

土壤常规分析方法

中国土壤学会土壤农化分析专业委员会编



科学出版社

土壤常規分析方法

中國土壤學會土壤農化分析專業委員會編

科學出版社

1974

内 容 简 介

本书主要介绍土壤的一般常规分析方法,如土壤养分的测定、全量分析、盐分测定、水分测定、pH 值测定和机械分析等。

本书选定的方法首先要求其准确度能合乎常规分析的要求,同时也考虑国内目前一般设备条件。对每一个分析项目的编写,力求操作步骤具体细致,并附有注解,以便土壤分析工作人员能迅速掌握这一方法的操作;对于分析的原理则只简单叙述。书中还另加一些附录,供分析工作者查考之用。

土 壤 常 规 分 析 方 法

中国土壤学会土壤农化分析专业委员会 编

*

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1965 年 7 月 第 一 版 开本: 787×1092 1/32

1974 年 11 月 第三次印刷 印张: 5 1/2 插页: 3

印数: 16,101—27,270 字数: 162,000

统一书号: 13031·301

本社书号: 468·13—12

定 价: 0.55 元

附 录

附录 1	雷磁 25 型及 24 型酸度计的故障及其维修·····	(145)
附录 2	581 型光电比色计的故障及其维修·····	(149)
附录 3	常用元素的原子量表·····	(151)
附录 4	普通浓酸浓碱试剂的浓度及比重表·····	(152)
附录 5	标准酸碱溶液的配制与标定·····	(153)
附录 6	指示剂的变色范围及配制方法·····	(154)
附录 7	结果换算表·····	(156)
	(一) 组成成分的不同表示形式互换表·····	(156)
	(二) 毫克数、毫(克)当量数、百万分数及每亩斤数换算表·····	(159)
附录 8	土壤分析实验的要求和基本设备·····	(160)
附录 9	土壤分析实验室的仪器药品·····	(161)
附录 10	标准筛孔对照表·····	(169)
附录 11	对数及反对数表·····	(170)

分 析 方 法

土 壤 样 品 的 制 备

北京农业大学

野外采回的土壤平均样品^[注1] (不论是混合样品或剖面样品), 经登记编号后, 都须经过一定的处理手续——风干、磨细、过筛、混合、保存——制成分析样品, 才能从中取出各分称样, 进行各项分析。

处理样品的目的是: (1)使分析样品可较长期地保存, 不致因微生物活动而变质; (2)挑去非土部分, 使分析结果能代表土壤本身的组成; (3)将样品适当磨细和充分混匀, 使分析时所取的称样具有较高的代表性, 减少称样的误差; (4)将样品磨细; 增大土粒的表面积, 使制备待试溶液时分解样品的反应能够完全和均致。

处理样品的方法步骤如下:

1. 风干 除了某些项目(例如田间水分、硝态氮、铵态氮、亚铁等)需用新鲜土样^[注2] 测定以外, 一般项目都用风干样品进行分析。潮湿的样品不可长时间贮放在容器中, 应该立即使之风干。样品的风干可在通风橱^[注3] 中进行, 也可以把它铺在搪瓷盘、木板、厚纸或光洁的地面上, 摊成薄层, 厚约 2 厘米, 间隔地翻拌, 促使均匀地风干。风干的时间大约需三、五天。在半干的时候, 须将大块土壤捏碎(尤其是粘性土壤), 以免完全干后结成硬块, 难以磨细。风干场所力求干燥和通风, 并且要防止酸、碱、蒸气和尘埃等侵袭^[注4]。

在风干过程中应随时拣去粗大的动植物残体(根、茎、叶、虫体)和石块、结核(如铁锰结核和石灰结核)等。充分混匀后用四分法淘汰到所需的数量(通常为 1—2 市斤)。四分法的操作手续是: 将混匀的样品平铺成圆形或正方形, 划一十字线, 等分为 4 部分, 弃去对角的二分; 剩下的部分如果还太多, 可以重新混匀后继续用四分法淘汰。

2. 磨细和过筛 风干的土样用木棍压碎^[注5], 用孔径为 1 毫米

的筛子^[注6]过筛(机械分析和可溶盐的分析有时用2毫米筛)。未筛过的土壤必须重新压碎过筛,直至全部筛过为止。但岩石和砾石切勿研碎,须即行筛出,必要时并须称其重量,计算占全部风干样品的重量百分率,以便换算机械分析结果之用。

少许细碎的植物根茎经滚压后通过1毫米筛孔者,即视为土壤有机质部分,不再挑出^[注7];较粗大的动植物残体则应随时除去。

上述通过1毫米筛孔的土样,经充分混匀后,即可供一般项目的化学分析之用。土壤矿质成分全量分析以及测定全氮、磷、钾、有机质等所用的样品,则尚须另行磨细,因为这些项目所用称样数量很少,或者样品的分解比较困难。进一步处理的方法是:将通过1毫米筛孔的土样铺成薄层,划成许多小方格,用角匙多点取出样品约20克,在玛瑙研钵中小心研磨^[注8],使之全部通过0.25毫米筛孔。

机械分析用的样品要从采回的平均样品直接制备^[注9]:先筛分出直径大于1毫米的粒子,将此粗粒部分放在瓷皿中加水淹泡,煮沸约1小时,经常搅动,将浊液倾入另一皿中,再用水洗1—2次,至倾出清水为止。浊液蒸干后把残渣均匀地混入小于1毫米的细粒部分中。粗粒部分烘干后称重,计算占全样品的百分率;必要时尚须通过一套孔径为10、5、3、2、1毫米的筛组,分别计算各级的百分率。细粒部分的分散处理详见机械分析。

3. 保存 生产和科研工作中的一般土壤样品,通常应保存半年至一年,以备必要时查核之用;标准样品或对照样品则须长期妥善保存,不使被测成分改变。保存的分析样品须密装在磨口塞的广口瓶中,瓶上贴有标签^[注10],记明土样号码、土类名称、采样地点、试验区号、深度、采样日期、采样人和筛号或孔径等项目。有时为了节约广口瓶和样品架,一般样品在分析结束后即转入纸袋保存。标准样品和对照样品则必须始终贮放在密闭容器中。

[注1] 样品名称的定义如下:(1)原始样品——野外采样时在同一采样区多点采得的同层混合样品,或同一剖面层次的剖面样品。原始样品应该能代表分析的对象(采样区的某层或某剖面层)。(2)平均样品——原始样品经充分混匀,用四分法滴次至所需数量,送交分析室的样品。平均样品应该能代表原始样品。(3)分析样品——平均样品经本章所述步骤处理后,可供分析之用的样

品。分析样品应该能代表平均样品。(4)称样——每次测定时称取的一份分析样品。称样应该能代表分析样品。

[注2] 测定硝态氮、铵态氮和亚铁等项目时，必须用刚采的新鲜土样，因为这些成分在放置或风干过程中会显著改变。新鲜样品也要充分捏细拌匀，最好能全部通过6毫米筛孔的筛子。水稻土壤潮湿，无法捻细过筛，可以充分搅匀后取一部分进行测定。如果来不及当时测定硝态氮和铵态氮，可在每公斤土样中加入3毫升甲苯，以抑制硝化作用和氨化作用，密封后貯于冷处。但这只是权宜的办法，最好还是当时测定。用新鲜样品分析时，必须同时测定水分，以便换算分析结果。

[注3] 通风橱有的很简单，有的较复杂。简单的系一多层架的木橱，橱门上有通风洞，层架上可放置样品盘。复杂的通风橱的下部装有电热和风扇系统，可保持35°C左右的较高温气。

[注4] 样品处理、风干和保存的场所应该与化验室隔离，严防 NH_3 、 H_2S 、 SO_2 和各种酸、碱、蒸气的侵入，以免土样吸附沾污。

[注5] 土样的磨细须用硬木棍在硬木板或硬橡皮板上进行，不可用铁棒或矿物粉碎机磨细，以防压碎石块或使样品沾污铁质。

[注6] 筛孔的大小有两种方式表示，一种是筛孔的直径(常以毫米为单位)，一种是筛号。筛号又有几种体系，最常用的是指每英寸长度内的筛孔数。故筛号愈大，孔径愈小。孔径和筛号的大致关系可按下式换算：

$$\text{孔径(毫米)} = \frac{16}{\text{筛号}} \quad \text{或} \quad \text{筛号} = \frac{16}{\text{孔径(毫米)}}$$

例如，100号筛的孔径约为 $\frac{16}{100} = 0.16$ 毫米；1毫米孔径的筛号为 $\frac{16}{1} = 16$ 号筛。

[注7] 本书只测定“活性有机质”，意即包括易被分解的植株细碎残体在内。如果仔细挑去细碎的根茎等物，则测得的结果常称为“腐殖质”。

[注8] 玛瑙研钵质硬而脆，耐磨而不耐冲击，故使用时只能用力研磨，切勿撞击，以免裂损。

[注9] 严密的机械分析所用的土壤样品，应该用本段所述的方法从平均样品中直接制备。有时为了简便起见，也常用上述通过筛孔为1毫米的筛子的土样进行机械分析。

[注10] 最好在瓶内也放一张同样的标签，以防瓶外贴的标签脱落后失去查考的依据，造成混乱。

主要参考资料

- [1] 中国农业科学院江苏分院：土壤肥料分析法。第2及83页，1960。
- [2] M. I. 杰克逊著(蒋柏藩等译)：土壤化学分析。第1,2章。科学出版社，1964。

土壤水分的測定

北京农业大学

(一) 方法原理

在野外采回的新鲜土样中,除含有吸湿水外,还可能含有其他形态的水分,而风干土样中则仅含吸湿水。土壤水分的測定在土壤分析中是必需的,因为只有在一致的水分基础上,各样品的成分以及各次分析的结果才可以互相比较。

土壤水分的測定方法很多,最常用的是 105—110°C 烘干法。在此温度下,自由水和吸湿水都能烘干,而一般土壤有机质则不致分解。但是某些有机质在此温度烘烤时能逐渐分解而失重,而另有一些有机质则能逐渐氧化而增重。因此,严格说来,用烘干法只能测得近似的水分含量。虽然如此,由于一般土壤有机质含量不多,其中受烘烤而起明显变化的又占少数,故用烘干法所求得的水分含量的准确度和精密度通常已能达到土壤分析的要求,因此在一般土壤分析工作中,測定土壤水分仍以烘干法为准。用烘干法測定土壤水分时,烘烤的时间,应该以达到恆重为准,但由于上述误差的存在(特别是含有有机质较多的土壤要达到恆重有时有困难),故也可以人为地规定一个一定的烘烤时间(例如在 105—110°C 下烘 8 小时)。有机质含量特别高的土样可以用减压低温法(例如用 70—80°C 的温度,在小于 20 毫米汞柱压力下)烘干之。由土样在烘烤期间的失重,即可计算土壤水分百分率。

(二) 操作手續

1. 风干土样吸湿水的測定 取编有号码的水分皿或小铝盒(直径 46 毫米,高 18 毫米),烘干后,冷却,在分析天平^[註1]上称得其恆重(W_1),平铺入约 5 克风干土样,再准确称重(W_2)。移入于加热至

105—110℃ 的烘箱中, 烘烤 8 小时, 烘时把盖子斜放在皿侧(铝盒的盖子可平放在盒下)。取出, 加盖后在干燥器中冷却至室温(水分皿须冷 30 分钟, 铝盒须冷 20 分钟), 立即称重(W_3)。必要时重复烘烤 3 小时, 冷却称重, 以验证是否恒重(两次重量之差不大于 3 毫克)。

结果计算:

土壤水分%(以烘干土壤为基础的水分百分数)

$$= \frac{W_2 - W_3}{W_3 - W_1} \times 100$$

水分%(以风干土壤为基础的水分百分数)

$$= \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100$$

2. 新鲜土样水分的测定 取大的水分皿或大的铝盒(直径 60 毫米, 高 30 毫米), 先烘干, 再用感量为百分之一克的普通天平^[注 2]准确称重(W_1), 然后平铺入约 25 克新鲜潮湿土样, 再称重(W_2)。同上述手续烘烤, 冷却, 称重(W_3), 依上法计算土壤水分%。

[注 1] 土壤吸湿水含量一般为百分之几, 5 克土样中约含水 100 毫克(数量级)。因此, 如果测定的准确度要求达到 3 个有效数字, 必须准确称量至毫克(克的第三位小数)。

[注 2] 新鲜土样含水常在 10% 以上, 25 克土样中约含水几克, 故用普通天平(感量 1/100 克)称量即可达 3 个有效数字的准确度; 如只需 2 个有效数字, 可改用台秤(感量 1/10 克)称量。

主要参考资料

李庆远等: 土壤分析法。第 2 章第 3 节, 1958 年。

土壤活性有机质的测定*

南京农学院

(一) 选定方法的依据

土壤活性有机质的含量,一般是由有机碳的测定结果计算得来的,即假定土壤有机质含碳 58%,则有机碳含量乘以 $1.724 (=100/58)$ 而得土壤有机质含量。显然,各种土壤中有有机质含碳百分数是很不一致的,因此普遍应用这个系数,将会产生一些误差。目前我们对各种不同土壤类型中有有机质含碳百分数还缺乏全面的系统研究,因此在一般土壤工作中大多仍沿用这个换算常数。

土壤活性有机质测定的方法很多,最基本方法之一是干烧法,它也是一种比较老的方法。但此法需要特殊的设备,操作技术要求也比较严格,而且很费时间,有时结果的重现性很差,因此一般不作例行方法来应用。湿烧法操作简便,方法快速,适用于大量样品的分析。在湿烧法中比较最通用的是硫酸重铬酸钾氧化法。采用这一方法进行测定时,有的直接利用以重铬酸钾冲淡硫酸时所产生的热氧化有机质(可以 Black 和 Walkey 法为代表),也有的用外加热源来促进氧化(可以丘林法为代表)。前者操作方便,但有机质的氧化程度较低(85—90%)。后者操作较麻烦,但有机质的氧化比较完全(90—95%),而且所得结果受室温变化的影响较小;考虑到国内一般实验室的条件,我们认为这一方法比较准确,因此就选定了它作为本方法的基础。

* 本方法对土壤有机质的氧化程度平均约 90%。于未乘以系数(1.1 或 1.04)之前,测定结果不得称为土壤有机质;又因土壤样品处理时没有将细微植物残体在放大镜下全部检出,故又不符合腐殖质含义。因此暂将本方法的测定结果称做土壤活性有机质含量。

(二) 方法原理

在加热条件下,用一定量的标准重铬酸钾-硫酸溶液来氧化土壤活性有机质,多余的重铬酸钾则用标准硫酸亚铁来滴定。从所耗去的重铬酸钾计算有机碳的含量。

(三) 试剂及仪器

1. 试剂制备

消费加热用油:石蜡(固体)或植物油 4—5 市斤。

0.4 N $K_2Cr_2O_7$ 的硫酸溶液:称取研细的分析纯 $K_2Cr_2O_7$ 40 克,溶解于 500 毫升水中,必要时可以加热。冷却后,稀释至 1 升。将此溶液移入 2 升量瓶中,缓缓加入比重 1.84 的化学纯硫酸 1 升,并不断搅动。冷却后,加水至刻度。摇匀后,注入试剂瓶中(此溶液的准确浓度以标准 0.2 N $FeSO_4$ 溶液标定之)。

0.2 N $FeSO_4$ 标准溶液:称取 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 56 克[或 $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ 80 克]溶解于水中,加 6 N H_2SO_4 30 毫升,然后加水稀释至 1 升。此溶液的准确浓度以标准 0.1 N $KMnO_4$ 溶液标定之。

2-羧基代二苯胺(亦称邻苯胺基苯甲酸 *N*-phenylanthranillic acid)指示剂:称取 0.25 克指示剂,在小研钵中研细,加入 0.1 N $NaOH$ 溶液 12 毫升,在水浴上加热使其尽可能溶解,稀释 250 毫升。放置澄清或过滤。用其清液。

2. 仪器设备 硬质试管(18×160 毫米);油浴;铁丝笼(消费时插试管用);温度计(360℃);分析天平;电炉;滴定管(50 毫升);小漏斗(2—3 厘米)等。

(四) 操作步骤

1. 精确称取通过 100 网眼筛子的风干土样^[注1] 0.1—0.5 克(根据所含有机质多少而定^[注2]),放入一干的硬质试管中,用滴定管准确加入 0.4 N $K_2Cr_2O_7$ 溶液 10.00 毫升(在加入 3 毫升时摇动试管使土壤分散),在试管口加一小漏斗,以冷凝蒸出之水汽。

2. 将试管(8 至 10 个)盛于铁丝笼中(每笼中均插入一个空白管),

放入温度为 185—190℃ 的石蜡油浴锅中^[注3]，此时温度下降至 170—180℃。以后须注意调节热源使油锅温度维持不变（170—180℃）。于试管内容物沸腾^[注4]时开始计时，煮沸 5 分钟。取出试管，稍冷，擦净试管外部油液。

3. 冷却后，将试管内容物倾入 250 毫升三角瓶中，用水洗净试管及小漏斗，将洗液一并倒入三角瓶内，这时瓶内溶液的体积应不超过 60—70 毫升，保持混合液中 H_2SO_4 浓度为 2—3N，然后加 2-羧基代二苯胺指示剂 12—15 滴，此时溶液呈棕红色。用 0.2 N $FeSO_4$ 滴定之，溶液的颜色由棕红经紫色变为暗绿色（灰蓝绿色），此即为滴定终点。

在—批样品测定的同时，进行一个空白试验，即用纯砂或灼烧过的土壤以代替土样，其他手续均相同。

结果计算^[注5]：

$$\text{活性有机碳}\% = \frac{(V_0 - V) \times N \times 0.003}{\text{烘干土样重}} \times 100$$

$$\text{活性有机质}\% = \text{活性有机碳}\% \times 1.724$$

式中： V_0 ——为滴定空白试验时所用去的 $FeSO_4$ 毫升数；

V ——为滴定土样品时所用去的 $FeSO_4$ 毫升数；

N ——为 $FeSO_4$ 的当量浓度。

[注 1] 这里所用土样同于土壤全氮全磷测定所用的土样。只把肉眼所能鉴别的植物残体和粗根挑出，不再用放大镜检出细微的植物残体。对于水稻土、沼泽土和长期渍水的土壤，由于土壤中含有较多的亚铁化合物及其他一些还原性物质，它们也消耗 $K_2Cr_2O_7$ ，故常使结果偏高。对这种样品必须在测定前充分风干。一般可把样品磨细后，铺成薄薄的一层，在室内通风处风干 10 天左右，这样即可使亚铁氧化。但对于某些还原性特别强的土壤例如长期淹水的稻田土壤，虽经几个月的风干处理，样品中有时仍可能有亚铁反应。对这种土壤，如何以简便方法除去其还原物质及亚铁的影响，目前尚缺乏满意的办法，有待于进一步研究。对含氯化物的土壤样品，应加 0.1 克 Ag_2SO_4 （估计量）以消除 Cl^- 离子的干扰。

[注 2] 含有机质在 7—15% 的土壤，可称 0.1 克；2—4% 者，可称 0.3 克；少于 2% 者，可称 0.5 克。

[注 3] 也可用磷酸浴代替油浴。它的优点在于清彻，便于观察试管内容物；同时，由于它本身不是有机质，用过后器皿又容易洗涤，故可免除污染的危险，而对测定结果的准确度更有保证。但用磷酸浴时必须用玻璃器皿。

[注4] 必須在試管內溶液表面開始滾動或有較大的汽泡發生(小汽泡不算)時,才開始計算時間,然後繼續煮沸5分鐘。煮沸時間對分析結果有較大影響,故應盡量準確。

[注5] 遇到含有氯化物的土壤,加 Ag_2SO_4 除去其影響並在結果上加以說明。

主要參考資料

- [1] 南京農學院編:土壤分析實驗指導。1963。
 [2] 林振冀等編:土壤農化分析法。農業出版社,1961。
 [3] 北京農業大學編:農業分析。農業出版社,1961。
 [4] 葉炳等編:土壤的理化分析法。科學出版社,1960。

(附) 活性有機質測定時氧化還原指示劑的比較及選擇

浙江農業科學院

指示劑名稱	E_0	本身變色	Fe^{++} 滴定 Cr_2O_7^- 時的變色	特 點
		(氧化) (還原)	(氧化) (還原)	
二苯胺	0.76伏	深藍→無色	深藍→綠	須加 H_3PO_4 ; 近終點須強烈振動,較難掌握
二苯胺磺酸鈉	0.85伏	紫→無色	紅紫→藍紫→綠	須加 H_3PO_4 ; 終點稍難掌握
2-羧基代二苯胺	1.08伏	粉紅→無色	棕紅→紫→綠	不必加 H_3PO_4 ; 終點易于掌握
鄰啡囉啉	1.14伏	淡青→紅	橙→綠→淡綠→橙紅	不必加 H_3PO_4 ; 終點易于掌握

在 $2\text{N H}_2\text{SO}_4$ 溶液中, $\text{Cr}_2\text{O}_7^-/\text{Cr}^{+++}$ 體系的標準電位為 1.03 伏, $\text{Fe}^{+++}/\text{Fe}^{++}$ 體系的標準電位為 0.69 伏。在 $2\text{N H}_2\text{SO}_4$ 溶液中用 Fe^{++} 滴定 Cr_2O_7^- 時, 滴定曲線的突躍範圍為 1.22—0.85 伏。由此可知, 2-羧基代二苯胺及鄰啡囉啉二種指示劑的變色電位均在滴定曲線突躍範圍以內, 應用時可得準確結果。二苯胺磺酸鈉及二苯胺(特別是後者)的變色電位偏低, 且落到滴定曲線突躍範圍以外。又當滴定過程中

Fe^{+++} 浓度增高以致 $\text{Fe}^{+++}/\text{Fe}^{++}$ 体系的电位增高, 被还原的指示剂有被 Fe^{+++} 重新氧化的可能而使滴定终点延迟出现, 故必需在滴定溶液中加入 H_3PO_4 , H_3PO_4 与 Fe^{+++} 络合成无色络离子。此时一则 Fe^{+++} 的颜色消除, 二则 $\text{Fe}^{+++}/\text{Fe}^{++}$ 体系的电位大为降低, 不但使指示剂重新氧化的危险消除, 而且使滴定曲线的突跃电位范围加宽, 从而使二苯胺等指示剂的变色电位进入突跃范围之内。但倘酸度增至 $4N$ 时, 二苯胺磺酸钠由于变色电位的提高即可以在不加 H_3PO_4 的情况下使用。

根据各种氧化还原指示剂的性质及滴定终点掌握的难易, 我们推荐应用 2-羧基代二苯胺及邻啡罗啉二种指示剂。由于邻啡罗啉的价格较高(每克 5.2 元)且仅在较强的酸性下变色才清晰($3N$ 左右), 故我们认为 2-羧基代二苯胺最适合于一般应用。

倘欲应用邻啡罗啉指示剂时, 其配法如下: 称取指示剂 1.485 克, 溶于 100 毫升硫酸亚铁水溶液中(其中含 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.695 克), 放在棕色瓶中加塞, 应用时仅须加 2—3 滴, 本指示剂与空气接触时间较长后可能失效。

主要参考资料

1. M. 柯尔蜀夫等著(梁树权译): 容量分析(卷三)。152—159 页, 1963。

土壤全量分析

中国科学院土壤研究所

一、样品的熔融^[1-3]

(一) 方法原理

碳酸盐碱熔法，为广泛应用的经典方法。它的基本原理是将土壤试样与 Na_2CO_3 混合后，在高温（900℃ 左右）下熔融，使难于溶解的硅酸盐（和铝硅酸盐）成为可溶态的化合物。熔融物冷却后，取出，加 1:1HCl 溶解。经脱硅后，沉淀部分作为 SiO_2 测定，滤液部分作为 Fe^{+++} 、 Al^{+++} 、 Mn^{++++} 、 Ti^{++++} 、 Ca^{++} 和 Mg^{++} 等系统分析之用。

(二) 试剂及仪器

1. 试剂配制 无水 Na_2CO_3 （分析纯，通过 100 孔）粉粒；无水酒精；1:1HCl（分析纯）。

2. 仪器设备 高温电炉（马福炉）连同高温计；石棉板（大小可根据高温电炉的炉膛来决定）；铂坩埚（25—30 毫升）^[註1]；用铂片包头的坩埚钳（不得已时用镍坩埚钳代之）；感量为 1/10 克的普通天平；分析天平；带橡皮头玻棒及光滑圆头小玻棒；硬质烧杯（200—250 毫升）；表玻璃。

(三) 操作步骤

1. 用分析天平称取通过 100 网眼筛子的烘干土（事先在 105℃ 烘箱内烘 4—8 小时）0.5 克左右^[註2] 放入铂坩埚中。

2. 在黑色油光纸上，用普通天平称取无水 Na_2CO_3 ^[註4]，其重量约为土样重的 6—8 倍^[註3]。

3. 将 Na_2CO_3 的 $1/8$ 留作擦洗搅拌玻璃棒及铺盖表面之用, 其余的分次与试样在铂坩锅中均匀混合^[注5]。玻璃棒上粘附的粉状物质, 用余下的 Na_2CO_3 擦洗干净, 铺于表面, 尽可能使之平整。散失在油光纸上的粉状物质也应完全倒入铂坩锅中, 然后加盖。

4. 将铂坩锅放在石棉板上^[注6], 然后把石棉板随同坩锅小心放入高温电炉中, 逐渐升温至 900°C ^[注7], 并在该温度下保持半小时, 用长柄坩锅钳将石棉板小心拉出, 再用铂头坩锅钳取出坩锅, 趁热观察; 如果内容物成凹形透明状态, 中间无气泡, 即表示熔融完全; 如有白色原状 Na_2CO_3 或中间有孔凸出时, 说明尚未熔好^[注8], 必须再继续熔融 15—20 分钟, 直到熔好为止。

5. 在坩锅未完全冷却前 ($80-90^\circ\text{C}$), 将其下部 (相当于高度的 $1/3$) 浸入冷水中, 使熔融物脱离坩锅壁。若熔块不能脱离时, 可向坩锅中加冷蒸馏水 4—5 毫升, 并在电炉上小心加热至近沸。加热时, 应不加坩锅盖, 以便观察 (因如过热至沸, 溶液就有外溅的危险)。4—5 分钟后, 如熔块微动时即表明熔块已经和坩锅壁脱离, 然后将熔块^[注9] 倒入 200—250 毫升的烧杯中。

6. 以热蒸馏水洗坩锅及盖子 2—3 次, 然后加几滴酒精^[注10], 用稀热 HCl (1:1) 洗 2—3 次 (每次 5 毫升左右); 洗涤时应以橡皮头玻璃棒将坩锅内壁全部擦洗过, 所有洗涤液均应放入烧杯内。当稀 HCl 洗液倒入烧杯中时, 必须用表玻璃把大部烧杯口掩盖起来, 然后从杯嘴沿壁倒下, 以防止溶液随着 CO_2 气泡的逸出而溅失。

7. 同上法慢慢加入 1:1 HCl 30 毫升^[注11], 使熔块溶解。当发现气泡减弱时再用玻璃棒压碎结块, 使其加速溶解。进行此项工作时, 仍须尽可能使表玻璃掩住杯口。

8. 若无高温电炉而用喷灯熔融时^[注12], 则可将坩锅直立于泥三角架上, 先用文火烧灼 5—10 分钟, 然后逐渐加高温至底部灼成微红色; 在这高温下继续灼烧 5 分钟后, 小心揭盖观察, 若内容物已经熔融, 则再增高温度, 以使坩锅底部灼成樱红色 ($900-1,000^\circ\text{C}$ 左右), 直至坩锅内的物质全部熔融成清澈的流体。在此温度下, 继续灼烧 20 分钟, 然后取出冷却, 若熔块表面有凸起之处, 说明没有熔好, 可再继续灼烧, 直到完全熔融为止。取出熔块, 处理同前。