

碳酸测定仪

*Meet the difference*

Eijkelkamp Soil & Water Nijverheidsstraat 30



操作规程



NL-6987 EM Giesbeek

T +31 313 880 200

E [info@eijkelkamp.com](mailto:info@eijkelkamp.com)

I [www.eijkelkamp.com](http://www.eijkelkamp.com/) 1

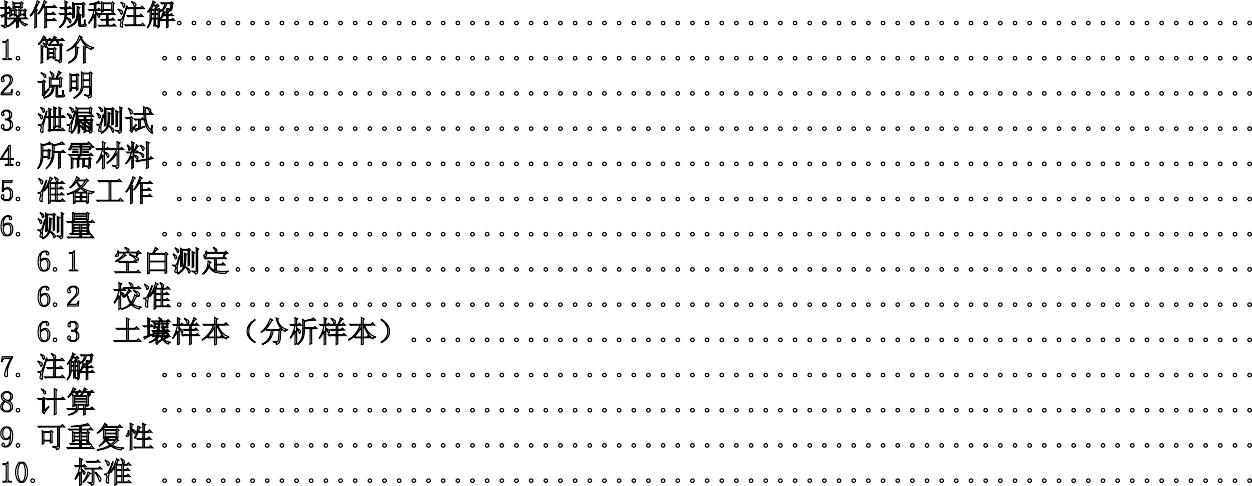
© 2018-05

M-0853CH





目录



操作规程注解 3

1. 简介 3

2. 说明 4

1. 泄漏测试 4
2. 所需材料 4
3. 准备工作 5

6. 测量 5

6.1 空白测定 5

6.2 校准 6

6.3 土壤样本（分析样本） 6

7. 注解 7

8. 计算 7

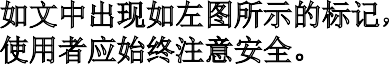
9. 可重复性 7

10. 标准 7



操作规程注解

 如文中出现如左图所示的标记，则表示下文将进行重要说明。

如文中出现如左图所示的标记，则表示下文有重要的警示，可能对使用者或设备造成危害。使用者应始终注意安全。



*Text*

斜体文本表示实际文本会在显示屏幕中出现。



# 1.



简介

土壤中碳酸盐的含量是表征土壤肥力的一个可靠指标。为测定土壤中碳酸盐的含量， Eijkelkamp 公司与荷兰研究多家机构一同研发出一款符合 NEN-ISO 10693 标准的碳酸测定仪。Eijkelkamp 公司开发的碳酸测定仪可同时测定 5 份样本中的碳酸盐含量。

该碳酸计在原理上遵循了 Scheibler 方法，该方法基于容量法测定土壤中碳酸盐的含量。

通过向样本中添加盐酸，使样本中的碳酸盐释放出 CO ，然后在 CO 的压力作用下，

2 2

滴管中的液面由于脱气而上升（刻度为 ml) 。

此时液面的差值代表释放出的 CO 的含量，进而可计算出碳酸盐的含量。碳酸盐的含量用等量的碳酸钙含量来表示。

2

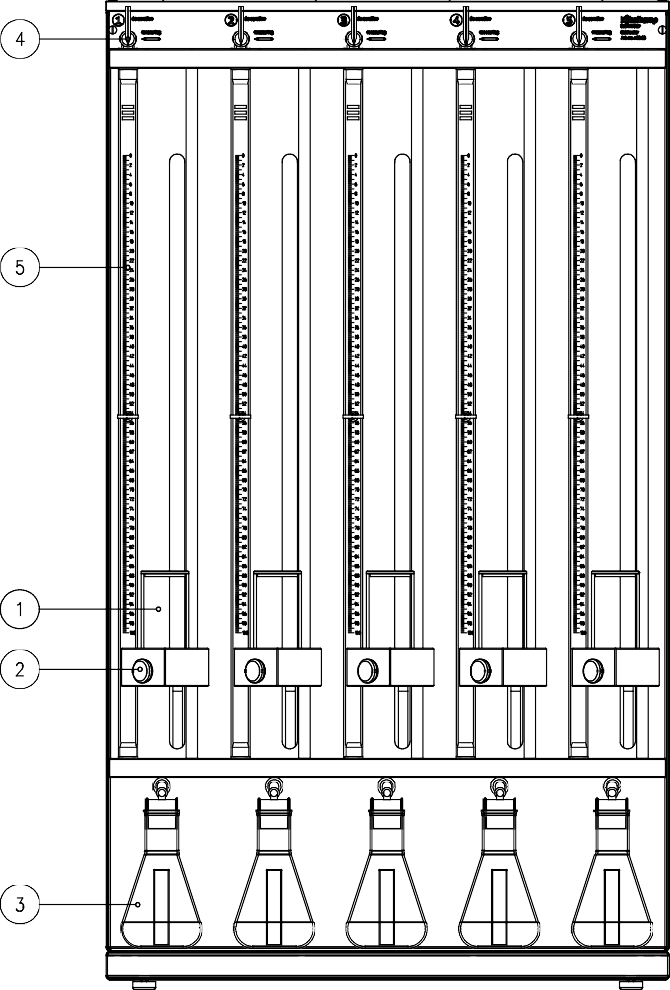
与其它方法（例如 Wesemael- and Anderson 方法）相比，优点为：

* 无需使用烘箱干燥硅胶。
* 无需其它化学品。
* 等待时间较短。
* 无需精确的称重设备。
* 对易碎玻璃部件的需求较少。
* 容易利用气体容量法来测定成分。

# 2.



说明

装置（见图）

* 在装置顶部安装有双通活塞 (4)。

其工作方式如下：

- 将手柄转至上方的位置，

可排出反应容器(3)和滴定管(5)中的气体。

这是脱气档。

- 将手柄转至水平位置，关闭脱气开关，

连接反应容器和滴定管。

这是测量和测试档。

* 握住缓冲架并按下黑色按钮 (2)，

可上下移动缓冲容器 (1)，从而将其释放。

此时可提起容器。

* 测量时滴定管应充满水。

为此，缓冲容器应提至最高位置

（活塞在脱气档）。

然后，可将水倒入容器中，

随后水将流至滴定管中。

通过反复上下移动缓冲容器可排除气泡。

当缓冲容器提至最高位置时，

应向滴定管中添加水至 0 mL。



# 3.

去除容器内多余的水。



泄漏测试

将活塞转至实验档，以关闭滴定管，同时将缓冲容器提至最高位置。

将硅胶塞塞到空锥形瓶上（反应容器），并降低缓冲容器的位置。滴定管内的溶液将处于受压状态。设定 60 分钟后，水位应保持稳定。

 4.



所需材料

* 根据 ISO 11464 规定准备实验材料，将样本风干，假设颗粒组份小于或等于 2 mm，

过筛后分成实验样本。

根据 NEN-ISO 11465 测定各样本的含水量。

* 碳酸钙 (CaCO3) 粉末。
* 盐酸浓度c(HCl)=4 mol/l。
* 用水将340 ml 浓盐酸HCl （p = 1.19 g/ml）稀释为 1000 ml。
* 水质需符合分析要求，25°C 时，导电率不高于 0.2 mS/m

（根据 ISO 3696 中规定的质量 2 级）。

## 5.

准备工作

用约 1 ml 盐酸处理表面皿中的实验样品（约 2.5 g）。根据气泡持续时间估计碳酸盐的含量。根据估计所得结果，确定分析所用样本量。参见 NEN-ISO 10693 第 4 页第 7.1 节内容。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Intensity of effervescence** | **Carbonate content g/kg** | **Mass of test portion**  **g** |
| None or only limited | <20 | 10 |
| Clear, but for a short time | 20 till 80 | 5 |
| Strong, for a long time | 80 till 160 | 2,5 |
| Very strong, for a long time | >160 |  1 |

## 6.



测量

向反应容器中添加少量碳酸钙 (CaCO )。将盛有盐酸的试管放入反应容器中，用瓶塞塞住容器。将活塞置于测量位置，倾斜反应容器，使盐酸流出试管，与碳酸钙发生反应。

3

反应持续一天后，滴定管中溶解的二氧化碳达到饱和。

每一系列的测量都应包括两个空白测定（以获得零点或参考值）和校准之前对 0.2 克和 0.4 克碳酸钙的两个测定。

# 

## 6.1



空白测定

向两个反应容器中各添加 20 毫升水，测定其空白值。样本和标样的测定起始水位是 3 毫升， 可使用缓冲罐来设定。为使滴定管中的水位上升，需将起始水位设为 3 毫升。

当少量二氧化碳溶解却未溢出时，这在实际操作中时有发生。

空白测定起始值是 20 和 80 毫升。

主要原因是，扩散或压力不同，滴定管底部末端和顶部末端测量值也可能不同。

根据这两个值将获得可接受的平均值。将反应容器置于碳酸计上，即无需再次移动。现在，向小试管中加入 7 毫升盐酸，然后用镊子将试管放置反应容器中。

# 



用塞子塞住反应容器，并将活塞置于测量位置之前，切勿将盐酸喷溅到待分析物质上。将反

应容器塞住之前，需将塞子润湿。随后将活塞转到测量位置。每个反应容器均需重复此操作。

倾斜反应容器，使盐酸流出试管，与被分析物质发生反应。

反应中产生的气体将会降低滴定管中的液面高度，提高缓冲罐中的高度。

该水位差异切勿超过 3 毫升。一旦超过，二氧化碳会受压溶于水，从而增加其在水中的溶解度， 导致所获结果不准确。另外，不时振荡反应容器有助于加快反应进程。振荡 5 分钟。

当体积不再变化时，记下体积数值。

如果体积继续增加，则继续振荡直至体积稳定不变（振荡时间不应超过一个小时）。

## 6.2



校准

校准之前，先分别称量 0.2 克和 0.4 克的烘干碳酸钙，精确到 1 毫克。

将这两份碳酸钙分别放置两个反应容器中，每个反应容器中需加 20 毫升水。样本和标样的测定起始水位是 3 毫升，可使用缓冲罐来设定。

为使滴定管中的水位上升，所需起始水位是 3 毫升。

当少量二氧化碳溶解却未溢出时，这在实际操作中时有发生。将反应容器置于碳酸计上，即无需再次移动。

现在，向小试管中加入 7 毫升盐酸，用镊子将试管置于反应容器中。

用塞子塞住反应容器，并将活塞置于测量位置之前，切勿将盐酸喷溅到待分析物质上。将反应容器塞住之前，需将塞子润湿。随后将活塞转到测量位置。



每个反应容器均需重复此操作。

倾斜反应容器，使盐酸流出试管，与被分析物质发生反应。

反应中产生的气体将会降低滴定管中的液面高度，提高缓冲罐中的高度。

该水位差异切勿超过 3 毫升。一旦超过，二氧化碳会受压溶于水，从而增加其在水中的溶解度， 导致所获结果不准确。另外，不时振荡反应容器有助于加快反应进程。振荡5分钟。

当体积不再变化时，记下体积数值。

如果体积继续增加，则继续振荡直至体积稳定不变（振荡时间不应超过一个小时）。

（测量值为大约 40 和 80 毫升二氧化碳）。

## 土壤样本（分析样本）

为了初步测定，准确称量所准备好的样品重量，精确到 1 毫克。将称重的样品放入反应容器中， 加 20 毫升水。

将反应容器置于碳酸计上，即无需再次移动。

现在，向小试管中加入 7 毫升盐酸，用镊子将试管置于反应容器中。

用塞子塞住反应容器，并将活塞置于测量位置之前，切勿将盐酸喷溅到待分析物质上。将反应容器塞住之前，需将塞子润湿。随后将活塞转到测量位置。



每个反应容器均需重复此操作。

倾斜反应容器，使盐酸流出试管，与被分析物质发生反应。

反应中产生的气体将会降低滴定管中的液面高度，提高缓冲罐中的高度。

该水位差异切勿超过 3 毫升。一旦超过，二氧化碳会受压溶于水，从而增加其在水中的溶解度， 导致所获结果不准确。另外，不时振荡反应容器有助于加快反应进程。振荡5分钟。

当体积不再变化时，记下体积数值。如果体积继续增加，

则继续振荡直至体积稳定不变（振荡时间不应超过一个小时）。

对于含有难溶解碳酸盐（例如贝壳）的土壤，反应过程可能需要较长时间。

一般认为，当反应容器中不再有气泡出现时，反应结束。使滴定管和缓冲罐处于相同水位线， 读取此时的体积。如果 5 个反应容器中此过程全部完成，则测定完毕。

## 7.



注解

* + - 空白测定中的体积变化不应超过 1.0 ml。
    - 如土壤中有机物含量较高，应往土中加更多的水。
    - 产生的其它气体（例如在含硫的厌氧土中产生的硫化氢）会致使碳酸盐的含量测定值偏高。

在这些情况下，产生的气体应在纯化后以其它方式来测定产生的 CO 。

2

 在清洗设备时（特别是在化学合成物部分），请勿使用化学溶剂或清理剂。

## 8.



计算

计算由样本、碳酸钙标样 (V2) 以及空白 (V3) 测定产生的气体的体积变化 (V1)，

可通过从最终值中减去经校准后的试管中的初始值得出。碳酸盐含量可通过以下公式算出：

公式中:

m2 (V1 - V3) 100 + w(H2O)

w (CaCo3)= 1000 x x

m1 (V2 - V3) 100

w (CaCo ) = 烘干土中碳酸盐含量 (g/Kg) m1 = 测 试 部 分 质 量 (g)

3

m2 = 碳酸钙标样的平均质量 (g)

V1 = 测试中反应部分产生的 CO 体积 (ml)

2

V2 = 由碳酸钙标样产生的 CO 体积的平均值 (ml)

2

V3 = 空白测定的体积差 (ml)（该值可能为负）

w(H O) = 干样的含水量，质量百分比，根据 ISO 11465 测定结果四舍五入，保留整数。

2

## 9.

可重复性

在可重复环境下，两个测量结果的差异不应高于 NEN-ISO 10693 中第 9 段，第 5 页， 表 2 所列数值。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 碳酸盐含量 g/kg |  | 允许差值 |
| 0 ~ 50 |  | 3 g/kg |
| > 50 ~ 150 |  | 数值的 6% |
| > 150 ~ 180 |  | 9 g/kg |
| > 180 |  | 数值的 5% |

## 10. 标准

有关样本制备、计算和可重复性的进一步说明，请参见 ISO 10693 标准。

未经 Eijkelkamp Soil & Water 公司的事先书面批准，本出版物中的任何内容不得以打印、影印、缩影胶卷等形式转载或公布。可在未经事先通知的情况下对技术参数进行修改。

对于因产品使用不当造成的人为损坏，Eijkelkamp Soil & Water 公司概不负责。Eijkelkamp Soil & Water 公司欢迎您对产品和操作指南给予反馈和评价。