

分析實驗講義

化工系工業用藥專業二

馬玉珪

蔣雄圖

南京工學院

1954, 1

陶瓷專業分析

馬玉珪 編

第一部 矽酸鹽礦物的分析

第二部 粘土的示性分析法

江苏工业学院图书馆
藏书章

南京工學院

一九五三年九月

陶瓷專業分析講義目錄

第一部 矽酸鹽礦物的分析

第一章 矽酸鹽分析概論

111.	矽酸鹽分析的重要性	1
112.	矽酸鹽礦物的組成	1
113.	矽酸鹽近似分析法的簡單介紹	3
114.	經典分析法與蘇聯快速分析法的比較	5
115.	分析矽酸鹽應行注意之點	5
116.	矽酸鹽近似分析法之其他應用	6

第二章 矽酸鹽近似分析法步驟

121.	樣品的製備	7
122.	吸濕水及燒失量的測定	7
123.	樣品之分解	8
124.	氧化矽之測定	9
125.	氧化鐵之測定	11
126.	氧化鈦之測定	13
127.	混合氧化物總量的測定	13
128.	氧化鈣及氧化鎂的測定	14
129.	氧化鉀及氧化鈉的測定	16
1210.	分析數據的處理	20

第二部 粘土的示性分析法

第一章 示性分析概論

211.	粘土之意義	23
212.	粘土示性分析法的簡單介紹及粘土示性分析法的目的	23

第二章 粘土示性分析法實驗步驟

221.	初步處理	23
222.	粘土質的分離	24
223.	長石岩屑與石英岩屑含量之估測	24
224.	誤差來源	25

第三章 實驗數據的解釋及其處理

231.	酸鹼處理對於粘土中各種礦物成分的影響	25
232.	粘土質之組成	26
233.	長石岩屑與石英岩屑的組成	28
234.	由示性分析實驗數據計算粘土組成示例	29
235.	示性分析与完全分析結果的比較	29

附錄(一) 白金器具的使用及其應行注意之點

附錄(二) 液体試劑配製法

1-3

1-4

陶瓷專業分析

第一部 矽酸鹽礦物的分析

第一章 矽酸鹽分析的概論

111. 矽酸鹽分析的重要性

矽酸鹽礦物佔地殼總量的87%左右，其分佈極廣，隨地皆是，矽酸鹽物蘊藏既如此之富利用矽酸鹽礦物為原料之工業，不但種類繁多，且規模龐大。例如磚瓦，水泥，玻璃，陶瓷等工業皆其著例，他如有閩農作物生長的土壤亦係矽酸鹽類，故矽鹽的分析，實為一極重要的課題，蓋為保證工業成品的品質及控制農作物之生長。矽酸鹽礦物及土壤之組成必須確知此點只有利用化學分析以達成之。

112. 矽酸鹽礦物的組成。

幾種重要的矽酸鹽礦物的化學組成，可由下列分析數據得知：

組成部分	蘇州白土	寧海粘土	湖南長石	江西釉果
SiO_2	41.39%	53.12%	61.89%	72.02%
Al_2O_3	43.13	29.03	23.64	18.21
Fe_2O_3	0.37	2.30	0.15	0.92
CaO	0.90	0.70	0.71	1.29
MgO	0.12	0.78	0.32	0.06
K_2O	無	無	12.12	}4.37
Na_2O	無	無	痕跡	
燒失量	14.12	12.64	0.58	3.04
總計	100.03%	98.39%	99.90%	100.29%

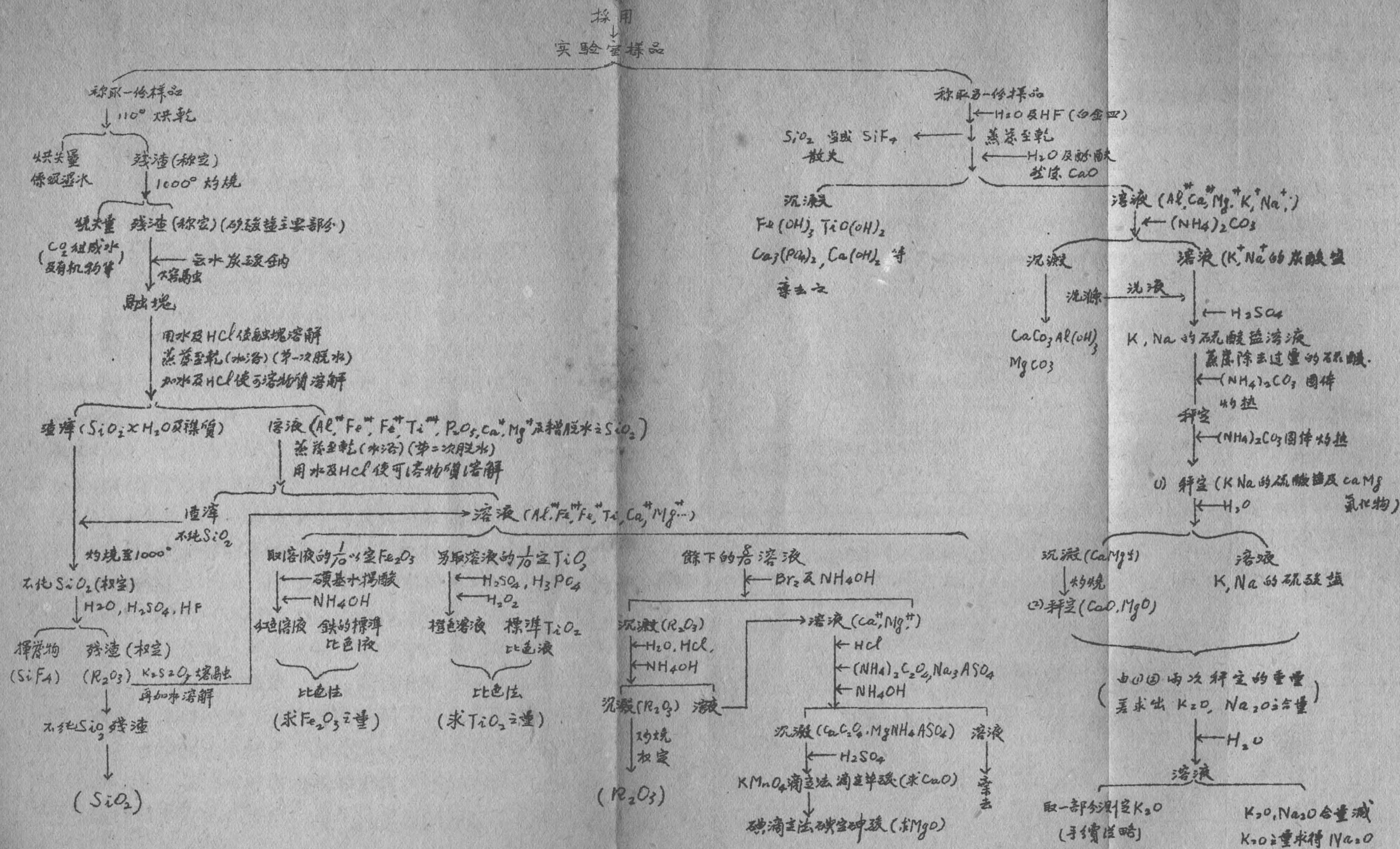
上表所列数字，只包括各該礦的主要成分，在实用上言之，测定此数种成分，（近似分析）已够作应用之参考。毋庸将其中每一种含量甚少之元素——加以测定，（元素分析）

一般的矽酸盐矿物，除上列的数种主要成分外，尚含有约二十种的其他元素，此二十种元素在总量中含佔0.5%以下，此多种元素在实用上言之，不起任何作用（土壤分析例外）兹将一般火成岩石之平均组成，列表如下，以概其餘。

一般火成岩石之平均组成

主 要 成 分		次 要 成 分	
SiO ₂	60.88%	ZrO ₂	0.023%
Al ₂ O ₃	15.27	Cr ₂ O ₃	0.048%
Fe ₂ O ₃	2.67	CO ₂	0.50
FeO	3.49	P ₂ O ₅	0.29
MgO	3.82	S	0.10
CaO	4.92	Cl	0.064
Na ₂ O	3.43	F	0.10
K ₂ O	3.10	B ₂ O ₃	0.104
H ₂ O(110°C)	0.49	SiO	0.043
H ₂ O(>110°C)	1.45	MnO	0.10
TiO ₂	0.81		
		NiO	0.026
		SO	不定
		C	不定
		有机物	不定

113. 砂酸鹽近似分析法的简单介绍 (为简明起见列表如下)



114. 經典分析法與蘇聯快速分析法的比較。

經典分析方法，其結果十分精確可靠，然分析手續之繁，作一近似分析費時100小時以上。經驗較少之分析者，每感極大之困難，為補救此種缺點，蘇聯的先進分析化學家已發展一整套的“矽酸鹽快速分析法”此種快速分析方法，雖不及經典分析法的精確，然結果亦屬可靠，而分析時間，則可大量節省，對目前我國偉大而緊張的經濟建設，實具有重大之意義。

在本課程中所採用之分析方法，夾雜着經典法及快速法，係依(一)本院分析實驗室中設備及藥品條件可以實行者，(二)分析結果之可靠性，(三)分析手續之繁簡，(四)分析費用之多寡等件為選擇之標準。在經典分析法中選擇手續較簡易於操作者，在快速方法中選擇結果比較可靠者，舉凡手續太繁，結果不十分可靠，消耗巨大，以及本實驗室因設備及藥品缺乏而不能實行者，皆捨棄不用。

115. 分析矽酸鹽應注意之點。

(一) 讀者由113節簡表可以察出矽酸鹽岩石之分析，實為分析工作中最繁雜而複雜之一種，此種分析工作既要極端仔細又須有極大耐心，據初步估計，完成一次矽酸鹽岩石之分析工作，須六十小時以上，在操作過程中，若不仔細而忽視瑣事，必須重做，時間及物質之浪費至大，故仔細與耐心實為岩石分析之第一要著，第一發現實驗過程中有不可靠之處，或對之無信心時，立即趁早重做，以免遭受更大之損失。

(二) 在矽酸鹽分析中，白金器皿係常用之儀器，此種儀器價格昂貴，在使用時務須極端愛護，以免損壞，使用白金儀器應注意之點及規則，讀者可參閱附錄(一)，並須嚴格遵守其中所列每一規則，以避免不必要之損失。

(三) 氫氟酸為矽酸鹽分析必不可少之試劑，此酸腐蝕性極

強，使用務宜仔細，切勿沾着皮膚，以免燙傷，此酸能侵蝕大多數矽酸鹽，故氫氟酸只能在白金器具內使用，舉凡玻璃皆不能應用，氫氟酸係貯於密封的白腊瓶中，應用時可用燒燙的白金絲在瓶之上端刺穿一二小孔，傾入先塗有厚層白腊之量筒中，以約略量其體積，然後傾入白金器皿內使之作用，用畢之後宜即刻用燒燙的白金絲燙融小孔附近之石腊，使之將小孔封閉，以免揮發而影響工作人員之健康，同理當蒸發氫氟酸時必須在通風良好之烟廚內進行。

116. 矽酸鹽岩石分析法之其他應用。

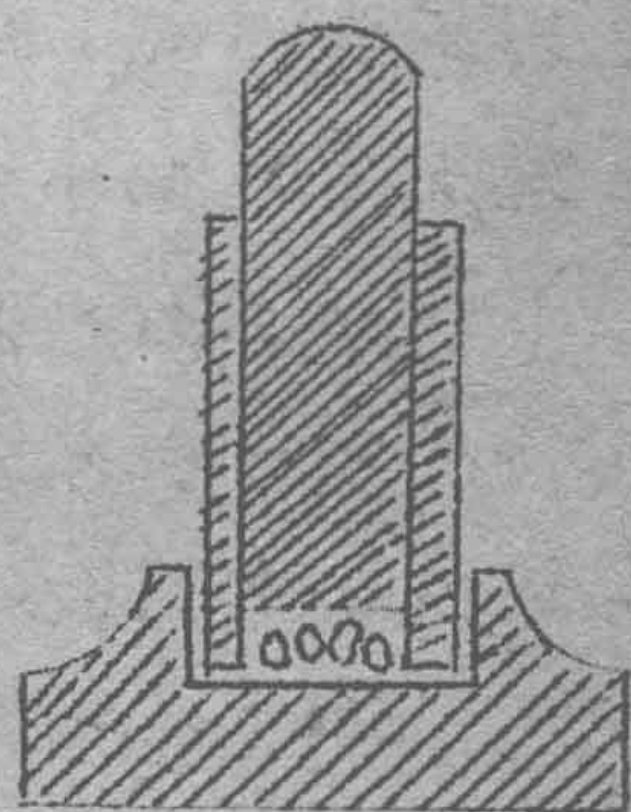
矽酸鹽岩石分析法，幾乎可以應用在一切矽酸鹽的分析天然產的含矽物質，如石英、長石、高嶺土、粘土、土壤、滑石、雲母等工業產品如玻璃、陶瓷、水泥、爐渣等等，皆可應用此種方法，予以分析其他如碳酸鹽岩石、磷酸鹽岩石、硫酸鹽岩石以及水分析等等亦能部份的應用此種分析方法。

讀者已學習過石灰石之分析方法，試一回想便知其中之 H_2O 、燒失量 CaO 、 MgO 等之分析法與此完全相同，但較簡單而已，當然，各種不同物質各有不同之成分及組成，有些較為簡單，有些則十分複雜，其分析方法並不盡同，然而基本上則並無很大差異，在分析時只需將方法略加修改或適當簡化即可應用於上列各種物質之分析矣。此類物質之分析方法，此處不擬一一列舉，讀者如有興趣可參閱有關書籍。

第二章 砂酸鹽近似分析法步驟

121. 樣品之製備：

被採取之樣品應能代表整體之組成，若不能代表整體之組成，則分析結果將毫無意義可言。取能代表整體 $\frac{1}{2}$ cm 到 1 cm 大小之樣品碎片，置於硬鋼板上，用硬鋼鎚小心將其擊碎，儘量避免碎片飛散。收集此種擊碎之碎片約 100g，然後將碎片置硬鋼研鉢 (pattner mortar) 中，將其擊碎為粗粉。硬鋼研鉢之構造如圖所示，各個部分全為硬鋼所製成。用時將研鎚取出，將碎片放入銅筒底部平鋪一層，將研鎚垂直放入，然後用硬鋼鎚用力打擊研鎚，樣品碎片即被碎為粗粉，將研鎚垂直取出，然後將粉狀樣品傾在一張腊光紙上；用同樣方法擊碎樣品，直至將全部樣品碎片擊碎為止。所應注意者，當鋼研鎚取出或放進時，應竭力避免與銅筒互相摩擦，以免鐵屑混入樣品中，導致謬誤之結果。將腊光紙之兩對角提起，並作上下運動，使樣品在紙上滾動，以獲得充分之混和，待其充分混和之後，藉骨勺之助將樣品在紙上鋪為圓形薄層，然後將其分為四象限，取其相對之兩象限，放在每吋 100 孔之銅絲網篩中（此時銅篩中樣品應為 25g 左右，若對分後樣品在 50—75g 之間，可用四分法再分一次）輕搖動銅篩，將其中之細粉篩在另一張腊光紙上，次將篩中粗粉傾出，分批在瑪瑙研鉢中研碎，直至全部通過 100 孔篩為止。將此細粉貯於一乾燥廣口瓶中，以備分析之用。



122. 吸濕水及燒失量的測定：

取瓷坩鍋兩只，用水洗淨，在石棉板上用酒精燈以小火烘乾水跡，然後置坩鍋於瓷三角上，用噴燈灼燒10分鐘，移開燈火令坩鍋稍為冷卻，於是將坩鍋移入乾燥器，俟坩鍋完全冷卻後，置天平中權定其重，再將坩鍋置噴燈上灼燒5分鐘，一切手續如前，俟完全冷卻後，再權其重，至坩鍋重量不變為止。

精確稱取樣品兩份，每份約0.8克，於已秤定之瓷坩鍋中放置小表面皿上，置烘箱中，在 $105-110^{\circ}\text{C}$ 烘1小時，然後取出置乾燥器中，令其冷卻，秤定其重量，烘前烘後兩次重量之差，即為吸濕水之重。

經吸濕水測定後，將坩鍋用蓋蓋好，置瓷三角上，用噴燈將其灼燒，初用低溫，逐漸用全熱灼燒半小時，然後置乾燥器中令其冷卻，迅速秤定其重。秤定之後，再灼燒10分鐘，一切手續如前，最後至重量不變為止。灼燒前後兩次重量之差即為燒失量。

123. 樣品之分解：

精確秤出約0.8克之樣品兩份，於30c.c.白金坩鍋中，另用表面皿在桌上天平上稱出極純之無水碳酸鈉5—6g，將其中四分之三加入白金坩鍋中，用燒圓之短玻璃棒將兩者充分攪拌，至確信樣品混勻為止。此時宜注意避免將玻璃棒與坩鍋刮擦，並避免攪起粉末飛揚，次將混合物鋪平，然後用餘下之碳酸鈉洗擦玻璃棒，最後將全部碳酸鈉傾入坩鍋中，並使其平鋪於混合物之上。將白金坩鍋置於瓷三角上，用蓋蓋好，先用噴燈小火灼燒五六分鐘之後，漸將坩鍋放低，使鍋底變至微紅約十分鐘，繼續加大火焰，直至熔化，維持此種溫度約半小時（此時熔體中微有氣泡發生）最後用最大火焰灼燒十分鐘，移去噴燈，取下坩鍋蓋，用坩鍋夾夾住坩鍋，使慢慢轉動，以使其中熔體在鍋壁上凝成薄層，如此可使此後

之溶解較為容易，令坩鍋靜置於瓷三角上，蓋上鍋蓋，令其冷卻。

坩鍋完全冷卻之後，加水滿三分之一，用微火加熱，（切勿令沸）用短玻璃棒撥動熔塊察其是否鬆動，若熔塊已經鬆動，可將坩鍋中之內容物一併傾入一 400 ml 燒杯中，並將坩鍋充分洗滌，使所有洗液流於燒杯中，若坩鍋中之熔塊經水一再處理之後尚未鬆動，可將坩鍋外表用水沖洗，然後將坩鍋側放於一含水滿三分之一之 400 ml 燒杯中，微熱燒杯直至熔塊鬆動，然後用 15 cm 玻璃棒將坩鍋提出水面，用水充分沖洗坩鍋內外兩面，次將坩鍋蓋置於坩鍋上，用稀 HCl 數滴潤濕坩鍋蓋之下面，以便可能附着於蓋底之熔塊溶解，最後將坩鍋蓋上及坩鍋中之稀 HCl 液洗入燒杯中。

小心注入濃 HCl 20 ml 於蓋好之燒杯內（注意勿使溶液跳出）俟氣泡完全停止發生後，用水沖洗表面玻璃下面及燒杯之四壁，此時往往可見膠狀矽酸析出，但不應有細微而較重之顆粒沉於底部，若然則必係樣品未被完全分解，宜即將此溶液棄去，再從頭做起。

124 氧化矽之測定：

將燒杯置水浴上令溶液蒸發至乾（蒸發需時甚久，最好將時間預先妥為安排，樣品分解後，即將燒杯置水浴上令其自行蒸發，此時即可離開實驗室從事其他工作，四五小時之後可察看一次，察其是否已經蒸乾）並將殘渣在水浴上繼續加熱一小時，然後加濃 HCl 5 ml，藉玻璃棒之助，令鹽酸潤濕全部殘渣，加水約 75 ml，並將表面玻璃及燒杯四壁沖洗，用微火將燒杯加熱，並將其內容物攪動，以促使可溶物質完全溶解。此時僅餘脫水的 SiO_2 不溶於鹽酸，用緊密適中的濾紙將溶液過濾於一 250 ml 的燒杯中；儘量將殘渣移於濾紙內，用 1:20 稀鹽酸沖洗燒杯一次，洗液注入濾紙過濾，再用

同樣洗液將殘渣充分洗滌，最後用水洗滌一次。將燒杯中收集之濾液及洗液傾回原燒杯中，並沖洗燒杯兩次，然後將燒杯置水浴上再度蒸發至乾，並將殘渣在 $105-110^{\circ}\text{C}$ 烘培半小時，用 5 ml 濃鹽酸潤濕殘渣，然後加水 75 ml ，並加微熱以提取可溶鹽類，用另一小濾紙將第二次脫水之 SiO_2 過濾，並用 $1:20$ 冷鹽酸充分洗滌燒杯及濾紙中之殘渣，再用水洗滌兩三次，收集濾液及洗液於一 250 ml 量瓶中，保存濾液，以作鉛鐵等之測定。最後用一小片無灰濾紙夾於兩玻璃棒之間，仔細擦淨燒杯內壁，以除去可能附著於燒杯內之 SiO_2 ，將此片濾紙與前兩濾紙合併置於一白金坩鍋^{*}內，用蓋蓋妥，先用小火將濾紙烘乾，俟水份除去之後，降低坩鍋，以使濾紙炭化，當揮發物散盡之後，將坩鍋蓋偏放於坩鍋口之一邊，加大火焰，以氧化殘餘炭素。最後將坩鍋放正，用蓋蓋好，以最大火焰灼燒半小時，移開噴燈，俟其稍冷，然後將坩鍋連蓋放在乾燥中冷卻，冷卻後將坩鍋取出連蓋權定之。次將坩鍋用大火再度灼燒十分鐘，放冷後再度權定，至重量不變為止，此為不純 SiO_2 連坩鍋之重。

用滴管在坩鍋蓋下加入水 1 ml 潤濕殘渣，再加 $1:2$ 硫酸五六滴，於是用塗脂量筒仔細加入氫氟酸 5 ml ，將坩鍋置於鋪有石棉紙之電熱板上蒸發（通風櫥中），當坩鍋中只餘濃硫酸時，取出坩鍋用小火將硫酸蒸乾（切勿煮沸）。最後蓋上坩鍋蓋用大火灼燒十五分鐘，冷卻後權定之，重複灼燒及權定手續，直至重量不變為止。從所失去之重量計稱 SiO_2 的百分數，保存殘渣，（此殘渣為何物）以供下步分析之用。

※附註：本學期因白金坩鍋數量不夠不能作純 SiO_2 之測定，故只能測定不純二氧化矽，在測定不純二氧化矽時，可用事先已經灼燒並權定之瓷坩鍋代替白金坩鍋，將濾紙灰化並灼燒至重量不變，由所得殘渣之重量計稱不純二氧化矽之百分數。

陶瓷專業分析

126. 氧化鈦之測定 (比色法)

按124節量瓶中用25ml移液管吸取溶液25ml於100ml量瓶中，以水稀釋至50ml上下，加入 H_2SO_4 (1:1) 10ml及磷酸(85%) 2ml，若遇鐵的顏色不退可再加磷酸1-2ml然後加過氧化氫(30%) 10滴若用3%溶液可加5ml稀釋至標線充分搖勻備用。

另行製備含鈦標準比色液如下：取氧化鈦標準溶液(每毫升含 TiO_2 一毫克)裝在微滴定管中記錄其讀數，另取100ml量瓶一個加水約70ml， H_2SO_4 (1:1) 10ml，磷酸2ml，過氧化氫(30%) 10滴，並將其搖勻，然後從微滴定管中緩緩滴入標準氧化鈦溶液每滴數滴充分搖勻直至其顏色深度約略與未知溶液相等，記錄滴定管之讀數，最後以水稀釋至標線充分搖勻備用。

將未知溶液與標準比色液進行比色手續如前節所述，由標準溶液之濃度厚度以及未知溶液之厚度計算氧化鈦之百分數。

127. 混合氧化物總量之測定 (包括氧化鋁的測定)

124節之量瓶中尚餘有溶液200ml，將此溶液傾入一400ml燒杯中，以水洗滌量瓶數次洗液併入燒杯中，最後從洗瓶中吹出蒸餾水沖洗瓶塞收集洗液於燒杯中，加飽和溴水1ml，充分攪拌，然後將燒杯中溶液加熱至沸以逐出多餘之溴加固體氧化鋁4-5克，攪拌使溶液再度加熱至沸，緩緩加入新近過濾之氨水(1:1)至能聞到顯著之氣味為止，靜置三分鐘，使沉澱後之沉降用最疏鬆之無灰濾紙(黑系9或11cm直徑)立即過濾以600ml燒杯承接濾液，此時燒杯中之沉澱不必全部移入濾紙。

用2%氯化鋁溶液為洗液洗滌燒杯及沉澱四五次，將濾液及洗液用HCl酸化立即置水浴上蒸發至稀積約有200ml，將或有沉澱之濾紙取下置原燒杯中，加濃鹽酸5ml使沉澱完全溶解，然後用水稀釋至約200ml，煮沸溶液並將濾紙碎為紙漿加 NH_4

CH(1:1) 進行沉澱手續如前。將沉澱攪拌，使與紙漿充分混合。用最疏鬆濾紙立即過濾，用原米盛接濾液之 600ml 燒杯盛接濾液，用 2% NH_4Cl 溶液洗滌燒杯及沉澱六次，立即將濾液及洗液用鹽酸酸化置冰浴上蒸發至體積約為 300ml 而待下節測定氧化鈣及氧化鎂之用。用無灰濾紙一小片夾於兩玻棒之間，將原燒杯中所有沉澱擦淨，然後將此片濾紙合併於主要沉澱中。將濾紙摺好，置於一預先灼燒過及稱量過的連蓋瓷坩鍋中，用通常方法將濾紙炭化並用強力火焰灼燒沉澱至重量不變為止。此時沉澱已變成混合氧化物，將坩鍋連混合氧化物之重量減去原坩鍋之重量，即為混合氧化物總量* 應該記取此混合氧化物總量只是原樣品中的 $\frac{200}{250}$ (即 80%) 依此計原樣品中混合氧化物之總量及其百分數。

由混合氧化物之百分數減去氧化鎂及氧化鈣的百分數，即為氧化鋁在原樣品中之百分數。

* 附註：此混合氧化物中可能有極少量未被脫水之 SiO_2 混於其中，若欲得極精密之結果，則需將此混合氧化物與 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 共熔使混合氧化物變成可溶之硫酸鹽，此時矽酸則成為不溶之殘渣。將矽酸(不純)分離於白金坩鍋中，將其物燒至重量不變。

然後以 H_2SO_4 , HF 等試劑處理矽酸如前，由此所得矽酸之量，應加於前次所測定之矽酸中合併計其百分數。

128. 氧化鈣及氧化鎂之測定*

將上節蒸發後之濾液的 600ml 燒杯從冰浴上取下，用洗瓶沖洗表面皿之下面使洗液流入燒杯中(小心勿令溶液濺出)。然後以水沖燒杯之四壁，加甲基橙指示劑 2-3 滴。

將溶液加熱至 70-80°C 加草酸 1-2 克攪拌至溶，加磷酸鈣 4-5 克，重新攪拌，此時若生成沉澱可加入濃 HCl 數滴，使其溶解。然後緩緩加入氨水(25%) 並不停攪拌，當沉澱出現時，立即停止加入繼續攪拌兩三分鐘，續加氨水至甲基橙指示劑由淺紅色

變為黃色為止。將燒置水浴上加熱半小時，然後放冷於每100 ml 溶液中加25% 氫水10 ml。將燒杯置冷水中冷卻並不停攪拌五分鐘，令燒杯在冷水中放置一小時，並不時加以攪拌，然後令其靜置过夜。次日再將溶液攪拌，放置10—15分鐘，以兩重定性濾紙過濾，用25% 氫水洗滌燒杯及沉澱十次以上，棄去濾液及洗液，以原燒杯置於漏斗之下，從洗瓶中吹熱稀硫酸(1:4)於濾紙中，使其中之沉澱溶解濾下，以同樣洗液再洗兩三次，最後每次以少量熱水洗滌濾紙三四次。

此時溶液之體積約為40 ml 左右，將溶液加熱至70—80°C 用0.05 N 標準 KMnO_4 溶液滴定之至量現粉紅色不變為止，計其氧化鈣之百分數如下：

$$\text{氧化鈣百分數} = \frac{NV \times \frac{\text{CaO}}{2000}}{S \times \frac{P}{O}} \times 100\%$$

上式中 N = 標準 KMnO_4 溶液的濃度 (N)

V = 標準 KMnO_4 溶液的體積 (ml)

CaO = 氧化鈣克分子量 = 56.08 (g)

S = 原樣品之重量 (g)

O = 溶液之總體積

P = 被取出溶液之體積

測定鈣以過之溶液，令其冷卻稀釋溶液至約100 ml，加入為溶液總體積 $\frac{1}{5}$ 的濃鹽酸，用表面皿將燒杯蓋好，分數次性燒杯中再加入碳酸鈉1克，以逐去溶解之氧加入碘化鉀一克，放置三分鐘，立即以標準硫代硫酸鈉溶液滴定所釋出之碘，至碘之黃色消失，若五分鐘後，續現碘之黃色，繼續滴定至黃色消失為止。

若原溶液之體積太小，則當 KI 加入時可能有鹽類析出妨碍此後之滴定，此時應加少許蒸餾水使之溶解，放置三分鐘，立即以標準 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定如前。

$$\text{氧化鎂百分數} = \frac{N \times V \times \frac{MgO}{2000}}{S \times \frac{P}{100}}$$

N = 標準 $Na_2S_2O_3$ 溶液之濃度 (N)

V = 標準 $Na_2S_2O_3$ 溶液之体积 (ml)

MgO = 氧化鎂克分子重 (f) = 40.32 克

S = 原樣品之重 (g)

P 之意義同前

* 附註：若樣品中氧化鎂含量不少於 1% 用此法測定鎂可得滿意之結果，若氧化鎂含量少於 1% 時，結果往往太低，遇此情形可在進行沉澱手續以前用移液管加入標準氧化鎂溶液（每毫升含 MgO 0.001 克）5 ml，然後作測定手續如前，最後計算結果時，須從所得氧化鎂重量中減去 0.005 克。

129. 氧化鉀及氧化鈉之測定

取樣品 0.5 克置於 75-100 ml 白金皿中，加少許蒸餾水使之潤濕，再加 40% 氫氟酸 5-6 ml。用白金匙小心攪動皿中內容物，然後將皿放置水浴上，將溶液蒸發至乾，用白金匙攪動殘渣，察看樣品是否已經完全分解，若感覺皿底有顆粒遺留，再加氫氟酸 5-10 ml 重行處理。

當試樣已經分解之後，再加蒸餾水 30-40 毫升酚酞指示劑兩三滴，然後緩緩加入少量新製之氫氧化鈣溶液，同時攪動使指示劑漸顯紅色，（指示劑在此顯色甚為緩慢故氫氧化鈣溶液不宜加入過急）然後再加氫氧化鈣 0.4-0.5 克，將皿用表面皿蓋好，然後置水浴上加熱兩小時，用白金匙儘可能多加攪拌，蒸發散失之水宜以蒸餾水補充至原有体积。

將白金皿自水浴上取下，將濾紙一張撕碎加入白金皿中，並將其碎為紙漿（或用等量之紙漿加入更好）小心攪動用鬆緊適中之濾紙過濾，最初的混濁濾液應將其重新過濾，將濾液收集於 250-300 ml 之柄皿中沉澱以熱稀氫氧化鈣溶液洗滌 6-8 次。

洗滌併入柄皿中。於柄皿中加入飽和碳酸鉍溶液 4ml 以沉澱溶液中之鈣。將柄皿置水浴上蒸發至乾，然後將柄皿置於溫度適中之電熱板上加熱 15—20 分鐘，以使碳酸鈣沉澱轉為粒狀，用預沸並經冷卻之水洗滌柄皿，用最密實之濾紙將沉澱濾去，收集濾液於小白金皿中，將柄皿及沉澱用冷水洗滌 5—6 次。

用表面皿將白金皿蓋好後加入 1:1 硫酸數滴，使離金屬由碳酸鹽轉為硫酸鹽，將皿置於水浴上加熱，當停止發生 CO_2 之汽泡時，將表面皿取下，用水洗滌其下面於白金皿中，將皿置於低溫電熱板上蒸發溶液至少量，然後增高電熱板之溫度以蒸發過剩之硫酸（切忌加熱太急以免溶液跳離白金皿），次將白金皿於低溫噴灯上小心將其灼乾，放冷後加小塊碳酸鉍 0.5—1 克重新灼乾，以使酸性硫酸鹽轉為中性鹽，將白金皿取置乾燥器令其冷卻 20 分鐘然後稱量之。皿中鹽類再以碳酸鉍處理灼乾並稱量之至重量不變為止。

將皿中之硫酸鹽以 5—10 ml 蒸餾水溶解之，若有沉澱遺留將其過濾及白金皿用冷水洗滌數次，將濾液及洗滌水集於 50 ml 燒杯中，取下濾紙放置於原白金皿中，將其灰化灼乾及稱量，兩次稱量重量之差，即係硫酸鉀及硫酸鈉之總量，若總量在 20 毫克以下毋庸另行測定氧化鉀之量，用氧化鉀及氧化鈉之平均轉換同數換算為氧化鉀氧化鈉之量，其計算公式如下：

$$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} \text{ 百分比} = \frac{(A-B) \times 0.4884}{H} \times 100\%$$

A = 白金皿連硫酸鹽之重 (g)

B = 白金皿連不溶物之重 (g)

H = 原樣品之重 (g)

0.4884 = 將硫酸鉀鈉轉標為氧化鉀鈉之平均轉換同數

若硫酸鉀鈉總量超過 20 毫克則需另行測定氧化鉀之百分比，然後由所得氧化鉀之量用減法求出氧化鈉之量，氧化鉀之測定