

5

中国科学院1955年 分析化学研究工作报告会会刊

中 國 科 学 院 編 輯

(內 部 資 料)

科 学 出 版 社

研究部

1955

0.5

173

年月日

73.6.5

24.5.24

24.6.24

24.6.24

24.6.24

中國科學院 1955 年
分析化學研究工作報告會會刊
(內部資料)

編輯者	中 國 科 學 院
出版者	科 學 出 版 社 北京朝陽門大街 117 號 北京市書刊出版業營業許可證出字第 061 號
印刷者	中 國 科 學 院 印 刷 廠
發行者	科 學 出 版 社

1958 年 6 月第 一 版	書號：1168
1958 年 6 月第一次印刷	字數：650,000
道：1—765	開本：787×1092 1/16
(京) 報：1—1,310	印張：33 插頁：2

定價：(11) 道林本 10.30 元
報紙本 7.50 元

目 錄

无机微量分析·····	梁树权 (1)
儀器分析的概況·····	韓祖康 (4)

化 学 分 析

鎢矿中鎢的比色測定·····	陈 琪 王承憲 (15)
鎢精砂中鉬鉍比色分析·····	李維時 (25)
鎢矿中鉍的比色測定·····	陈 琪 汪炳武 (31)
鎢矿中鉬之比色測定·····	陈 琪 彭 安 (43)
錫的半微量碘量法·····	陶瑞桉 楊學权 (52)
錫的直接測定法及設備裝置的改進·····	呂冕南 (57)
鋁的鹼度容量測定法·····	万邦和 傅 亨 苏立兴 徐哲堯 (61)
銅鋅合金及鋁合金中鋅的电位滴定·····	莊文德 薛祚霖 (69)
金屬鈷中雜質的測定·····	汪厚基 刘清如 (76)
鋁合金及鋁中錫的比色測定法·····	陸兆达 孔詠梅 (89)
矿石中微量鈷、鉬測定試驗·····	陶大鈞 (96)
用比色法及容量法測定矿石中微量金、銀、鉑的試驗·····	朱新德 張辛酉 陶大鈞 蔣伯齡 (106)
矿石中砷的測定·····	西北地質局西安化驗室 (119)
二氧化硅的測定 (用焦硫酸鉀分解鋁矿石, 不經硫酸冒烟的方法)·····	西北地質局西安化驗室 (123)
在几种矿石中应用鉬藍比色法測定磷·····	阮埃乃 (126)
鐵矿中氟的測定·····	白玉文 (134)
有鉄存在时希土氧化物总量的測定·····	白玉文 何立書 王玉梅 (139)
有鉄存在时希土氧化物总量的測定·····	汪厚基 胡承荅 (141)
含銅鉄矿中氧化亞銅的測定·····	刘靜宜 郭競南 (149)
含氟炉渣中氧化铝、氧化鈣、氧化鎂的測定法·····	汪厚基 陸時言 黃慧明 (156)
应用鉬試剂測定碳素鋼中之鋁鉄的干擾的校正·····	藍其媛 胡树芬 姚元愷 (163)
鋼中硅的炉前快速法 (摘要)·····	李顯曾 (168)
鋼鉄中鉬的比色測定·····	陈鴻年 (169)
用汞阴極电解法分离鉄以測定硅鉄中鈦及鋁的試驗·····	賈启淮 (171)
鉻鉄矿中微量鉑之分离与測定·····	西北地質局西安化驗室 (176)
用硝酸鈷滴定法測定氟·····	王伟瑩 邱清琳 費伯明 (179)
鉄矿与錳矿中磷的測定·····	邓維群 (183)
菱錳矿中氧化鈣和氧化鎂的測定·····	袁秀順 賈振國 王君仁 沈文郁 馬笑山 (194)
磷灰石中五氧化二磷的比色測定法·····	張佩樺 楊翼华 徐子培 (210)
混合气体中一氧化氮和二氧化氮的分析方法·····	左景伊 (220)
用常溫催化劑热电法連續測定混合气体中的微量氧·····	張有昌 沈玉其 顧懋槐 (228)
植物和土壤提取液中鈣鎂的微量快速分析法 (摘要)·····	朱兆良 (236)

✓ 磷矿分析方法比較.....	吳佩芝 沈隆文 張自立 錢淑靜 魏义瀚 胡哲生 汪一江 金欽洵 李詩銘 (237)
磷酸在岩矿分析及矿物鑑定中的应用.....	郭承基 陈毓蔚 鍾志成 (263)
包括十二种重要希有元素的定性分析系統.....	趙丹若 (283)

極 譜 分 析

关于赫洛夫斯基示波極譜的綫路及圖形分析.....	江宜進 (301)
自製簡式微毛細管电解池.....	莊降恩 (311)
矿石中除錫極譜定鉛的試驗.....	朱新德 吳方久 (315)
錫的極譜測定法.....	姚修仁 馬自誠 (319)
中量鎢的極譜測定法.....	陶大鈞 (326)
含鋅矿中微量鈷的極譜測定法.....	莊降恩 (334)
純鈷中微量銅、鉛、鎳極譜測定法之研究.....	張安远 (342)
鎢矿中銅、鋅、鎳、鉛的極譜測定.....	章咏华 張寿松 張安远 汪尔康 江宜進 張居范 (349)
矿石中極譜定鎳試驗.....	陶大鈞 (360)
电流滴定法測定鎳电解液中微量的鋅 (摘要).....	高小霞 譚 琬 (371)
矿石中極譜定鎳試驗.....	陶大鈞 (372)
極譜法測定矿石中.....	陶大鈞 史連昇 (383)
錳对極譜定鋅的影响.....	朱新德 郭鶴齡 (392)
GG6原粉中 γ -体含量的測定極譜法与分配色层法.....	陸志良 陈鈺瑄 陈建立 張兰芳 (397)

光 譜 分 析

第二种碰撞对光譜分析準確度的影响.....	何乃寬 (413)
关于选择鋼鉄中高鎢及低鎳的分析綫对問題.....	王傳珏 徐世秋 (422)
合金鋼的組織結構对于光譜分析的影响 (摘要).....	何怡貞 張功杼 (430)
杯形銅电极溶液法用于平炉渣的光譜分析 (摘要).....	何怡貞 李詩鐸 (433)
不銹鋼的光譜定量分析.....	吳欽义 黃本立 王慶元 盧云錦 沈联芳 張 叡 (436)
高級鑄鉄及活塞环鑄鉄中硅素光譜分析.....	李顯曾 陶汝霖 (449)
鉬矿光譜半定量分析.....	黃本立 沈联芳 裴藹丽 (456)
錫矿中錫的光譜定量.....	陈隆懋 殷寧万 (473)
鎢矿中微量鈷的光譜定量分析.....	黃本立 張 叡 何泽人 盧云錦 沈联芳 裴藹丽 (478)
氧化鋁中微量杂质元素鉄、硅和鈉的光譜定量分析.....	盧云錦 潘凤儀 張 叡 刘宝善 (489)
电解鋅中杂质元素的光譜分析.....	吳錦瑛 季兆庆 甄翠英 (500)
用火焰光度法測定矿石、岩石及水中鉀、鈉及鈣干擾离子試驗.....	朱新德 吳方久 (505)
用火焰光度法測定鉀与鈉.....	区祖鑑 黃孝惠 (518)

無機微量分析

梁樹叔

(中國科學院化學研究所)

微量分析是分析化學中的一部門。它的特点是規模較一般分析(又稱常量)為小。例如常量稱0.1—0.5克樣品, 微量只稱2—10毫克。目前所能處理的最小量的物質是 10^{-9} 克或千分之一微克。這個數目聽起來很小, 但仍含有 10^{12} 個分子。因此所用的原理與常量並無分別, 只有在儀器大小和操作上不同。在我國目前有機微量分析已頗為普通, 但無機方面尚未引起大家注意, 因此愿借此機會談一談。

為什麼要用微量分析呢? 因為有下列的原因:

(1) 經濟: 節省藥品(但純度要求比分析純還要高些), 節省操作時間, 節省工作面積(因儀器都縮小了)。

(2) 分析樣品太少或含量太少: 如一個礦物晶體需要逐層分析和痕量的稀有元素等等。

(3) 減少危險: 例如制备毒物、炸藥等。又室內空氣較為清潔衛生(減少實驗室中的煙霧)。

(4) 工作人員借此能獲得更小心和更耐心的訓練。

(5) 精確度至少和常量分析一樣。

現在我們把無機微量分析分為定性和定量兩部份來討論。

一、微定性分析

1. 顯微鏡及其應用: 作微量的顯微鏡和礦物用的顯微鏡相同, 倍數並不要很高, 但須有偏光設備。因為礦物學研究天然晶體而微量分析所遇到的是人工制备的晶體。用顯微鏡可分開粉狀混合物; 量晶體的長度或球形物的直徑; 量晶體角度; 定晶體的晶系(借助於偏光); 測定折射率(用浸入法)等。

2. 其他用具: 小試管(1—3毫升); 有洞的金屬塊(加熱用); 洗瓶(25—50毫升, 磨口最好在瓶外); 小蒸發皿及坩堝(0.5, 1, 3, 5, 10毫升); 小燒杯(5—10毫升); 攪拌棒用玻璃絲(只用一次就棄去)或鉑絲(如直徑為0.3毫米者); 毛細吸管(自制, 最好用溫度計管)等等。

3. 操作: 如需通气体, 只要將試剂瓶(氨水、鹽酸等)打开一蓋即可。上下兩块玻璃載片中用一段短玻璃管支住即可用为小型干燥器, 或通气体之用(上載片有样品, 下載片有放气体的試剂)。

沉淀可在載片上产生, 繼在顯微鏡下观察沉淀的各种光学性质。也可以在載片上将液体与沉淀分开, 再加另一試剂以沉淀另一离子, 和观察其光学性质。分离时可将載片傾斜, 用鉚絲或玻璃絲將液体導向載片低处。如沉淀过輕, 隨溶液一齐流动, 則需將液体蒸发至干, 再用溶剂溶解可溶物, 此时沉淀附于載片上, 再依上述方法分开。其他分离方法为利用离心力和毛細現象等。

他如蒸餾、昇华、熔融、灼燒均已有了适当方法。至于用适当的羊毛、絲或棉絨染上指示剂便可作試紙用。

4. 分析反应之灵敏度: 文献中表示灵敏度的方法不同, 自难互相比較。直至1923年 Feigl 提出下列的表示方法:

(1) 可察限 (Limit of Identification; Erfassungsgrenze) 是絕對数量, 即可觉察的最小量, 一般以微克为單位。(2) 極限浓度 (Limiting concentration; Empfindlichkeitsgrenze) 是可觉察的最小浓度, 以 r/ml 或 $1:A$ (意为一克物质溶于 A 毫升中) 表示之。(3) 極限比 (Limiting proportion; Grenzeverhältnis) 說明其他物质对反应灵敏度的影响。当不致影响灵敏度时其他物质可允許的最高量。

5. 点滴分析: 点滴分析亦属定性分析。只要用一滴試液和一、二滴試剂, 便可以检出某一离子, 因为点滴分析选用很灵敏的專一試剂, 大都是有机試剂。本法和上述的不同在于不使用顯微鏡。本法可以在玻璃板、瓷板或小坩堝中進行, 也可以在紙上或紡織品上作試驗。在紙上还有因溶剂扩散而引起的濃縮作用。

除应用專一的有机試剂外, 还可以利用接触反应和誘導反应。这些反应在許多例子中是專一的, 而且在某浓度范围内与接触剂浓度成正比。例如鉍能接触亞鉛酸根与亞錫酸根的反应, 从反应速度可以决定有无鉍。

二、微量分析

近代的微量分析可以說是制出微量化学天平(約在1910年)开始的。在这以前当然还有不少先驅的工作, 如 Emich 利用 Nernst 微量天平(樑为石英絲, 載重至多半克)的微量分析, Krogh 的微气体分析(样品約 3—6 微升)等等。

微量化学天平 and 微量天平是有区别的, 前者的形狀象普通的分析天平, 但載重可达 20—30 克, 灵敏度为 1、2 微克。后者載重很小, 一般在 0.1—0.2 克以下, 而灵敏度在 10^{-2} — 10^{-9} 微克(各型差異頗大)。

微量、半微量、常量之分仅在所用仪器与操作上的不同, 定量方面可以样品重量來

划分，茲以表明之：

样品重量	通称	Emich 命名法
0.1—1 克	常量	分克分析法
20—50毫克	半微量	厘克分析法
2—10毫克	微量	毫克分析法
1—10微克	超微量	微克分析法

顯而易見 Emich 命名法有系統、方便而准确。

微化学天平的价格无疑是或多或少阻碍微定量的推广。不过为訓練学生起見，分析天平能称准到士0.025微克及以下均可以使用作微定量。

在微定量法中過濾是最重要操作之一，为解决这一問題，人們想出各种方法。(1) 濾棒：是用細玻璃管一头塞有濾紙、玻璃絲或石棉；或用附有過濾板的細瓷管、石英管及鉛管。將棒放在母液中，吸去清液，沉淀留于容器內，就避免轉移沉淀的困难，还可同样洗滌沉淀。(2) 微濾燒杯(如圖1)：容積約10毫升，它的作用是有盖的小燒杯，加上過濾設備(垂熔玻璃濾板)。因此可以在里面作沉淀、過濾、洗滌的操作，随后干燥，称重。

残余測定是最簡單的微重量法。凡是一种物質能經過某些操作(不換容器)变成另一种均一的物質的均可用此法。此法只需称三次(空皿，皿加样品，皿加残渣)便可以算出結果。

微重量法已能分析硅酸盐中各种成份。結果和常量一样准确。

微容量法可分为两大类。一类是使用極稀的标准溶液(0.01—0.001N)和普通滴管，另一类是使用普通的标准溶液(0.2—0.01N)和特制的微滴管，还有采用折衷办法，就是使用頗稀的滴定液(0.01N)和微滴管。微滴管的容積約在1—10毫升，刻度到百分之一毫升。

沉澱法 如果將沉淀用离心力聚集在試管的下端(下端直徑較小則更准确)，如事先用已知物校正該試管，則由高度就可获得結果。凡是晶体的沉淀都可以应用此法，但无定形的沉淀不能用。

电解法 和常量一样進行，只是电极小些。阳極用粗鉛絲，阴極用鉛絲网(直徑1厘米，高3厘米)。用大試管作容器。

分子量測定可用Barger-Rast法。將較浓溶液滴和較稀溶液滴同置一細玻璃管中，兩滴間彼此有一定的距离，然后封閉，放在盛水的培养皿中在顯微鏡下观察。鏡頭須附有測微計，以便量每滴溶液的長度，溶剂由較稀处蒸发而凝聚于較浓处。水溶液約需数日才能达到平衡。如配制一系列已知浓度之溶液就可以求知未知溶液的浓度。

以上仅簡單的介紹一下无机微量分析。掛一漏万。对此有兴趣的同志不妨多找些有关書籍及杂志來閱讀，以及在微量方面作些試驗和研究。

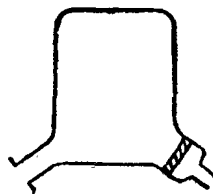


圖1. 微濾燒杯

儀器分析的概況

韓 紹 康

(上海商品檢驗局)

兩年前我寫過一篇短文“分析化學的現在與將來”，載在化學世界,8,152—153(1953)。其中推許過數種儀器：

- (一) 光譜儀；
- (二) 光电式分光光度計；
- (三) 極譜儀。

這次聚會我們共有67篇論文：

化學分析	25篇	(37.3%)	} 67篇
光譜分析與火焰光度法	14篇	42篇(62.7%)	
比色分析	14篇		
極譜分析	14篇		

那時我的推論認為以後分析化學的進展是走向儀器方向的，現在這67篇論文中，儀器分析占了42篇，我的預測是不錯的。

光电比色計與分光光度計是很接近的，不過分光光度計所用的光帶要狹小許多，結果更可靠、更精密。我國許多實驗室現正在預備採用分光光度計，我敢說五年後我們必有許多分光光度法的論文。

分光光度計在理論上非常滿意，但在實用方面尚缺少兩個條件：

- (1) 性能更滿意的光電管，
- (2) 更多的特征性化學試劑——有機試劑。

這些條件完備後，許多經常的容量與重量分析將被替代。

儀器分析的特點

迅速

〔例〕 光譜儀裝上11—14個倍增式的光電管，可同時測定10—13種金屬，其中一個測定鎂的譜線，專為比較用。精密度在1%的組分約為1—2.5%。攝影時間1分鐘，包括預備試樣及其它工作共需4—12分鐘。困難在於零件要時常更換。

光棚有新的制法，系將圓筒從一方向刻綫，切開後再使成為平面或適當的弧形，結果比來回刻綫法好得多。

〔例〕 用質譜計分析石油，包括計算共需數小時。用分餾法，每天24小時，共需10天。質譜計只用0.1—0.2毫升的試樣。

試樣少

〔例〕 紅外吸收光譜可以定性、定量，並研究有機物的結構。稜鏡與光具有用塑料製造的可能。裝液體試樣的吸收小池，厚度不過0.01—0.25毫米，故所用試樣極少。

〔例〕 用螢光法測定維生素B₂時，所用溶液中維生素B₂的濃度不高於1毫克/升，相當於1微克/毫升。

不消耗試樣

〔例〕 旋光度的測定即是一例。

〔例〕 高頻分析，在某種情形下可不啟開原裝試樣的瓶。

試劑少

〔例〕 極譜、比色、吸收光譜、螢光分析，所用試劑都極少。

溶劑少

溶劑、試劑消耗太多，在經常分析是要考慮的。色層分析之未能在國內大量展開，此是主因。某處採用色層分析解決一些實際問題，但他們所用溶劑僅限於乙醇。

我們應當尋覓國內易得的溶劑來替代不易得的溶劑。此次陸志良同志等的 $r-666$ 色層分析法採用石油醚替代正己烷，即是在這方面的貢獻。

用人少

改用儀器分析，一人可做約二十人的工作。

操作簡易

同一實驗室中，只要極少數的大學畢業生。大部分的工作可由技術員擔任。

無人事上的誤差

儀器只要保持工作狀況完好，無因個別觀察不同以及因疲乏而產生的誤差。

儀器分析的弱點

除發射光譜外，許多物理方法不是特征的，其他組分可能發生同樣的響應。

〔例〕 藥典中對於許多液體（植物油、香精油等），通常規定三種常數——比重、折射率與旋光度。

〔例〕 用紫外分光光度計測定維生素A時，因恐摻入吸收紫外綫的物質，故須在310 m μ ，325 m μ 與334 m μ 各測定光密度一次，然後用經驗式算出含量。

工作曲綫

儀器分析主要用在每天有數百或數千件同類試樣的工廠。這些試樣的組成相近，大

部分的誤差可由工作曲線來改正。

如有另一处來的試样，組成不同，可能要重做工作曲線，專为此类試样用。工作曲線是根据标准化学分析与仪器分析的结果所标繪，用以校正仪器分析的誤差的。因此仪器分析不能完全脱离化学分析。

在何种情形下宜採用儀器分析

大工厂中每日有許多組成相似的試样，采用仪器分析最为适当。不常有的試样，仍以化学分析为适当。

儀器部門与器型的选择

以下是应当注意的各点：

- (1) 有那几个部門的仪器适于所有的工作？
- (2) 何种部門的仪器尚可用于將來可能有的新工作？
- (3) 何种器型最适当？
- (4) 价值若干？
- (5) 容易損坏否？
- (6) 試剂、溶剂、修理的零件以及其它材料是否容易买到？
- (7) 消耗試剂、溶剂与其它不易得到的材料是否太多？我們看色层分析在國內未能普遍采用，便知材料（溶剂等）的重要性。
- (8) 何处可以修理？工作是否可靠？
- (9) 選購仪器当以标准型的为宜，因会用的人与会修理的人比較多。

儀器的來源

國內現在制造的有 pH 計、电位滴定器、杜氏比色器、光电比色器、螢光計等。阻层光電池亦有人在試驗。

上海的用戶可以隨時要厂方修理，外埠的人則很不便。

大部分的仪器現在還要進口。切勿定購本人無經驗、亦无可靠的人推荐的仪器。

初用一种仪器必須細閱說明書、参考書誌。某处譯“不可刮”为“可刮”，損坏了很貴的仪器。

定購仪器时，往往指定“一全套”，运到时始发现了容易損坏的部分沒有富余。以下的零件都是应当多購的：

鎢絲灯泡；

紫外灯泡；

阻层光電池或发射光电管；

電流計上線圈的懸絲;
放大電子管;
吸收小池 (特種玻璃與溶凝水晶);
玻璃電極;
自動記錄的格子紙。

儀器的修理

儀器的修理不比儀器的製造簡單。我們如果想到各國製造, 各種各式, 新型舊型, 都送來修理, 情形是何等複雜的。

上海所有的修理都由私商經營。他們人手很少, 又無適當的工具和材料, 如何能希望他們修理性質懸殊的種種精密儀器呢。

有人送水晶稜鏡的分光光度計去修理, 他們將反射鏡上的鋁擦去了。亦有人用淀積的銀來替代擦去了的鋁, 這樣便混過去了。銀的反射既差, 並且容易發黑, 是不適當的。

有人修理一架很精密的 pH 計, 開始認為放大管不好, 改了座子, 換上一個上海可以買到的放大管, 結果依然不好, 如是拆開線路逐一的調換零件。這種辦法是不好的, 但是在修理的人已是盡了最大的努力了。

總之, 修理不簡單, 我認為最好是公家來修。看起來, 這種工作沒有大問題, 而且收費也不太大。但我們應當認識此刻各單位堆積不能使用的儀器不少, 算起價值來, 數目是非常可驚的。

此外, 還有一個應當提出的問題, 即儀器供給者往往遺失了他們的“用法書”。有的說是未寄到的, 有的說是客戶借去遺失的。我相信有一部分是進口商另外放開, 他們尋不着了。“用法書”是很重要的, 沒有它, 初用時容易闖禍!

儀器的標準化

我們對每一種儀器應當選出一、二種最適當的, 定為標準型, 一種可能是很精密的, 一種可能是普通的。以後如有更適當的新型, 隨時可以修改我們的規定。

選定標準型後, 除特殊情形外, 進口與製造最好都要限於標準型。

標準型有什麼好處呢?

- (1) 初學的人容易尋到人指導。
- (2) 學生初入工廠即可動手分析。
- (3) 工作人員無論調到何處, 都可立時進行分析。
- (4) 修理的人一次研究好之後, 便容易修理其餘。
- (5) 零件的進口、製造與供應可以簡單化。

- (6) 修理的人不愁无适用的零件。
- (7) 大大减少了因不熟习而损坏仪器的事故。

補 習

大学添設仪器分析的課程，現正在各处开始，但許多从前的大学畢業生尚要补习。

中國化学会上海分会自1954年春季起开办了仪器分析的講座。去年的讲义已經修改，編訂成“器械分析大綱”于1955年8月发行。1955年下半年登記的人数已近400。此外，我們尚須补习关于电子的学識。研究电子的人大都注重通信的无线电，对于分析仪器不甚研究，並且都忙。我們正在尽最大的努力，希望可以克服困难。

編 譯

为帮助学习仪器分析，我們需要許多書籍，特別是專門的与实际的。除中國化学会的“器械分析大綱”之外，我們尚有以下各書：

普罗闊菲也夫著，方宗远等译，“金属与合金的光譜定量分析”，商务印書館，1953。

E. B. Sandell 著，李連仲自俄文轉译，“微跡金属比色測定”，北京地質出版社，1954。

林启寿，“色层分离法及其在药學上的应用”，北京人民卫生出版社，1955。

I. M. Kolthoff 与 J. J. Lingane 著，許大兴译，“極譜学”，第一冊，科学出版社，北京 1955。

J. Heyrovsky 著，周南译，“極譜分析操作法”，上海中國科学圖書仪器公司，1955。

J. Heyrovsky 著，章元琅等译，“实用極譜”，上海曙光印社，1955。

(最后两种原書皆系“Polarographisches Prakticum”)。

書籍的編译与出版，必須有适当的联系，方可得到良好的結果並避免重复。

儀器分析的部門

何謂儀器分析

大概的說仪器分析是利用物理方法來确定化学組成的分析方法，故亦称物理化学分析法。

仪器分析的任何部門必須有特具的原理。

有机分析的燃燒炉，有的装有自动管制的設備，此类装置只可称为机械化，不是仪器分析。

儀器分析的主要部門

比重、沸点升高、熔点下降以及粘度的測定，因設備太簡單，不成为仪器分析。

以下是儀器分析書中所述的一些部門：

1. 氫离子指數計：

採用玻璃電極與電子管簡化了此種測定。

許多外國的 pH 計，絕緣欠佳，不適於華南的潮熱地區。

2. 電位滴定：

金屬分析（合金鋼）普通採用。自動儀器可於終點自動停止。

3. 電導分析：

包括滴定與測量。水分析連續測定水的電導，由電導可推測水的溶解固體含量。穀類、木料、纖維、乳油以及多種其它固體、液體中的水分都可用电導法測定。

4. 高頻分析：

包括滴定與測量，結果非常精密。用測量法可不開啟試樣瓶。

5. 電解分析：

尋常的電解只限制整個電解池的電壓以預防氫與電動序中比氫更高的各金屬沉澱。如限制陰極的電位，使不超過某種數值，則尚可預防在電動序中比所測定的金屬高而比氫低的金屬沉澱。

限制陰極電位，則電流於所能沉澱的金屬全部沉澱後，降到極小的數值，容易辨別電解的終點。倘于電解小池的電路上串連一個氫氧庫倫計，則尚可從沉澱金屬所消耗的電量計算沉澱物的重量。省去沉澱物的洗滌、干燥與稱重，分析需要的時間便大為縮短。

6. 極譜分析：

某些有機物的測定，如 666 中 r 同分異構體的測定，化學方法不易解決，但在極譜分析中非常簡便。許多分析方法，現尚待研究。我們當尋出適當的情況來。

靜池陰極：還原電位與極譜波的數目往往與滴汞電極不同。分析有機物的混和物時，如滴汞電極所生的波混雜不清，靜池陰極或可將它們分開。

捷克的極譜儀，除 V 301 與 M102 外，現又有 LP54 型的手搖極譜儀與 LP55 型的特种感光紙記錄極譜儀。后者所用的感光紙，可用汞弧燈記錄，毋須顯影，曲線已顯明可量。有曲線的紙在普通光線下雖逐漸變色，因量波高的時間很短，並無妨礙，故亦不定影。

J. 海洛夫斯基與孚銳特所發明的示波極譜儀（P524 型）最近曾在我國展覽。示波極譜儀在理論上的貢獻與分析上的應用都在迅速地發展中。此次江宜進同志所報告、根據戴維南原理而設計的示波極譜儀簡化線路是很有價值的。

7. 電流滴定與庫倫滴定可發展為極精密的微量滴定法：

庫倫滴定：用电解所析出的溴氧化亞砷，用电流滴定的方法決定終點，並由電流的強度與時間根據法拉第定律計算砷量（此種方法不用滴定管，但亦稱滴定）。

8. 發射光譜：

每种金属元素都有它的特征谱线，在金属分析，尤其是在资源的采寻，这是最有效的工具。

苏联所制 ИСП-22 型水晶稜镜光谱仪以及苏联的投射映谱仪与测微光度计，都已为国内多处所采用，性能优越，值得推荐。

从此次会议的发射光谱论文中可以看出我们已经掌握了这种重要的分析方法。

9. 火焰光度计：

仪器价廉。煤气灯可激发碱金属与碱土金属。氢氧焰可激发40种金属。

10. 光电比色计：

无个别观察的误差，价值与光学比色计相似。采用干涉滤色片，可将通过的光带缩小到 $20\text{m}\mu$ ，但是价值很贵，不能普遍采用。用电阻每次求出零点，比电流计偏转的读数更准确。用低照明光源与高灵敏度的电流计可减少疲乏现象。

11. 透射测浑法：

Burgess-Parr 式，国内很多，适于硫的测定。电灯的电位用电阻维持不变。使空心的柱（玻璃底）上升，迄灯丝不能看清为止。

12. 散射测浑法：

通常用杜氏比色计，另加附件，光源要强，一切仪器要固定。有些光电比色计与视觉荧光计（Zeiss-Pulfrich）亦适用。

散射测浑法的灵敏度非常高，水中如有 3.3×10^7 分之一的磷或 10^8 分之一的丙酮都可检查。

13. 分光光度计：

苏联所制 СФ-4 型的分光光度计装有水晶稜镜，並包括汞弧灯，钨丝灯和稳压设备以及光电管等。国内已有此种仪器，希望有经验的人于化学刊物中介绍它的构造、性能、用法与特点。

民主德国蔡司厂近年制有两种新的分光光度计。第一种为万能分光光度计，适于可见、紫外与近红外区的工作。它的特点在光源、稜镜、受器与量器都可依需要随时更换。设备中包括水晶（ $0.21-3.0\mu$ ）、玻璃（ $0.4-2.6\mu$ ）与氟化锂（最长波长 6μ ）的恒偏向稜镜，用作可见区与紫外区受器的氧化铯与铯钨二种发射光电管，与用作红外区受器的真空温差电偶。量器不用电子放大管与电流计而用水晶丝静电计。

第二种为红外区的分光光度计。辐射源为碳化硅棒。稜镜有氟化锂、氯化钠（ $2-15\mu$ ）、溴化钾（ $14-25\mu$ ）等若干种。受器为温差电偶或电阻测辐射热器。自碳化硅棒发出的辐射由转动的扇片反光镜分为两支断续的注，一支射过参比小池，其它一支则射过试样小池。二支辐射注经过稜镜色散后，复集合于同一个受器上。两支辐射注的强度不同，则受器产生交流电压。此交流电压经过放大，借伺服机构减小参比辐射注的光阑直

到二支辐射注的强度相等为止。此时参比光閘的讀数（即試样溶液的透射百分率）与單色辐射注波長立即自动地記錄于紙条上。此种仪器的特点在有許多自动机件，只要預先安排好，便可自动分析並自动停止。

14. 螢光分析:

維生素B₁与B₂的測定以螢光为标准方法。

紫外綫灯（暗光）用以探尋若干种矿物。探尋錳酸鈣矿用短的紫外綫，探尋若干种鈾矿与石油可用長的紫外綫。

15. 拉曼光譜:

使汞弧灯的單光照射于液体（或气体）的試样上，可从 90° 的角摄取因散射而产生的拉曼光譜。拉曼光譜中除所用激发波長的綫外，尚有因一部分能被試样分子吸收而致波長变長的斯托克氏綫。在某数种液体中还有因添加能而产生的波長較短的反斯托克氏綫。斯托克氏綫与反斯托克氏綫都很弱，它們离开激发波長的距离为拉曼移动。拉曼移动可以定性，斯托克氏綫的强度可以定量。拉曼光譜与分子結構及原子鍵的关系，与紅外吸收光譜相类似。

16. 偏振計:

物理常数通常只用以分析二种液体的混合物，或一种溶质的溶液。如欲分析兩种或多种溶质的溶液，則須測定二个或多个常数。

偏振計用于制糖工業与植物油、香精油等分析。

17. 折射計:

所用試样只須一滴。可讀到第 4 位小数(准确度为第 4 位小数中的 1—2 單位)。

18. 干涉計:

此种仪器用以分析折射率很近的試样，如水与極稀薄的溶液或兩种折射率相差極少的液体与气体。

19. 放射分析:

用标记原子來研究分离的效率、沉淀的溶解度、共沉淀作用、沉淀的陈化和吸附作用。

在定量分析中尚有标记原子稀释法。

20. X 射綫衍射:

粉末繞射圖案可以定性，用內标准法尚可定量。定量的准确度参差不一，条件良好时誤差約为 5 %。定性不是鑑定离子，而是分子，如 NaCl 与 KBr 之类。

从摄影器的半徑与衍射綫离开中心的距离可計算衍射角。从衍射角与 X 射綫的波長可以算出晶面空間。現在此种方法最大的貢獻是在結晶結構方面，而不是在分析方面。

21. 电子衍射:

在分析方面，此种方法限于試样的表面。

在結晶結構方面，苏联的成就超过了资本主义國家。莫斯科結晶学院品斯克教授所著的“电子衍射学”充分闡明了苏联在这方面的惊人成就。此書現有英译本 (Z. C. Pinsker, "Electron Diffraction," translated by J. A. Spink and F. Feigl, London: Butterworths, 1953)。我記得在译者序中仿佛說过这样一句話：“如不識俄文的讀者因所介紹苏联在电子衍射上的成就而更了解苏联的進步，則译者的工作不是徒然的”（此書現不在手中）。

22. 質譜計:

普通的質譜計适用于气压高于 0.2 毫米汞柱的物质，主要用途是石油精煉厂的各种分析。现在的趋势是要扩充質譜計的用途到气压更低的物质上去，如使試样先經過一个温度够高的金属入口体系，然后入于試样瓶中，則許多气压很低的物质亦可分析。鹼金属可附着于鉚絲上來取得蒸气，其它金属則可用作放电管的一个电极來取得蒸气。

23. 气体的热導分析:

利用各种气体比热導的不同來連續地測定气体中的某种組分。測定烟道气体中的 CO_2 可用此法。

比热導: 空气 1.000; 氧 1.007; 氮 0.995; CO 0.958; CO_2 0.586。

24. 磁性分析:

普通气体中以氧的順磁性为最强，利用此点可測定气体混和物中的氧。

鋼的碳含量不同，則導磁率亦不同。其它因素不变时，導磁率与磁通性之間有一定的关系，故測定鋼样的磁通性亦可确定鋼的碳含量。如預先測定多份已知碳含量的鋼样的磁通性並將結果标繪为工作曲綫，則可于 3—5 分鐘內測定其它鋼样的碳含量，准确度为 0.02%。

25. 电移譜:

金属的結構（小組分的所在）以及保护层的漏洞都可用此种方法检查。将磨平的試样与湿润的特种印紙接触，通过电流並施加压力，然后用适当的試剂顯色。

26. 色层分析:

柱式与紙上，設備簡單。嚴格的說，不属于仪器分析。有吸附层析、分溶层析、离子交換层析、与沉淀层析四类方法。

27. 电子顯微鏡:

对病毒研究貢獻最大。在化学方面用于纖維、塑料、烟、胶体、顏料（碳黑之类）、杀虫剂等物质的研究。

电子的波長由加速电压决定。 $V = 50,000$ ，則 λ 为 $0.0535 \text{ \AA}$ 。原子直徑在 $1 \text{ \AA}$ 的階段，应可察見，但因仪器尚不完善（数值孔徑小于光学顯微鏡 1,000 倍），故实际可以察看的在 $10 \text{ \AA}$ 的階段，約为 $20 \text{ \AA}$ 。因电子的波長小于可見光 100,000 倍，故电子顯微鏡的分辨本领仍大于光学顯微鏡約 100 倍。最优良电子顯微鏡可直接放大 20,000—40,000 倍，再經光学放大可达 100,000—200,000 倍。苏联的万能电子顯微鏡属于此类。

化 学 分 析