

土壤肥料分析法

华南农学院土壤农化系編

廣東省科學技術協會 出版
廣東省科協農學會

一九五九年九月

土壤肥料分析法

目 錄

第一部分：分析工作通論

(一) 實驗室一般基本操作	(1)
1. 酒精灯及酒精噴灯的使用	(1)
2. 器皿的洗滌	(1)
3. 在器皿上写上號碼	(2)
4. 玻璃燒制的基本操作	(2)
5. 塞子鉗孔操作	(3)
(二) 天平的使用	(3)
1. 台平的使用	(3)
2. 分析天平的使用	(4)
(三) 几种常用仪器的使用	(8)
1. 称量瓶	(8)
2. 洗 瓶	(8)
3. 干燥器	(9)
4. 量 瓶	(9)
5. 滴定管	(9)
6. 吸 管	(10)
7. 半微量分析滴定管	(11)
8. 过滤器	(11)
9. 鉗埚坩	(12)
(四) 几种基本分析技术	(13)
1. 沉淀	(13)
2. 沉淀的过滤和洗滌	(13)
3. 蒸 发	(15)
4. 容量分析的一般操作	(15)
5. 比色測定技术	(17)
(五) 容量分析的計算	(19)
1. 容量百分濃度	(19)
2. 重量百分濃度	(19)
3. 当量濃度	(19)
4. P.P.M. 濃度	(21)
(六) 工作記錄本	(22)

第二部分：分析前的工作准备

(一) 标准溶液的制备	(23)
1. 标准酸液的配制和濃度的測定	(24)
2. 标准碱液的制备和濃度的測定	(25)
3. 高錳酸鉀标准溶液的配制及濃度的測定	(26)
(二) 分析样本的采取和制 备	(27)
1. 分析样本的采取	(27)

(1) 土壤样本的采取	(27)
(2) 肥料样本的采取	(28)
2. 分析样本的制备	(28)
(1) 土壤分析样本的制备	(28)
(2) 肥料分析样本的制备	(29)

第三部分：土壤肥料分析

一、水份的测定	(30)
二、土壤酸碱度——PH值的测定	(32)
三、土壤有机质的测定(邱林法)	(36)
四、土壤中全氮量的测定(重铬酸钾法)	(39)
五、土壤中易水解性氮的测定(邱林及康诺诺娃法)	(41)
六、氨态氮肥中氮的测定	(42)
七、硝酸态氮肥的测定	(43)
八、含酰胺态氮肥的测定(尿素、尿及粪汁中的氮)	(43)
九、石灰氮的分析	(44)
十、有机肥料中全氮的测定	(44)
十一、土壤全磷的测定(钼酸铵容量法, 柠檬酸铵容量法)	(46)
十二、土壤中有效磷的测定(比色法)	(48)
十三、有机肥料中全磷量的测定	(49)
十四、骨粉、过磷酸钙、磷矿石粉、磷灰土、草木灰等全磷量测定	(50)
十五、过磷酸钙中水溶性磷酸的测定	(50)
十六、钾长石、云母的全量钾的测定(亚硝酸钴钠容量法)	(51)
十七、矿物钾肥料(硫酸钾、氯化钾)的测定(酸性酒石酸钠法)	(53)
十八、草木灰中全钾素的测定	(54)
十九、有机肥料中全钾量的测定	(54)
二十、土壤中有效钾的测定	(54)
二十一、钾长石或云母制成的钾钙混合肥中钾素含量的测定	(55)
二十二、土壤中有效N.P.K.速测法	(55)
二十三、植物组织中养分速测法	(57)
二十四、土壤水溶性盐的测定	(58)
二十五、土壤机械分析(比重计速测法)	(59)
二十六、石灰肥料的测定(滴定法)	(62)

附 录:

表一、若干元素的原子量	(63)
表二、强酸和强碱溶液的比重	(63)
表三、几种主要试剂的当量值	(65)
表四、换算系数	(65)
实验室的仪器设备	(66)
实验室的设计	(69)
实验室的安全	(70)

第一部分 分析工作通論

(一) 實驗室一般基本操作

1. 酒精灯及酒精噴燈的使用

在沒有电的条件下，實驗室所用加热的器皿是酒精燈或炭爐。在需要高温时則用酒精噴燈。(图1) 酒精是易揮发的，不用时当蓋好。燃点时候不要加酒精，以免引起火災。不用时把酒精灯的蓋蓋上，火即熄滅。

使用酒精噴燈时，先在噴燈下部凹处(3)加入酒精燃燒。待酒精燃燒將完畢时，擰开螺旋(4)，然后再擰开螺旋(2)，讓酒精慢慢地从圆筒(1)流下。不用时，先将螺旋(2)关紧，然后才关上螺旋(4)，灯即熄滅。使用时，按着上述步骤进行是很重要的，不然，容易引起爆炸，应特別注意。

2. 器皿的洗滌

在动手分析之前，必須細心准备所有的分析必須的器皿。器皿的清洁对定量分析具有极大的意义。如果极仔細观察时，清洁的器皿，在器皿上不能发现任何污垢，水能从器皿上成平层流下，在任何地方也不留下液滴。当玻璃表面粘有一层脂肪时，便会看到水滴的出現。脂肪的存在是很不好的，因为反应时所析出的沉淀通常能紧紧地粘附在脂肪层上，因此很难將它們移入濾器中。若用來准确量度体积的器皿如量瓶滴管、吸管等粘有脂肪害处尤大。因为將液体倒出时，一部分液体成液滴状留在器皿壁上，因此体积的量度就不准确。

器皿在每次用完以后应立刻洗滌干净，这是很重要的，这样就使到以后的洗滌容易，也使到器皿易洗滌干净。

一般的洗滌处理：首先，把水注入欲使的器皿中，然后用每种器皿特有的毛刷用力刷器皿的内外，其次用肥皂溶液或苏打溶液代替水重作这个操作，然后用水多次的冲洗。

用重鉻酸鉀洗液处理：如果用上述方法不能洗淨的，为不溶性的物質所弄髒的器皿，应用重鉻酸鉀的硫酸洗液处理。

洗液的制法是：粗略称取粗重鉻酸鉀($K_2Cr_2O_7$)或重鉻酸鈉5克，溶于10毫升热水中，冷后在不断的攪拌下小心加入粗濃硫酸90毫升，(注意：凡制酸液，必須使酸注入水溶液而且要慢，以免因发生热而产生危險)。

这种洗液是强烈的氧化劑，能很好地除去各种髒的东西。如果把它加到干的器皿中則所起作用更好。在用少量洗液湿润器皿所有的内部表面以后，將它倒回原来貯存洗液的皿中，把洗液灌入吸管时应用橡皮氣球(图2)。新鮮的洗液具有暗橙黃色，在长期使用以后，溶液就變成暗綠色，这就是洗液已

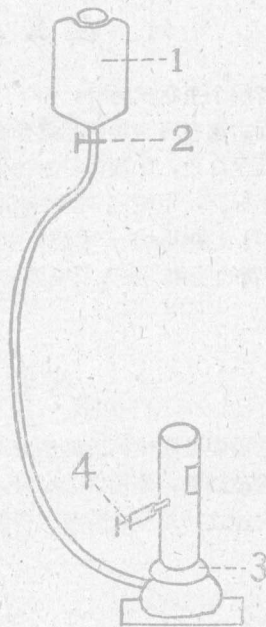


图1

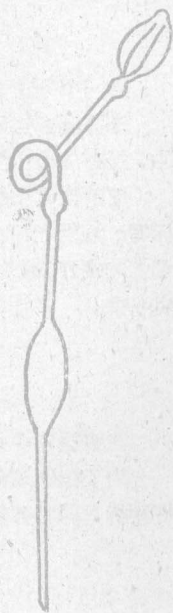


图2

不适于供以后洗涤器皿之用的标志。

倒出洗液以后，再讓器皿靜置片刻，然后用水洗許多次。

在使用洗液时要十分小心，因为它用濃硫酸制成的，如滴在衣服上，它会燒破衣服，如滴落手上或臉上时，必須用大量的水冲洗受伤部位。

用肥皂水或酒精性碱液处理：假如器皿上有油脂，那末应把它用濃的碱液（30—40%）处理，或用酒精性碱液处理。酒精性碱液的制法是用普通酒精加在同样重量的30%的碱液中，处理后用热水洗净，然后用蒸馏水洗。

用硫酸铁的酸性溶液或草酸及盐酸处理：这些溶液是供清除用高錳酸鉀之后蓋覆于滴定管和其他的玻璃器皿上的棕色的 MnO_2 薄层之用的。

任何情况下都不可以用砂子来擦去玻璃器皿上的污垢。因为砂子能擦伤玻璃表面而引起肉眼看不清的裂縫的形成。

器皿的干燥是在烘箱中烘干，或分別将它挂在干淨的带傾斜度的木釘凉干架上（图3）

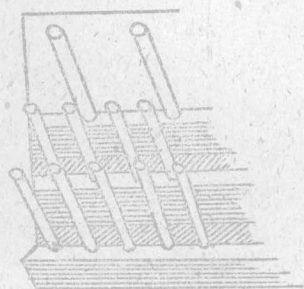


图 3

3. 在器皿上寫上号碼

当一个分析者进行几个平行試驗时，为了不使器皿混乱，必須把器皿写上号碼。

磁質器皿可用下面方法書写：加結晶氯化高鉄少許于數毫升普通藍墨水中，用火柴梗写于磁器上，烘干再在强火中燒灼至呈紅色，此顏色可耐任何洗滌。

玻璃器皿可用蜡笔标记，但蜡笔只能在干的玻璃上書写。若不能用蜡笔，又不宜貼紙条时可用下法标记：溶解200克虫胶片（Shaltec）于木酒精中，用紗布压滌，把雜質滌去。慢慢地加入含礬砂1:8（重量）的水170毫升，不断的攪和，加入所需要的顏料，然后用这种溶液書写，所写的标记可用酒精性碱液洗去。

4. 玻璃燒制的基本操作

在實驗室中，常常需要截断或彎玻璃棒或玻璃管，由于不会做常致損坏不少材料或弄伤手。

为了截断玻璃棒或玻璃管，先用小鋸刻痕，然后放在手上，使刻痕在两个大姆指之間，自下向上輕輕彎折，同时輕輕把它拉之，这样才能获得平整的切口，然后把各端在灯上燒熔。（图4）



图 4 玻璃管的切斷

为了彎曲管子，把要彎曲的地方在噴灯上燒。它的两旁避免燒热，同时用手指不断的旋轉管子，並为了增加受热面积，在火焰水平的位置上也要前后的移动。当玻璃柔軟时，把管子由火焰中取出，把它

的一端向上抬起，并謹慎地彎成需要的角度。(图5)

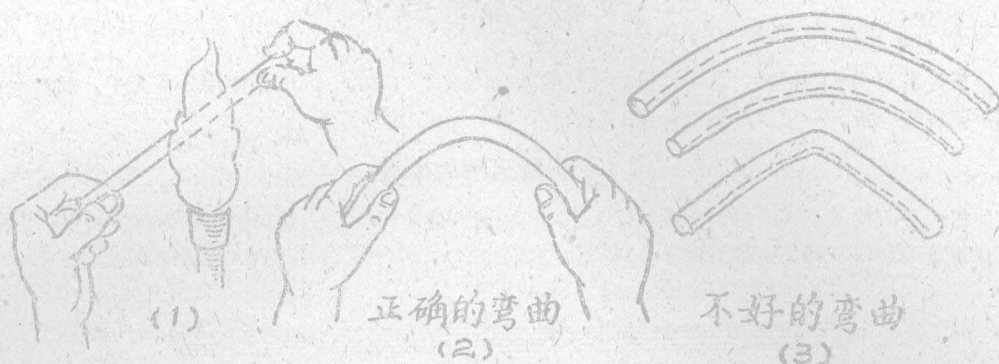


图 5 玻璃管的彎曲

彎曲后热的玻璃管不能将它放在冷的表面上，否則它要破裂。

为了拉細玻璃管，可依彎曲玻璃管方法先把玻璃燒柔軟，然后把管子由火焰中取出，两手拉开，待冷后，用小鋸切断。(圖6)

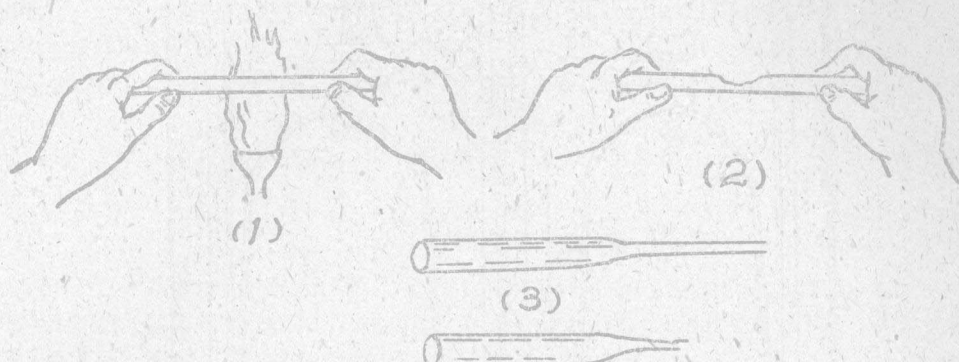


图 6 玻璃管的拉細

5. 塞子鑽孔操作

鑽孔时应从塞子小的一端开始下钻。預先选定一下钻的位置，钻时左手持着塞子，右手拿着钻孔器，輕輕將钻孔器向下压，並不停轉动，应注意钻孔器与塞子底必須保持垂直，并小心不要塞子钻裂，钻完后，將钻孔器拔出，頂出钻孔器中的軟木屑或橡皮屑。

(二) 天平的使用

1. 台平的使用

称量克以上，而要求准确到 0.1 克的物体可采用台平。台平使用前先观察天平的两臂是否平衡。如果平衡，則当台平静置时，指针应指在标准度的 0 点上。不然的話，可以調节两边的螺旋，使指针指在 0 点。称重时，把要称的物品放在左盘上，然后在右盘上加砝碼，使两盘平衡。平衡时，记录砝碼的重量。应注意，被称的物質应放在鍍玻璃上，或小燒杯上，不能直接放在天平盘上称重。

2. 分析天平的使用

分析时常用量少的试样，这种称量的准确度就提出高度的要求。因此，要用分析天平。通常在实验室内所使用的分析天平可以准确地称至0.0001克，即称至0.1毫克或万分之一克。

(1) 分析天平的构造：

分析天平因构造不同，分为普通等臂天平，链码天平及电动天平。通常所用的为等臂天平，它的最大的荷重量为100或200克，准确度为0.1毫克。它的构造如图（图7）兹将重要部分说明如下：

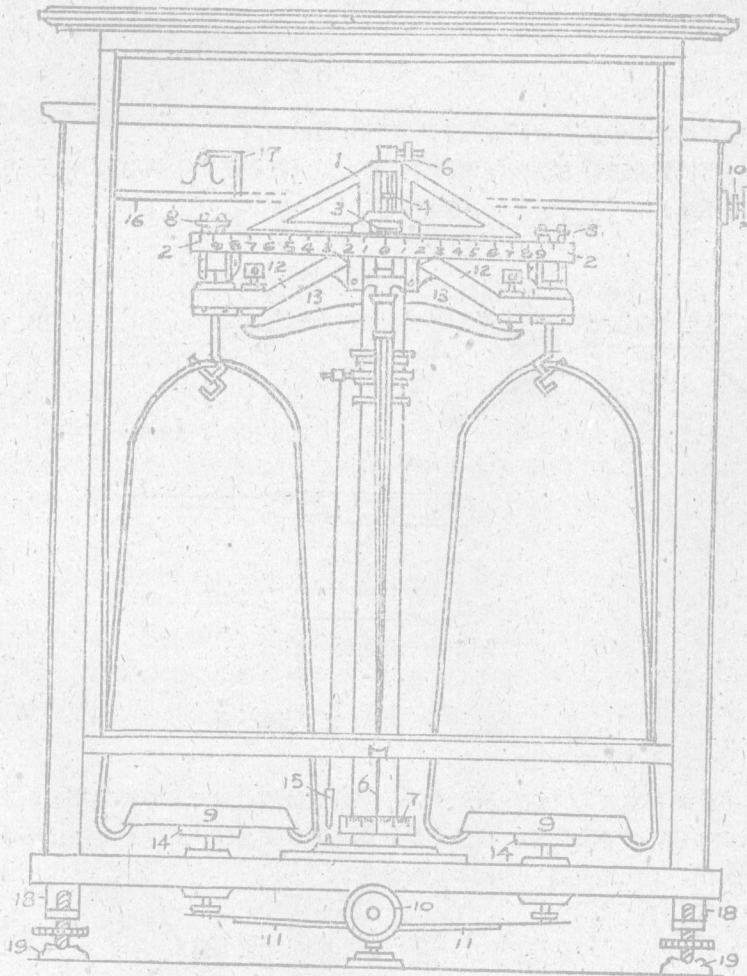


图 7

- (1) 一天平梁； (2) 一放游码的刻度尺； (3) 一中间三稜体； (4) 一调节重心的螺絲； (5) 一调节零点的螺絲； (6) 一指針； (7) 一讀數标尺； (8) 一蹬； (9) 一天平盘； (10) 一升降樞軸； (11-12和13) 一升降樞槓； (14) 一盤托； (15) 一悬鍾； (16) 一移动游碼的裝置； (17) 一游碼鉤； (18) 一天平足； (19) 一有凹孔的墊。

天平樑——天平樑（1）是分析天平的主要部分，樑上安着三个瑪瑙質或上等鋼制成的三稜柱，中央一个三稜柱（3）的稜角支持在特別小心琢磨过的天平柱的平面上。它是樑上的支点。两端两个三稜柱，两个环鈎或蹬（8）分別架在上面；天平的盘（9）就挂在这两个蹬上。所有这三个稜体的銳边，即中間的支点和两端的盘子悬挂点都應該互相平衡并且在水平面上。

指針——长指針（6）固定在天平架的中央，用它能够观察称量时樑的少許傾斜。为了观察便利，在天平下放一个小的指标尺（7）。

重心螺絲——樑的重心应当稍微在支点下面，樑的重心和支点之間距离的大小对天平的灵敏度有很大的影响，樑的重心的調节可旋动調节重心螺絲（4）。

移动游碼的装置——在天平樑上装着一个可以移动的鈎子（16,17），用它可以把小的綫圈砝碼——游碼——放在樑的不同位置上——刻度尺（2）。这样就可以称到毫克及0.1毫克。

升降樞——为了防止三稜体銳边的磨損，分析天平有升降樞（10—14）的装置，升降樞用升降樞軸（10）来开动。它固定在天平底板的下面。在不使用时，天平应經常保持休止状态。当天平休止时，升降樞向上，把天平樑托住，两个悬挂着盘子的蹬也被举起来。被托着的天平，不仅每一个三稜柱不与相应支持小台接触，因而不会變鈍，同时盘子也不再挂在樑上而是架在盘托上。若把樞軸向左轉动，升降樞就降下，首先是蹬，然后樑也随着落下，指針就摆动。

天平是放在玻璃匣中，它可以使天平不会受尘埃、空气流动、工作者的呼吸等損害。匣支在螺旋的天平足（18）上。利用螺旋并根据天平柱（在后面或旁边）上的悬錘，使天平处于水平位置。为了使天平正确地工作，必須使天平处于精确的水平，罩子两旁的門是为取放砝碼和称量物之用。前面的門只在装置和調整平时才打开。为了保持天平內部干燥，在天平的左角放置用小燒杯装着干燥劑（濃硫酸，無水氯化鈣或硅胶，若用濃硫酸作干燥劑时要經常檢查，防止因硫酸吸湿后容积增加溢出而致腐蝕天平台板）。

分析天平的盘是用某种金屬制成，为了避免氧化，鍍着一层金或鉑。因此絕對不應該将被称物品直接放在天平盘上。

（2）分析天平的砝碼：

分析天平用的砝碼，为了避免因氧化而改變重量起見，鍍着一层金或鉑的小砝碼。亦有用某种难被氧化的合金制成。砝碼放在特制匣內，匣中放入鑷子。在使用时，須用鑷子将砝碼放在天平盘上，或从天平盘上取下来，絕對不允許用手接触砝碼。

砝碼是按照一定的次序放在匣中。砝碼的系統，通常为5:2:2:1或5:2:1:1:1。如在第一种情况下，匣內有50, 20, 20, 10, 5, 2, 2, 1, 克大砝碼，毫克的分數亦作成同样的系統。在称重前須先把砝碼檢查有無放乱位置，在称重完毕后，将每个砝碼放回原位，絕對不要弄乱砝碼的排列順序，如果严格遵守这条規則，工作者便能檢查砝碼計算的正确。在称重完毕时，先根据空的匣孔砝碼位置逐一把數量記錄在記錄本上，然后在把砝碼自天平上取下，并把它們放回匣中时校对一遍。

（3）天平的安放：

天平應該放在干燥的房間里，安放在不受震动的平穩的平台上（最好是置于水泥台上）。应避免阳光的照射，并且最好不要靠近火爐、暖气管或其他热源。因这些会使天平不均匀地受热，使到天平的两臂长度變为不相等。

天平装置在三个足上，其中前面的两个是放在小垫上的两个螺絲。第三足也放在小垫上，一般是有固定高度的。在調节水平时，我們可首先調整一个足，譬如左足，而自右边約在垂直于联接左足与后足的直綫的直立的平面上观察悬錘，得到了滿意的悬錘位置后，再自左边观察并調整右足使悬錘到正确的位置。最后从两旁观察悬錘，再調整天平一次，有必要时可稍微旋动两足。

在安装平时，必須預先仔細閱讀隨附着天平的說明书。天平零件小心用干燥、洁淨的絲綢軟布擦淨。

必須注意，不小心安装天平会使它受損，最常磨鈍三稜体和磨伤支垫平板。天平安装后，檢查它的平衡情形，即在放下升降樞时，檢查指針是否在标尺刻度的中間。

(4) 使用步骤:

称重前先以软骆驼毛刷或毛笔扫净称盘然后检查下面几点 (i) 天平是否呈水平状态 (ii) 升降枢的机件是否灵活 (iii) 盘上未放置物时指针的摆动是否向左右摆出相等距离 (iv) 称碟放落时盘托与称盘是否相接。(如上述各项均妥时即进行零点的检定和灵敏度的测定。

零点的检定:——零点是未载重天平摆动时所观察到指针所指刻度的算术平均值。

(甲) 摆动法:

小心放下升降枢, 观察指针摆动。若指针不摆动或摆动很微, 可轻轻打开边门, 用手在边门外上下轻轻推动, 以便藉轻微的空气流使天平摆动起来。起初二次摆动由于空气流或震动关系可能不正确, 不要记下来。

标尺的左右都有10格, 读数时最好以刻度的中心当作10, 右边第10格当为0, 左边第10格作为20。如图(8)

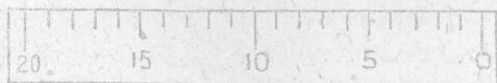


图8 标尺

将连续五次(或三次)指针摆动格数记下来, 并用眼睛估计格以下的分数, 算出水平零点。例如:

左	右	
14.9	5.6	5.8
+ 14.7	5.8	14.8
29.6 ÷ 2 = 14.8	+ 5.9	20.6 ÷ 2 = 10.3 零点
	17.3 ÷ 3 = 5.8	

为了校对零点, 可再按上法再测定一次, 取二次结果的算术平均值作为准确的零点。

(乙) 短摆法:

采用这一方法时, 读数时最好以刻度尺的中心当作0, 读数从中心开始如(图9)

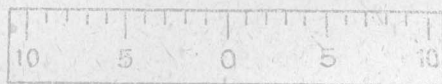


图9

从第三次开始, 根据刻度尺读出指针的偏向, 如果指针在自己摆动时偏向于某一边比偏向于相反一边大多小刻度记住这种情况并将它记下, 如:

左	右
4.9	4.4
4.7	4.2

它的零点为偏左0.5格。在称量时, 加砝码至指针摆动达到偏左0.5格即可。

(丙) 使用气鼓式天平时, 不必用上述方法求出零点, 可以在小心放下升降枢后待指针不再摆动, 读出标尺刻度读数即为零点。

天平零点不应在标尺刻度8~12之外。

灵敏度的测定:——天平灵敏度的意义: 于已经平衡了的天平的一边, 加上一个很少的额外重量, 便会引起天平偏移到一个新的平衡。从指针刻度尺上观察, 若移动的刻度愈多, 则天平愈灵敏, 灵敏度愈大。

灵敏度可简单地表示如下: 天平载重改变1毫克(mg)所引起的指针的位移的刻度数(刻度数/毫克), 或以引起指针倾斜一刻度所需的毫克数(毫克/刻度)来表示。

例如: 若零点是9.5, 加游码于天平梁右端第一刻度处(1毫克)时的平衡点是12.5那末天平的灵敏度 = $12.5 - 9.5 = 3$ 刻度/毫克或 $1 \div 3 = 0.33$ 毫克/刻度。

(5) 物体的称重举例:

在开始用分析天平称量以前, 先用台平称量被称物体的重量。一方面可以确定它的粗略重量, 另方

面若碰到大的器皿，就要确知它的重量是否超过天平载重的指定限度。因分析天平的安全系数很少，因此少许超过载重限量就会使天平损坏。

检查天平的情况正常以后，进行零点的测定，然后把被称的物体放到天平的左盘上，才用砝码来平衡称量物。

准确到0.01克的称量

进行正确称量时，应当先放上显然重些的砝码。假设称量一个坩埚，在台平称量时，它的重量约20克，就先放20克砝码，关好天平门，小心地放下升降枢。若这时指针立刻向左倾斜，这表示砝码太重，马上小心架稳天平，用镊子取去这个砝码，换上19克的砝码。若然太重，则取去2克的砝码换上1克的。若太小，然后加入依次以下的小砝码即十分之几克的砝码。假设加500毫克（0.5克）结果太多而200毫克太少。再加入100毫克仍旧太少，则加入第二个200毫克的以换去100毫克砝码，结果太大，则取出这个200毫克的，仍然换上100毫克的再用50和20毫克的砝码来试验，结果它们太大而砝码10毫克太小，那么坩埚重是在18.41和18.42克之间。

第三位小数的确定

试过最小的10毫克砝码以后可以用游码来测定千分之几克。方法如下：

将游码放在5毫克刻度上，放下升降枢，开始观察摆动，若指针偏向左，即表示5毫克过多，将游码移至2毫克处，若平均点将小于10，即指针尖端基本上只在标尺右边摆动；则再将游码放至3毫克处，开始把指针摆动的格数记录下来，并求出它的平均点，假设是8.9而零点是9.4，则所得平均点8.9就比它小些，所以砝码的重量18.413是不够的。

将游码放在4毫克刻度处，放下升降枢再记下读数，求出它的平均点，假设是11.3，因为11.3比零点大；故18.414克是过多的重量，因此坩埚的重量在18.413克和18.414克之间。

第四位小数的确定

有了三个数字9.4（0点 C_0 ），8.9（重量不足时的平均点 C_1 ）和11.3（重量过多时的平均点 C_2 ）就可以计算出第四位即十分之几毫克也就是万分之几克。

因为两次重量相差1毫克，在这样的载重时天平的灵敏度是 $11.3 - 8.9 = 2.4$ 刻度/毫克或 $\frac{1}{2.4} = 0.4$ 毫克/刻度，砝码不足时的平均点（8.9）与0点（9.4）相差 $9.4 - 8.9 = 0.5$ 刻度，即相差 $0.4 \times 0.5 = 0.2$ 毫克（0.0002克），因此坩埚的真重量为 $18.413 + 0.0002 = 18.4132$ 克。

假若两个平均点 C_1 和 C_2 都大于零点 C_0 ，或相反地二者都小于零点就表示这两个重量或都过重，或都不足，因此只保留靠近零点的一个平均点，并将游码向左或向右移动一个刻度再测一个平均点。

上述方法可按下面公式计算。

$$\frac{1}{C_2 - C_1} \times (C_0 - C_1) = \text{毫克}$$

C_0 = 天平零点

C_1 = 重量不足时平均点

C_2 = 重量过多 " " " "

好的天平，它的灵敏度事实上改变得很小，因此只须在开始时测定，把它的刻度值记下。称重时由一次游码的放置就能够算出第四位小数，可按下面公式计算：

$(C_0 - C') \times \text{刻度值} = \text{毫克}$ 或 $(\text{零点} - \text{平均点}) \times \text{灵敏度}$ 。 C_0 = 天平零点 C' = 载重时的平均点

例如：若坩埚的重量为18.413克时它的平均点为8.9则第四位小数的求得为 $(9.4 - 8.9) \times 0.4 = 0.2$ 毫克，真实的重量为 $18.413 + 0.0002 = 18.4132$ 克。

若坩埚重量为18.414克时它的平均点为11.3则第四位小数的求得为 $(9.4 - 11.3) \times 0.4 = -0.76$ 毫克，坩埚的真实重量则为 $18.414 + (-0.0008) = 18.4132$ 克。

第四位小數的確定也可以用游碼進行。方法是使用游碼桿將游碼向左或向右移動直至指針的擺動與未載重天平的零點相同，然後直接記下數量。例如游碼的移動至（圖10）所示位置時就達到平衡點則標上的計算為0.0032克

應當記住用分析天平稱量時，重量必須記錄到小數點第四位。如果稱量只是十分之幾克或百分之幾克，也必須用零代替缺少的千分之幾或萬分之幾。例如稱量恰等於12.25克根據上面規則必須把這個重量記成12.2500克，反之如果這個結果是用工業用天平稱得，而工業用天平的準確度不會高於0.01—0.02克的，那麼應該將它記錄成12.25克而不應記錄成12.2500或12.250克。

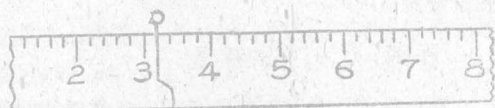


圖 10

天平使用規則

- (1) 絕對不能稱超過天平載重限度的物件。
- (2) 不能稱熱或冷的物件，必須放在干燥器內至室溫。
- (3) 稱量前檢查兩盤是否有污物，天平是否安放水平，其他部分是否正確。
- (4) 稱量前必須確定和核對零點。
- (5) 不能將被稱重物直接放在天平盤上。
- (6) 無論把物件或砝碼放在天平盤上或從盤取下都一定要預先把天平轉完全托住。
- (7) 放下升降樞應緩慢而仔細。
- (8) 必須用鑷子夾取砝碼，砝碼專用鑷子不能作夾取其他物用。
- (9) 砝碼只准放在匣子一定的位置中或放在天平的右盤上。
- (10) 稱量結果的記錄應根據匣中空位求出來，然後當砝碼放回原位時再把記錄的數字校對一遍。
- (11) 所有稱量的結果必須即刻正確地記錄在記錄本上，絕不許可記在任何一張紙條上。
- (12) 稱量完畢後應當檢查天平是否托住，門是否關好，游碼是否自標上取下并穿上天平架。
- (13) 整個分析過程應該用同一架天平和同一套砝碼。

(三) 幾種常用儀器的使用

1. 稱 量 瓶

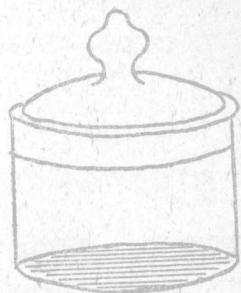


圖11 稱 瓶

為了避免使天平損壞，也為了使稱量準確，避免在稱量過程中吸濕，因此被稱物質應放在特制的，有磨口的稱瓶中（圖11）或錫鍋中。

稱瓶有兩個顯著的優點，它有磨口的玻璃塞，可以防止吸濕；其次它可以直接放在天平盤上。

在使用稱瓶時，不要用手直接接觸它，而用紙條製成小圈，將瓶身纏住，用手指執着紙的兩端，把瓶拿住，就能減少與手的接觸所產生的溫度及沾污的誤差。

2. 洗 瓶

洗瓶通常用500毫升平底燒瓶做成（圖12）。通到瓶底玻璃管要在上部彎成60—70°的角；曲度半徑要儘可能地小。用時，用拇指根部，無名指和小指握住瓶頸靠瓶口處時，就可以用食指和中指來操縱洗瓶的噴咀。



图12 洗瓶



图13 干燥器

为了避免洗涤时将滤纸上沉淀损失，应该先在水槽上吹洗瓶，使长管完全装满水而不再留有气泡，水开始流出喷嘴处时，钳住橡皮管，使水不致流回，然后开始洗沉淀。

3. 干燥器

为了使称量的结果正确，免受湿度的影响，同时使被称物质的温度，接近天平室温度，免受温度的影响，通常把被称物质放在干燥器（图13）冷却。任何器皿，无论是已在烘箱中烘干的干燥称瓶，或是用火焙灼过的坩埚，称量前都要放在干燥器内，并置于天平室中冷却到天平室内温度。

干燥器多用玻璃制成，下部铺上2—4公分干燥剂，上加磁板，板上有大小不同的孔洞以放置坩埚或称瓶。

常用的干燥剂有：烘焙过的无水氯化钙；氧化钙；也有用浓硫酸。在用浓硫酸时，干燥器下部可同时放入小玻璃球或短玻璃棒，以防止波溅，用浓硫酸作干燥剂的缺点在于浓硫酸挥发，易被吸附在沉淀和坩埚表面上，因此不常用。不论用任何干燥剂，应经常检查它的作用，是否已经潮湿。当它的作用已不好时，应当重新换掉。

氯化钙所形成的结晶水的水蒸气压力在平常温度下虽然不高，但仍然不可忽略，因此所放在干燥器里的坩埚等，到完全冷却就够了，不要放得太久，不然焙灼过的物质会重新吸收一些氯化钙所放出的湿气尤其是 CaO 。

干燥器只有在密封的状态下，即没有外面空气进入时才能有良好的作用。因此，干燥器的磨口必须经常涂抹凡士林以防漏气。因为磨口涂上滑润剂很滑。将干燥器从一处搬运至他处时必须用两手大拇指按住（如图示），防止盖子滑落地打破。打开干燥器时，应该将它的盖向旁边移动，而不应向上举起。同时在盖干燥器时，应将它的盖从侧面拿过来盖上。

4. 量瓶

量瓶是制备一定浓度溶液时必须的器皿，瓶颈上刻有标线（图14），把量瓶装满至标线为止，确定液面界限的方法，就是读取弯月面的暗色弧的下面一点。量瓶主要是用来把一定量的物质稀释到一定的体积。倒出一定体积的液体时不能利用它，倒出来的体积总少于瓶上所标明的体积；因为一部分液体留在瓶壁上了。量瓶必须先仔细洗净或用水蒸汽蒸过。



图 14

5. 滴定管

滴定管是一长形极度均匀的玻璃管，上面刻有刻度线。刻度用来指示从节门流出液体的体积毫升数。滴定管通常划分成25或50毫升，每毫升又以十分之一毫升划分，零点在滴定管的上方。

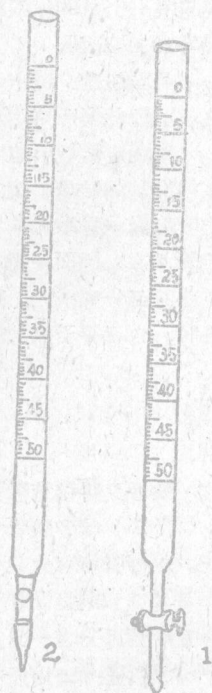


图15 滴定管

滴定管的节門可有下面两种：一种玻璃活塞(图15—1)，另一种小玻璃珠嵌在橡皮管中(图15—2)。后一种在使用时，用手指輕輕捏紧小珠部位，在橡皮和玻璃球之間便产生空隙，液体通过空隙自滴定管中流出。这种滴定管适用于碱类溶液，而不适用于 KMnO_4 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 和 AgNO_3 等溶液。玻璃活塞滴定管不宜装碱液。

用法：如同其他量器一样，在使用前必須洗滌干净，应特別注意滴定管壁上不要留有絲毫油脂，理由在前面器皿洗滌中說明。）

滴定管洗淨后，在盛放溶液前应先少量量取体积的溶液将洗过的滴定管洗滌2—3次以除去留下的水份。然后加入溶液稍高于刻度零处，微微开放节門，使溶液充满滴定管的拉尖玻璃管。必須留心注意除去尖管的气泡。如发现用上方法不能使气泡迁出时，可把滴定管稍放平，再开活塞讓溶液流出趕去余下的气泡。

在不用时滴定管必須洗淨，然后用水装满，用洁淨玻璃管或試管蓋上，以防尘埃落入。

讀數方法：在滴定管讀數时，眼睛应儘量与液面的弧形相平。液体在管中常有向下彎曲的弧面，讀數应以弧下为准（若遇有色的溶液如 KMnO_4 溶液則以弧上为准）在讀取时为了使弯月面显得比較清楚，最好在滴管背后放一遮光板。遮光板是用小块厚紙制成（約 5×5 厘米）遮光板的一半糊着白紙而另一半糊着黑紙、把它置于滴定管后黑条向下，使並它比弯月面低約一厘米，由于反射的作用，弯月面成黑色，并且形状显得比較清楚如图（16），有些滴定管本身后壁装着长的細色帶（藍綫或黑綫条滴定管）弯月面能使細色帶變形，所以它變成两个相遇于一点的尖头（图17）就很據这个点讀取數。

滴定管的刻度相当于毫升和十分之一毫升。如果弯月面的边越过滴定管的某一度，讀取时目測估計百分之幾毫升。因此滴定管讀取的准确度大約为0.02毫升。因此在記錄讀數时必須記錄有二位小數，例如24.00而不是24.0或24。

滴定时应把开始讀數記下来，滴定完毕时再将讀數記下，不要只写一个总的体积數字，例如写0—10.00或10.00—20.00不应只写10.00毫升。

应该注意：滴定管讀數的誤差是容量測定时誤差的主要来源之一、因此要严格注意在讀取时，眼睛一般要在滴定管相当度數的平面上。

自滴定管放出溶液时，不应进行得过快，否則液体不及自滴定管流下，滴管的标示便不正确。为了获得准确的结果，滴定时用去的溶液的体积最好不超过一支滴定管的体积，或不要小于10毫升。通常滴定时应設法採取大約20—30毫升相当的标准溶液。因为如若用去的溶液超过一支滴定管时，必須装满滴定管两次，因而使讀取次數增加一倍，大大減低了測定的准确度。若所用去的溶液太少，就会使到讀取誤差的百分率增大。例如：被量度的溶液的体积为2毫升，讀取誤差0.02毫升为1%；而在体积为20毫升时，它只等于0.1%。



图 16



图 17

6. 吸 管

吸管又叫移液管是供量取一定体积的液体之用，普通常用的有两种：

（1）球形吸管——它是細长而中部膨大的玻璃管。在上方頸部有一环形标綫。把液体装满至标綫为止。这种吸管容量只有一个量度，只是毫升數而没有十分之一毫升。

（2）刻度吸管——这种吸管形似滴定管，具有与滴定管相同的刻度。1毫升以下的少量刻度吸管可量度至百分之一毫升。

用法：使用前必須洗滌干净，方法和洗一般器皿相同，但最后还要用該溶液洗滌2—3次。使用时，用大拇指和中指拿住吸管上部，并将吸管下端深深地插入液体中，（否則在吸入时液体可能进入口

中)然后将液体吸入,使吸管内的液体上升到比标线稍高,达到这种状态后,用食指迅速盖紧吸管的上口如(图18)。微微举起食指,使液体逐滴流下至弯月面的下边与标线相切为止。(眼睛应位于标线的平面上)。这时可将吸管移入另一预先准备好的器皿中,垂直地拿着它,任液体流出。在流完后,将吸管的尖咀,接触器皿的壁,等候数秒钟然后自器皿中取出吸管,不必要把残留在吸管中的一滴液体吹出。

在使用完毕后,将吸管洗净,放在特别的吸管架上。(图19)

有毒的液体及浓 H_2SO_4 , HCl , HNO_3 等则不能用口吸,必须用装有橡皮气球的吸管或用抽气设备吸取。

7. 半微量分析滴定管

这种滴定管它的容量为2~5毫升,上面有0.02毫升的刻度,一种是普通式的,样子与普通滴定管一样,另一种附有安全漏斗如(图20)

8. 过滤器

过滤沉淀普通用滤纸过滤,在定量分析中也常用古氏坩埚或玻璃坩埚。



图18 拿吸管方法

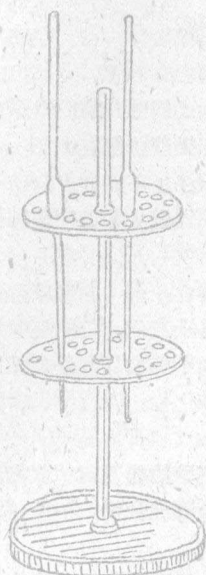


图19 吸管架

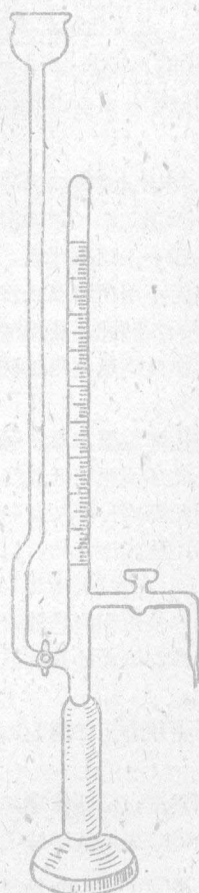


图 20

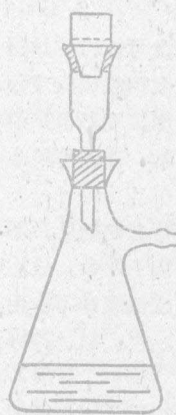


图21 抽滤装置

古氏坩埚是一个高的瓷制的坩埚。在它的底上有许多小孔排成筛状,在底上放上一层特别的石棉纤维作为过滤层。制备古氏坩埚的石棉过滤层供过滤用时可依照下面方法:取少量经盐酸处理过的石棉,(市上有售)加水搅拌,使石棉不再带有粗粒的,或劈不开的矿物结块,把一部分混合物倒进小烧杯里放置片刻,把水和细纤维一齐倒到另一烧杯里。

用橡皮圈間接把坩堝嵌入特殊的長玻璃漏斗上，漏斗插入蓋在抽濾瓶的橡皮塞中（圖21）。此瓶供減壓吸出濾液用的。為了使瓶子放得穩固，制成圓錐形。瓶子的玻璃很厚，离瓶口稍下的地方有一个玻璃支管，用一段橡皮管把它連到減壓泵上。一般常用抽水水泵減壓，在化驗室中若沒有自來水時，可按（圖22）裝置。所有儀器的連接必須完全緊密，以使水泵所抽出的空氣完全由經過坩堝而吸入的空氣所補充。

把儀器裝置好后，在粗纖維中加水混合，把混合物倒在坩堝里，用水泵抽氣，抽干后的石棉層，应当厚1~1.5毫米，用玻璃棒把第二個燒杯里的細纖維重新攪起來，然後在一面不斷地抽氣情況下，一面把少量的石棉倒進坩堝，要使倒進去的石棉層為0.5—1.0毫米，取下坩堝，對光檢查是否有漏洞，如有漏洞，則需要再加石棉少許至無漏洞為止。但防止所加石棉太厚，致過濾時困難。在檢查無漏洞后，放入小磁板，板上再加一層薄的細石棉纖維，厚度也不要超過0.5—1毫米，然後用水把坩堝抽洗幾遍，洗去未放緊的纖維，最後用蒸餾水洗滌。

玻璃坩堝是帶微孔玻璃底的，由硬質玻璃制成，根據微孔的大小用不同的號碼來標明。一號坩堝的洞大約100—120微米（即0.1~0.12毫米）是為粗粒沉淀用的；二號，40—50微米（即0.04—0.05毫米）；三號，20—25微米，（即0.02—0.025毫米）用于AgCl一類的沉淀；四號5~10微米（即0.005—0.01毫米）；是為極細沉淀用的。玻璃坩堝對酸的抗蝕力甚強，在空中吸水性小，但對鹼的抗性力弱。

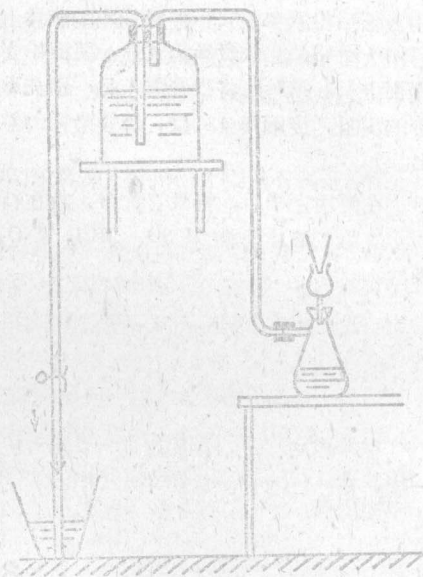


圖22 沒有自來水設備時的真空的裝置

9. 鉑坩堝

在進行碳酸鈉及苛性鹼的熔融時一般不採用磁坩堝，因為會侵蝕磁質的硅酸鹽。熔融碳酸鈉用鉑坩堝，熔融苛性鹼時多用鐵或鎳或銀坩堝而不用鉑坩堝，因苛性鹼能溶解它。

鉑是很軟的金屬，同時也是很貴重的，因此在使用時必須注意下面各點。

（1）白金質軟，玻璃等硬尖的器皿應避免使用以防划傷器壁。如要用玻璃棒則必須把它燒成滑的圓頭。

（2）在燃燒時除白金外，不可與任何金屬接觸，避免其它金屬與鉑形成合金。

（3）碳素有害於白金，故在燒灼前必須用較低溫度使濾紙灰化。灯的还原焰會有碳氫化物，在高溫下可以分解出碳水也同樣不能用。因此燒灼時要注意鉑坩堝不要和還元焰部份接觸。

（4）砷、銀、汞、鎳、錫等金屬，及其化合物，以及硫化物，磷化物，磷酸化合物，均不可在鉑坩堝中燒灼。

（5）鹼金屬的氧化物，氫氧化物，氯化物，硝酸盐，亚硝酸盐及氧化鋇等不可在鉑坩堝中燒灼。

（6）可生成鹵素的混合物如鹽酸和氧化物如高錳酸鉀鹽等混合物，王水，氧化鐵和鹽酸混合物都有害於白金，不可在鉑坩堝中盛放。

灼燒鉑坩堝時，要放在干淨，坩管完井的泥三角上加熱，否則燒灼的鉑會與鐵成合金。有些旧泥三角蓋有一些氧化鐵的也不能用。

白金儀器污染時可用濃鹽酸或硝酸煮沸，但要注意必須單獨使用，不能混合。經過煮沸后如還不潔淨的，可用焦硫酸鉀（或硫酸氫鉀或鈉代替）先用低溫熔化5—10分鐘，把內容物傾出后再用鹽酸煮沸。如仍不潔淨則用碳酸鈉熔化潔淨之。

(四) 幾种基本分析技术

1. 沉 淀

在分析过程中通常将試样称取一定重量，经过处理，制成溶液，然后使被测定的元素成某种难溶解的化合物状态沉淀下来，将析出的沉淀滤出，洗涤，若用重量法则把沉淀干燥或烧灼称重；若用容量法则把沉淀再溶解用滴定法测定。

在这一操作中要求沉淀完全，純淨和具有易于过滤和洗涤的良好结构。以期獲得較高的准确度，就必须考虑各項影响沉淀生成的因素，而主要的又取决于下列因素：(1) 沉淀剂的选择和用量 (2) 最适宜的沉淀条件。

选择沉淀剂时必须考虑下列問題：

(a) 要使所得沉淀物的溶解度小。

(b) 使沉淀的分子量大而所含被测定元素的原子量小，这样損失一定量的沉淀物时产生的誤差較小。

(c) 使沉淀粒子粗大，堅实，易于洗涤和过滤。

(d) 使沉淀成分稳定，并符合一定的化学式才可以进行正确的計算。

为了减少沉淀剂混入沉淀物而产生誤差，沉淀剂最好选用易挥发性的物質。

沉淀剂的用量必須超过理論量，但也不能过多。过多的沉淀剂不仅会引起沉淀的溶解，同时还将增加沉淀物的吸附量。一般沉淀剂以超过20—30%为适合。挥发性的沉淀剂可以过量100%以上。

沉淀的结构和它的純淨及过滤性能有很密切的关系。沉淀物粒子愈粗大，堅实，它的总表面积愈小，因而吸附的雜質較少，同时容易过滤和洗涤，不易堵塞或穿透滤紙。因此，創造适宜的沉淀条件可以获得结构良好的沉淀物。

晶形沉淀物的沉淀条件：——主要問題在于如何获得粒形較大的晶形沉淀物，沉淀都是在过饱和溶液中生成的，过饱和程度愈小，所形成的粒子便粗大，为了使沉淀时溶液的过饱和程度尽可能小些，一般沉淀条件为：

(a) 在很稀溶液中，用沉淀剂的稀溶液进行沉淀。

(b) 将沉淀剂很慢地逐滴加入，并不断搅拌以避免局部过高的过饱和程度。

(c) 在溶液中加入某种稍微增加沉淀物溶解度的物質。

(d) 沉淀完毕后放置一定時間进行陳化作用。

非晶形沉淀物的沉淀条件：——主要問題在于如何防止溶胶生成以免穿透滤紙。一般沉淀条件为：

(a) 在溶液中加入适当电解质作凝結剂。

(b) 在热溶液中进行沉淀。

(c) 溶液的体积要小（即濃度要大），所得胶体沉淀物的体积也就愈小，包含的雜質也就愈小。相反，溶液愈濃，雜質的濃度愈大，因而将增加吸附沉淀的量。为了消除这种誤差，可在沉淀完毕后，用足量的热水稀释，靜置數分鐘，便应立即进行过滤。若靜置太久，沉淀叙得十分紧，使沉淀的雜質很难洗去。

从上面可以看到最适于晶形沉淀和非晶形沉淀的条件在許多方面看来都是相反的。

2. 沉淀的过滤和洗涤

除沉淀外沉淀物的过滤和洗涤也是很重要的操作，分析结果的准确度主要是由完成这种操作的精細程度来决定的。

濾紙的選擇：濾紙分定性及定量用兩種。每類又按它的直徑大小分為數種，每種又按它的濾孔的大小分為大孔、中孔、細孔三級，以過濾不同大小顆粒的沉淀。若過濾膠體物質如氫氧化鐵則用大孔濾紙，過濾草酸鈣等中粒顆粒時用中孔濾紙，過濾磷酸銨鈣時則用細孔濾紙。定量濾紙是經過鹽酸及氫氟酸的處理的，此種濾紙的價格要比定性濾紙的價格高出很多，故非重量分析或特別指定外，一般使用定性濾紙即可。

在用濾紙過濾前，應先根據沉淀的性質，沉淀的多少選擇適當等級的濾紙，一般沉淀的總量不應超過漏斗容積的 $1/2$ 。所用濾紙的直徑為漏斗深的2倍。濾紙必須稍低於漏斗的邊緣。因此，選擇濾器的大小應根據沉淀量而不應根據被濾液體的體積來選擇。

濾紙的使用：先將濾紙等幅對摺，然後再摺一次，這次摺的多少應根據漏斗的內角而定。一般合乎規格的漏斗內角為 60° 。這樣所摺成的濾紙一面是三层，另一面是一層；然後把這個圓錐形濾紙很平直地放在漏斗上。濾紙應約在漏斗邊緣的 $1/5$ — $1/4$ 處而不應達到漏斗的邊緣。用左手按住濾紙，然後用蒸餾水或濾液浸濕濾紙，輕壓邊緣，使濾紙緊貼在漏斗上。

過濾手續：將準備好的漏斗放在漏斗架上，在其下面放一潔淨的燒杯或三角瓶承接濾液，要使漏斗下端緊靠杯壁，然後用玻棒輕輕靠着濾紙三层的一面將燒杯上面的清液沿着玻棒慢慢傾入漏斗內，如（圖23）。無論任何時候，漏斗下端不要伸入濾液中。傾入液體不要太滿，過濾液體的水平面應在濾紙的 $1/5$ 以下，（以距濾紙上沿約1—3毫米），每次過濾要等到全部溶液濾下後再行傾入。待沉淀杯內部清液完全過濾後，用洗滌液沿沉淀杯壁沖洗沉淀，沖洗後稍停，使沉淀重新沉降，上部逐漸澄清後，再用前述步驟過濾。一般沖洗3—4次後就可將沉淀移入漏斗中，粘附在沉淀杯壁及杯底的沉淀可先用洗瓶沖洗。沖洗方法是：左手將沉淀杯拿起，杯口下斜，在杯口上橫放玻棒一根，玻棒下端靠近濾紙，右手持洗瓶沿杯壁杯底將沉淀沖下如（圖24）。（用洗瓶沖洗沉淀方法可參閱洗瓶使用一段）

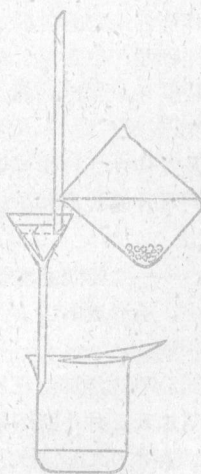


圖23 過濾



圖24 沉澱的洗出

沖洗後如仍有少量沉淀沒有完全洗下的可用橡皮頭玻棒輕擦內壁，再如前法洗入漏斗中。最後將橡皮頭上的殘留沉淀洗入漏斗，在沉淀完全洗入漏斗後繼續洗滌。

洗滌所用的液體一般不用純水，而用和沉淀具有相同離子的電解質如銨鹽溶液，稀酸溶液或酒精等，以避免沉淀溶解。

為使洗滌用的液體少而能达到洗淨的目的，要遵守（a）每次洗滌所用溶液量要少，實行少量多次原則（b）必待濾干後才進行第二次加洗滌液洗滌。

在進行土壤的分析時，往往碰到難以過濾的混濁的浸出液，為了獲得完全澄清的濾液，同時還要過濾速度加快，就用最緊密的皺褶濾紙，並在它下面再放一張小的普通濾紙（不是皺褶的）於漏斗上，還要注意把儘量多的土壤移入濾紙。

折疊濾紙的方法如下：

1. 先將圓形濾紙等折成四面，得折痕1—2，2—3，2—4，（圖25—1）再在3與4間等折成折痕2—5，在1與4間等折成折痕2—6（圖25—2）

2. 在3與6之間等折成折痕2—7，在1與5間等折成折痕2—8，在3與5間等折成折痕2—9，在1與6間等折成折痕2—10。（圖25—3）

3. 將濾紙反轉（圖25—4），在相鄰兩折痕間（1與10；10與6；……）都等折一次，便呈一雙層的扇狀圖（25—5）