}$  也不能定量地络合。当 pH 值较高时, 铁、铝等容易水解, 使溶液混浊, 影响滴定。

由于 EDTA 与  $\text{Fe}^{3+}$ -水杨酸络合物交换缓慢, 故应在加热到  $50^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$  下滴定, 近终点时滴定速度要慢, 但也不要高于此温度, 以免铝被络合。滴定时温度超过  $75^\circ\text{C}$  会使结果偏高, 低于  $50^\circ\text{C}$  则终点不明显。

## 12.5 铝的测定——差减法

12.5.1 差减法: 土中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量的测定一般用差减法。此法是将铁、铝等沉淀、过滤后, 灼烧、称重, 求得三价氧化物 ( $\text{R}_2\text{O}_3$ ) 总量, 再从中减去  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的量, 便得到  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的量。沉淀中除含铁、铝外, 还含有磷、钛等。鉴于一般含磷甚微, 钛的含量除某些红土外均很少, 所以, 将上述差减的结果视为  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的量, 误差并不大。但是, 在要求精确或含钛较多时, 需减去钛量。

12.5.4 铁、铝的沉淀剂, 本规程用的是氨水, 其反应如下:



## 12.6 铝的测定——EDTA-NaF 容量法

12.6.1 EDTA-NaF 容量法：这是一种间接滴定法，即在 pH 值为 6 时加入过量的 EDTA 标准溶液与待测液中的  $\text{Al}^{3+}$ （还有  $\text{Ti}^{4+}$ ）络合完全，并用锌的标准溶液滴定剩余的 EDTA（条文中的第一次滴定）。然后加入氟化钠，利用  $\text{AlF}_6^{3-}$  络合物的稳定常数（ $\lg K$  为 19.84）大于 Al-EDTA 络合物（ $\lg K$  为 16.1），使后者完全转变成前者。并用锌的标准溶液由 Al-EDTA 络合物中释放出的 EDTA（条文中的第二次滴定），据此算出  $\text{Al}_2\text{O}_3$  量（包括在  $\text{TiO}_2$  内），必要时减去钛量。

## 12.7 钙、镁的测定

12.7.1 EDTA 容量法是测定土中全量钙、镁的一种常用方法，在 pH 值大于 12 的溶液中， $\text{Mg}^{2+}$  被沉淀为氢氧化镁，在此条件下以钙指示剂等为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定溶液中的  $\text{Ca}^{2+}$ 。在 pH 值为 10 的条件下，以铬黑 T 等为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定溶液中的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  含量。由  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  含量减去  $\text{Ca}^{2+}$  量，即可求出  $\text{Mg}^{2+}$  量。

12.7.4 由于元素全量分析中干扰较多，为了消除铁、铝等的干扰，应当用沉淀分离  $\text{R}_2\text{O}_3$  后的滤液进行测定为宜；若不分离而直接用脱硅溶液测定，虽加入掩蔽剂，仍有干扰，终点不明显。在分离  $\text{R}_2\text{O}_3$  后，滤液中含有大量铵盐，具有较强的缓冲作用，使得 EDTA 滴定的终点不明显，因而需用浓硝酸蒸干的方法破坏铵盐后再进行滴定。第一次加硝酸蒸干破坏铵盐时需防止反应过激而溅失。开始时应当低温蒸发，并盖上表面皿，待反应缓和后取下表面皿，用水冲洗。在处理过程中，需注意将烧杯内壁的残留物冲洗下来，以便去尽铵盐。

测  $\text{Ca}^{2+}$  时溶液的 pH 值需控制在 12 以上，使  $\text{Mg}^{2+}$  沉淀为氢氧化镁，以免影响  $\text{Ca}^{2+}$  的滴定。加氢氧化钠使  $\text{Mg}^{2+}$  沉淀完全后需

## **DL/T 5357 — 2006**

及时滴定，以免溶液吸收二氧化碳而生成碳酸钙沉淀，延长滴定终点。

由于镁与铬黑 T 形成的铬离子同 EDTA 的反应在室温下进行较慢，故滴定速度应予以控制，特别在临近终点时需缓慢滴定。

### **12.8 钾、钠 的 测 定**

**12.8.1** 火焰光度法具有应用普遍、操作简便、快捷和灵敏度高的优点，本次修订采用此法。

## 13 阳离子交换量试验

13.0.1 阳离子交换量是度量岩土对溶液中的阳离子交换吸附性能强弱的指标，可大致地反映土中黏土矿物成分。常见黏土矿物的阳离子交换量（在 pH7 时）如表 1 所示。

表 1 常见黏土矿物阳离子交换量（pH7）

矿物名称	阳离子交换量 cmol/kg	矿物名称	阳离子交换量 cmol/kg
高岭石	3~15	伊利石	10~40
埃洛石	5~10	蛭石	100~150
水化埃洛石	40~50	绿泥石	10~40
蒙脱石	80~150		

因此，可利用小于  $2\mu\text{m}$  粒组的阳离子交换量来大致判断其中的主要黏土矿物成分。应当指出，由于土中矿物组成复杂，影响因素较多，测定结果是综合性的，并非单一黏土矿物的表征，应用时应予以注意。

对于盐渍化土类，不适用本方法，可选用其他方法进行试验。

13.0.4 本试验采用三乙醇胺—氯化钡（pH=8.1）缓冲液法测定土中阳离子交换总量。

阳离子交换量的测定方法是利用被缓冲至中性或微碱性的  $1\text{mol}$  盐溶液作为交换剂处理试样，作为交换剂的盐溶液种类有很多，其中以醋酸铵应用得最普遍。但是此法的缺点在于铵离子吸附能力较弱，同时可以被蛭石等矿物固定而难以释出，从而导致结果偏低。对于含游离铁、铝较多的红色黏土，可能会出现吸附过量铵离子不易洗去而导致交换量偏高的误差。



## DL/T 5357 — 2006

在三乙醇胺-氯化钡 (pH8.1) 的方法中, 钡离子吸附性能较强。该方法适用范围广, 操作简便, 已被广泛使用。

**13.0.5** 阳离子交换量 CEC 的现行单位为厘摩尔每 1000 克土 (cmol/kg), 以前的单位为毫克当量每 100 克土 ( $m \cdot e/100g$ ), 注意对照。

## 14 比 表 面 积 试 验

14.0.1 黏土矿物的比表面积是单位质量颗粒的总表面积，通常以  $\text{m}^2/\text{g}$  表示，总表面积为内表面积和外表面积之和。各种黏土矿物由于分散度及晶格构造的特征不同，表面积有着明显差别。土中常见黏土矿物的比表面积见表 2。

表 2 土中常见黏土矿物的比表面积

矿物名称	比表面积 $\text{m}^2/\text{g}$
蒙托石	810 (其中内表面积为 700~760)
伊利石	67~100
高岭石	7~30
埃洛石	45
水化埃洛石	430 (其中内表面积为 400)
粗粒蛭石	100~300
水铝英石	260~300

测定土的比表面积的方法有很多，国内外应用比较普遍的是有机极性分子吸附法，本规程推荐的乙二醇吸附法属这类方法。

14.0.2 氯化钙—乙二醇溶剂化物，每次测定需使用新配制的，不要连续使用。五氧化二磷使用至糖浆状时，则应更换。

试验过程最好在  $25^{\circ}\text{C}$  左右恒温下进行，即使没有恒温条件，温度也不应相差太大，因为在不同温度下，乙二醇的吸附量有所差异，从而影响测定结果。

## 15 岩土矿物组成试验

**15.0.1** X射线衍射分析是研究黏土矿物最重要的一种方法。此法是以X射线射入黏土矿物晶格中产生的衍射为基础。不同的黏土矿物,晶格构造各异,X射线射入时便会产生不同的衍射图谱,据此可对其中的黏土矿物组成进行鉴定。土中伴存的非黏土矿物的鉴定原理与黏土矿物的鉴定相同。

**15.0.4** 试样以制成镁饱和的较好,因镁是常见的二价阳离子中原子序数最小的,对X衍射吸收较少。实践证明,试样制成定向薄膜比干粉末压制样的效果好,试样用量也较少,故以定向薄膜作衍射分析为宜,研究(060)谱线除外。

**15.0.7** 在鉴别具有扩展性晶格矿物,如蒙脱石等时,本规程建议用甘油扩展法。乙二醇扩展法在国外比较流行,此法效果虽与甘油法相似,例如也可使蒙脱石吸附两层乙二醇扩展至1.7nm左右,但是某些蛭石,即使用镁饱和,也可以吸附两层乙二醇,同样扩展至1.7nm附近与蒙脱石混淆,所以采用甘油扩展法较宜。

**15.0.22** 某些常见的矿物粉晶衍射数据见表3。表中晶面间距 $d$ 原单位为Å,现单位为0.1nm;相对强度 $I/I_0$ 采用10分制。

表3 某些常见的矿物粉晶衍射数据

高岭石		埃洛石		蒙脱石		伊利石		蛭石		绿泥石	
$d$ 0.1nm	$I/I_0$	$d$ 0.1nm	$I/I_0$	$d$ 0.1nm	$I/I_0$	$d$ 0.1nm	$I/I_0$	$d$ 0.1nm	$I/I_0$	$d$ 0.1nm	$I/I_0$
7.19	10	10.04	10	15.0	10	9.83	8	14.5	10	14.02	0.5
4.459	3.5	4.391	7.5	5.007	0.5	4.983	6	4.952	2	7.08	10
4.439	4.5	3.361	3	4.548	1	4.484	4	4.571	3	4.717	6.5
4.167	4	2.996	1	3.006	0.5	4.230	1	3.504	2	3.546	6

表 3 (续)

高岭石		埃洛石		蒙脱石		伊利石		蛭石		绿泥石	
$d$ 0.1nm	$l/l_0$	$d$ 0.1nm	$l/l_0$	$d$ 0.1nm	$l/l_0$	$d$ 0.1nm	$l/l_0$	$d$ 0.1nm	$l/l_0$	$d$ 0.1nm	$l/l_0$
3.830	2	2.554	2.5	2.569	1	3.480	1	2.605	5	3.323	0.5
3.736	1	1.682	1	1.524	1	3.339	10	2.421	3	2.838	0.5
3.576	10	1.481	1.5			3.184	7	1.674	2	2.547	0.5
3.372	1					2.979	3	1.529	4	2.378	0.5
2.564	3					2.550	3			2.031	0.5
2.534	1					2.456	1			1.663	0.5
2.495	3					2.380	1			1.538	0.5
2.384	1					2.276	1				
2.336	4					2.128	1				
2.290	8					1.994	3				
1.994	3.5					1.817	0.5				
1.786	0.5					1.624	1				
1.650	1.5					1.497	2				
1.617	1										
1.545	0.5										
1.489	2.5										