

農學叢書

# 肥料分析法

趙雲夢編著

正中書局印行

版權所有  
翻印必究

中華民國三十年九月初版  
中華民國三十四年十一月滬復一版

實用肥料分析法

全一册 實售國幣七角

(外埠酌加運費匯費)

編 著 者 趙 雲 夢

發 行 人 吳 秉 常

印 刷 所 正 中 書 局

發 行 所 正 中 書 局

(1384)

## 序

本書所選錄之方法，多著者所習用，自信頗為精確，且合實用。國內農業專科學校與大學農學院固可採作肥料分析之教本，即研究肥料與從事肥料分析工作者，亦可用作參考也。

本書關於各種分析方法之實施，分列試藥，儀器，手續，計算等項。儀器試藥，僅舉首要。手續一項，更標出目的，分段敘述。計算方法，不厭繁瑣，力求詳明，期啓讀者從事計算之途徑。

書末所附錄之原子量表，計算分析物質乘數表，波美 (Beaumé) 度與液體比重比較表，及酸鹼類溶液比重表等，為計算分析結果與配製試藥所必需。惟乘數表係自兩種不同書籍選錄，乘數微有出入，著者為計算便利，以採至小數後四位為原則。

著者才短學疎，遺漏錯誤，自所難免，倘蒙專家賜教，無任欣幸！

趙雲夢二十八年六月識於陝西武功國立西北農學院

# 目次

## 第一篇 通論

第一章	溶液與試藥	1
第二章	儀器	2
第三章	基本操作	3
第四章	樣品之採取	4
第五章	分析法	6
第六章	肥料之分類	7

## 第二篇 肥料之定性分析

第一章	氮素之檢驗	9
第二章	磷之檢驗	10
第三章	鉀之檢驗	10

## 第三篇 肥料之定量分析

第一章	普通分析法	12
第一節	氮素之定量	12
第二節	磷之定量	27
第三節	鉀之定量(過氯酸鉀法)	40
第四節	石灰之定量	50
第五節	水分之定量	54

第二章 特別分析法	55
第一節 硫酸銨之分析	55
第二節 硝酸鉀之分析	58
第三節 氯化鉀之分析	63
第四節 硫酸鉀之分析	64
第五節 灰類之分析	65
第六節 海鳥糞之分析	68
第七節 血粉肉粉蹄角粉皮粉之分析	69
第八節 商品配合肥料之分析	70
第九節 廢肥之分析	72
第十節 糞湯或廢肥漏出液之分析	75
第十一節 糞粉或乾糞之分析	78
第十二節 糞尿之分析	80
第十三節 油餅類之分析	82
第十四節 污水或陰溝水之分析	83
第十五節 石灰類之分析	85
第十六節 石灰石與泥灰石之分析	87
第十七節 石膏之分析	90

### 附 錄

(一)重要元素之原子量表(二)計算分析物質乘數表(三)波美度與液體比重比較表(四)鹽酸之比重表(五)硝酸之比重表(六)硫酸之比重表(七)醋酸之比重表(八)氫氧化鉀液之比重表(九)氫氧化鈉液之比重表(十)氫氧化銨之比重表

## 第二篇 通論

### 第一章 溶液與試藥

進行分析所需用之溶液與試藥如次：

- (一)酸 類： (1)礦質酸： 硝酸，鹽酸，硫酸，過氯酸，王水。  
(2)有機酸： 冰醋酸，檸檬酸，草酸。
- (二)鹼 類： 氫氧化銨，氫氧化鈉，熟石灰，氧化鎂。
- (三)溶 劑： 蒸餾水，酒精。
- (四)標 準 液： 硫酸規定液，硝酸銀規定液，硝酸鉀標準液，硝酸鈉標準液，氫氧化鈉規定液，高錳酸鉀規定液，硝酸規定液，鹽酸規定液。
- (五)水 溶 液： 氫氧化鈉液，碳酸銨液，碳酸鈉飽和液，檸檬酸銨液，硝酸銨液，含硝酸鉍酸銨液，草酸銨飽和液，硝酸鉍液，氯化鉍液，鉻酸鉀液，氯化亞鐵液，氯化鐵液，鎂合劑，甲基紅液，甲基橙液，溴酚藍液。
- (六)酒精溶液： 酚酞液。
- (七)鹽 類： 氯化銨，氯化鎂，亞硝酸鈉，硝酸鈷，硝酸銨，草酸鈣，硫酸銅，硫酸鉀，鹼式硝酸鉍，硫代硫

酸鈉 硝酸鉀, 硝酸鈉, 高錳酸鉀, 過氯酸鉀, 硝酸銀。

(八) 金屬: 鋅粉, 鐵末, 銅屑。

(九) 其他: 紅藍石蕊試紙, 浮石, 酚, Devorda 氏合金, Nessler 氏試藥等。

## 第二章 儀器

欲作各種分析工作, 須有以下之儀器:

- (一) 玻璃製: (1) 劃度儀器: 滴定管, 集氣筒(100 c.c.).  
 (2) 容量儀器: 量瓶: 1000 c.c., 500 c.c.,  
 200 c.c., 150 c.c.,  
 100 c.c., 50 c.c.  
 吸量管: 40 c.c., 20 c.c.,  
 10 c.c., 5 c.c.  
 (3) 他種儀器: 燒瓶, Kje'dahl 燒瓶, 研鉢  
 (附杵), 硬質燒杯(100-300  
 c.c.), 普通燒杯(100-1000  
 c.c.), 漏斗, 試管, 玻璃棒, 洗  
 瓶。
- (二) 磁製: 圓底磁皿: 1000 c.c., 30-300 c.c.; 平底磁  
 皿: 50-300 c.c., 陶土三角, 磁坩堝。
- (三) 濾紙: 普通濾紙, 無灰濾紙。
- (四) 金屬製: 精確天平(定量天平, 感應 1 毫克), 載重天

平, 乾燥箱, 砂盤, 噴燈, 噴燈架。

(五) 木 製: 木夾, 試管架。

(六) 特用儀器: 歐班氏裝置, 施雷津氏裝置, 硫酸乾燥器, 二氧化碳定量器等。

### 第三章 基本操作

分析工作之基本操作如下:

(一) 粉碎 粉碎工作可於磁製或玻璃製研鉢中舉行, 再用篩(100號篩)篩過。

(二) 沉澱 使物質沉澱, 可用固體或液體或氣體試藥, 而由攪拌以促進之。沉澱作用應使完全, 通常係於已澄清之液體中, 再注加沉澱用試藥一滴, 察其是否再有沉澱發生以決定。但應用試藥使物質沉澱, 宜避免過量加入, 此因有時試藥又能使一部沉澱復行溶解故也。總之, 使物質沉澱, 無論何時均須依指定方式工作。

(三) 沉澱之分離

(1) 傾瀉 普通須舉行多次。欲使沉澱聚集容易, 可以墊板微使燒杯傾斜。將燒杯舉起, 使液體沿玻棒流注於有濾紙之漏斗上。

(2) 過濾 過濾宜用白色濾紙。欲秤量煨燒後之沉澱, 則用無灰濾紙。此種濾紙煨燒後之重量極微, 可以忽略不計。

濾紙之大小, 以紙邊不超出漏斗之邊緣為適當, 從事本書內各實驗所用之濾紙, 以採用直徑約 10—11 厘米者為相宜。

欲取下附着於杯壁之沉澱, 宜用澱帚(policeman) (即一端裝有小段膠皮管, 管口由內向外捲折之玻棒) 小心刷拭。以洗瓶將沉澱洗



聚於濾紙之底部。

(四)洗滌：此種手續乃將一切可以溶解之雜質由沉澱中除去。洗滌普通係用蒸餾水行之。或用冷水，或用熱水，須視情形而定。每次用量以可能少為原則，並須候所注入之液體，完全濾過後，再加入新液以繼續洗滌，直至洗液不復含有雜質之痕跡為止。洗液之是否含有雜質痕跡，可用適宜之試藥以檢驗之。

(五)乾燥 乾燥應用乾燥箱，箱壁間裝入水或油，視吾人所需要之溫度而定。有時亦有以砂盤進行乾燥者。當進行此種操作時，至相當之時間後，可每隔一刻鐘秤乾燥物一次，直至其重量不復改變，方可視為已經乾燥。

(六)煨燒 普通在鉑坩堝或磁坩堝中舉行，坩堝 於陶土三角上，而以噴燈 \* 燒之。煨燒之初，應緩緩加熱避免物質之瀑濺與損失。最初先使分離沉澱之濾紙燃燒，冷後於灰上加硫酸或王水一滴，小心蒸乾，然後加入沉澱，並於指定之溫度下煨燒。

(七)秤量 秤量應用雙秤法 (méthode de double pesé)、當坩堝尚熱時，不宜舉行秤量。

熱坩堝應放置於預置有硫酸少許之鐘罩下，或放置於有硫酸或氯化鈣之乾燥器中。

## 第四章 樣品之採取

樣品為分析之基礎，採取極為困難，故應特別注意，今依普通順序，撮要分述於下：

\* 國內農業化學實驗室，有煤氣與電力設置者較少，故煨燒用具，僅用噴燈。

(一)裝袋粉狀肥料 當肥料為粉狀時，此為普通之情形，如係裝袋者，可先將袋之一角拆開，於其中伸入採樣器 (sonde)，向對角之方向採取。同樣於每袋中採樣品一份，再將由各袋中所取得之樣品聚集於油布或油紙上，並以手或竹板攪和均勻後，可取出三四百克，置於玻璃瓶中，以作為樣品。

(二)裝桶粉狀肥料 裝桶粉裝肥料，可以螺旋錐於桶之兩底，距桶軸稍遠處，各穿一適可導入採樣器之孔，以採取樣品。其他手續均與上同。

(三)裝桶或裝袋成塊肥料 當肥料為堅實塊狀，而盛於袋中或桶內時，則可任意選取數袋或數桶，倒出於潔淨之地板或石板上，以鏟混和，並於各點採取肥料數鏟，另行混合，以槌擊碎，再混和均勻而裝入玻璃瓶或金屬箱中。

(四)粉狀或塊狀成堆肥料 成堆肥料亦可用採樣器於其中採取樣品，但應注意將此器穿至堆之各部，如堆之體積過大，可於其中部挖一長坑，為精確計，宜多取數點，露出部分亦包括於其中。

(五)不同質之肥料 不同質之物質，如物屑碎布等，堆積成堆，須先妥為攪拌混和，再於此混合物之各處，各取物質少許，並將所取得者再全部混和，然後可取作分析用之樣品。

(六)液體或成塊肥料 固形或液體肥料（例如糞尿），如為同質，可以鏟混和而裝入瓶中，如分為一較流動一較堅固之兩部時，須取其在檢驗體中存在之比例，其液體部分，可先用力攪拌，不使沉澱，速取與固體成比例之量；至其固體部分，則可先以鏟分開，亦於其中取等比量之樣品，將二者同裝於廣口瓶中即可。

(七)其他注意事項 採取樣品時，如發現其中有石塊或其他攪雜物，不可隨意棄去。可將此等物質在肥料中存在之比例算出，然後即以此比例攪入所取之樣品中。

## 第五章 分析法

### 第一節 樣品之調製

樣品應搗至十分均勻狀態。

### 第二節 有用元素之定量

#### (一) 氮素

(1) 氮態氮素 於鹼類存在時，用上升蛇形儀器 (appareil à serpentín ascendant) 將物質與水蒸餾，而收集其氮態氮素於定體積之規定酸液中。

(2) 硝酸態氮素 以氯化亞鐵液共同煮沸，將硝酸氮素變為氧化氮，並與已知純硝酸鹽量所得氧化氮之體積相比較。

或利用活性氫，將硝酸鹽還原為氨，而收集於定體積之規定酸液中。

(3) 有機態氮素 將有機態氮素與鈉石灰加熱，使變為氨，收集於規定酸液中而測定之。如能將肥料中之硝酸鹽預先除去，更可以硫酸加少許硫酸銅與硫酸鉀處理，以使有機氮素變為硫酸銨態，而用氮態氮素之定量法以測定之。

#### (二) 磷酐( $P_2O_5$ )

(1) 全磷酐 將肥料溶解於鹽酸中，並將氧化鐵與礬土保持溶

解，石灰由檸檬酸銨保持溶解。使其中所含之磷分沉澱為磷酸銨鎂，再煨燒以使變為焦性磷酸鎂，而秤量之。設石灰量過多，則可預先以草酸銨消除之。

或將肥料以硝酸溶解，加硝酸銨，用鉬酸銨以使之沉澱為磷鉬酸銨。以氫氧化鈉將沉澱溶解，並以規定硝酸或鹽酸以滴定之。

(2) 水溶磷酞 以蒸餾水處理物質，避免接觸時間之過長，過濾，在濾液中使磷酞沉澱。其定量手續與前同。

(3) 檸檬酸銨溶磷酞 以鹼性檸檬酸銨於冷時處理物質，使其接觸延長至 12 小時，並在溶液中使磷酞沉澱為磷酸銨鎂。

### (三) 水溶鉀鹽

(1) 過氯酸鉀定量法 使肥料中之鉀變為過氯酸鉀，以酒精洗滌，候乾燥後，秤量之。

(2) 鉍氯化鉀定量法 使鉀鹽變為鉍氯化鉀，以酒精洗滌，並使之乾燥後，秤量之。

(3) 亞硝酸鈷鉀鈉定量法 將鉀鹽沉澱為亞硝酸鈷鉀鈉，或洗滌乾燥，直接秤量沉澱，或將亞硝酸鈷鉀鈉沉澱洗滌後，再加硫酸，直接由高錳酸鉀滴定。

## 第六章 肥料之分類

### (一) 鉀肥料

(1) 氯化鉀 (2) 硫酸鉀 (3) 鉀鹽 (4) 粗鉀鹽

(二) 氮鉀肥料 硝酸鉀

(三) 磷鉀肥料 草木灰

## (四)磷肥料

- (1)天然磷酸鈣 (2)鐵渣磷酸 (3)去膠骨灰 (4)過磷酸鈣 (5)沉澱磷酸鈣

## (五)氮磷肥料

- (1)海鳥糞 (2)骨粉 (3)糖廠獸炭

## (六)氮肥料

- (1)硝酸鈉 (2)硫酸銨 (3)血粉與肉粉 (4)蹄角粉 (5)羽毛等殘物

## (七)氮磷鉀肥料

- (1)廐肥 (2)糞尿 (3)糞粉 (4)垃圾 (5)油餅 (6)糞湯 (7)污水

## (八)石灰質肥料

- (1)石灰 (2)石灰石與泥灰石 (3)蚌殼灰 (4)石膏

## 第二篇 肥料之定性分析

### 第一章 氮素之檢驗

(一) 氮態氮素 秤肥料 2—3 克，溶於 8—10 c.c. 蒸餾水中，振盪。傾注液體於濾紙上，收集濾液於一試管中，加入固體氫氧化鈉或氫氧化鉀一小塊，加熱則有氨發生，可由其特臭知之。以玻棒蘸鹽酸與試管口接近，即發生白烟。紅色潮濕石蕊試紙變為藍色（不宜與試管之邊緣接觸）。

(二) 硝酸態氮素 將上試驗中濾紙上所餘肥料，以少量熱水洗滌。在濾液中以次之方法，檢驗硝酸態氮素。

(1) 傾注濾液 2 c.c. 於試管中。加入銅屑數片與濃硫酸 2 c.c.，緩緩熱之，設有棕色氣體發生，即有硝酸態氮素存在之證，但應依試管長度方向注視。

(2) 以試管取濾液 2—3 滴，加濃硫酸 2 c.c. 於水中冷卻。在另一試管中，加入研碎硫酸亞鐵少許，加蒸餾水溶解，振盪。將此溶液緩緩注入第一試管中，並使試管在 45 度之傾斜度，不使二種溶液混合。復使冷卻，設肥料中含有硝酸態氮素，換言之，即設含有硝酸鹽，則在兩液接觸處，有一棕色環；倘含量甚微，則在兩液接觸處，僅見紅色。

---

\* 肥料中之銨鹽溶於冷水；硝酸鹽多僅溶於熱水。

(三)有機態氮素 將肥料先以冷水處理，以去氨態氮素；繼以熱水處理，以去硝酸態氮素，其餘在 $100^{\circ}\text{C}$ .下乾燥後，加入2—3倍其體積之粉狀鈉石灰。將全量導入於一試管中，以加熱。設肥料中含有有機態氮素，則有氨發生。以於有鈉石灰存在時，有機態氮素於低溫度下，即可變為氨態氮素之故。氨之存在，仍可由前述方法認知之。

## 第二章 磷之檢驗

(一)水溶磷酐 取肥料0.1—0.2克，用水2—3 c.c. 處理，振盪後，傾於小濾紙上，收集濾液於一試管中。加入硝酸約2 c.c.，硝酸鉍約2 c.c.，與鉍酸鉍試藥5—6 c.c.。

(二)檸檬酸鉍溶磷酐 為檢驗檸檬酸鉍溶磷酐，宜先用水在小濾紙上洗滌，以消除其中之水溶性酸類，然後將殘留物由檸檬酸鉍4—5 c.c.在研鉢中處理，研磨數分鐘，浸漬約15分鐘，傾於小濾紙上，並收集此濾液4—5滴，於其中加入硝酸約2 c.c.，硝酸鉍約2 c.c.與鉍酸鉍4—5 c.c.。

(三)不溶於水與檸檬酸鉍之磷酐 為檢驗不溶於水與檸檬酸鉍之磷酐，可利用由前兩試驗所得之固體殘留物。先以水洗滌，次以硝酸2—3 c.c.加水少許，在一試管中處理，煮沸2—3分鐘，以使之沉積，並以細玻管取澄清液一部，加硝酸約2 c.c.與鉍酸鉍5—6 c.c.。

在以上三種情形下，設有可鑑定量之磷酐，則片時後，可得黃色沉澱。如加熱至 $65^{\circ}\text{C}$ .左右，則更可使沉澱顯現較速。

## 第三章 鉀之檢驗

將肥料 2—3 克於坩堝中煅燒，以去能與鉀生同一反應之銨鹽。冷卻後，以蒸餾水 4—5 c.c. 處理殘留物，過濾後，可藉下列試藥以檢驗濾液中是否有鉀存在：

(一)於一試管中注入濾液 2—3 滴，加入鹽酸 11 滴與酒精 8—10 滴，然後加入過氯酸 1 滴，設肥料中含有鉀，則生成幾不溶解之白色過氯酸鉀沉澱。

(二)取液體數滴，加氯化鉍液 2—3 滴，設肥料中含有鉀，則得鉍氯化鉀黃色結晶沉澱。加酒精數滴，則沉澱加多。

(三)液體少量，加亞硝酸鉍鈉試藥少許，設肥料中含有鉀，則得亞硝酸鉍鉀鈉黃色沉澱。

(四)濾液 2—3 滴，加 10% 硫代硫酸鈉液 2—3 滴，鹼式硝酸鉍  $[\text{BiOH}(\text{NO}_3)_2]$  之鹽酸溶液 \*\* 3—4 滴，然後並加酒精 15—20 滴，振盪之，如肥料中含有鉀，則生成美麗黃色硫代硫酸鉀鉍複鹽 (Carnot 氏法，頗為靈敏)。

\* 鉍<sup>III</sup>太昂，現在農業化學實驗室中之定性定量分析操作，幾無復用之者。

\*\* 將鹼式硝酸鉍 100 克於熱時溶於必需量之鹽酸中，並以酒精(92°)將其體積稀至 1 升。



## 第三篇 肥料之定量分析

### 第一章 普通分析法

#### 第一節 氮素之定量

##### 第一項 氨態氮素之定量

###### (一) 硫酸規定液之配製

###### A. 試藥:

(1) 純硫酸

(2) 純鹽酸

(3) 氯化鋇液 (以氯化鋇 10 克溶於少量蒸餾水內, 再補足至 100 c.c.)。

###### B. 手續:

(1) 在 1500 c.c. 瓶中, 注入蒸餾水 1000 c.c.。

(2) 徐徐加入硫酸 60 克。

(3) 攪拌混合使之冷卻。

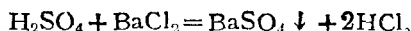
(4) 取燒杯二個, 各注入硫酸溶液 20 c.c.。

(5) 於每杯中各加入鹽酸 10 滴。

(6) 煮沸。

(7) 注加氯化鋇溶液, 至最後加入不復有沉澱發生時為止。但

亦不宜加入過量：



(8) 將進行沉澱操作所作之燒杯覆蓋，在乾燥箱中，放置 6 小時。

(9) 以無摺無灰濾紙過濾。

(10) 以蒸餾水洗滌濾紙上沉澱，至洗液中加硫酸一滴，不復呈混濁時為止。

(11) 將濾紙置於  $100^\circ\text{C}$ . 之乾燥箱中，以使之乾燥。

(12) 在預稱小磁坩堝中，燃燒分離沉澱之濾紙。

(13) 冷卻。

(14) 於每個磁皿中，加硝酸 4 滴與硫酸 1 滴。

(15) 徐徐加熱，使酸類蒸發。

(16) 將沉澱加入。

(17) 於低溫下煅燒。

(18) 於乾燥器中冷卻後，稱之。

C. 計算：設二試驗所得之硫酸鋇 ( $\text{BaSO}_4$ ) 重量不等，將二者之和以 2 除之，得一平均數  $p$ ，則

$$\frac{p \times 0.42^* \times 1000}{20} = 1000 \text{ c.c. 中純硫酸之含量。}$$

D. 稀釋：設欲配製 1N. 之硫酸規定液，理論上每升應含硫酸 49 克，則  $p$  克硫酸應含在  $\frac{p}{49} \times 1000$  c.c. 之溶液，設假定其為 1077 c.c.

---

\*  $\frac{\text{H}_2\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4} = \frac{98}{233.4} = 0.42$

此即謂 1000 c.c. 之溶液太濃，應加入蒸餾水 77 c.c.，並如此得 1077 c.c. 之溶液，恰為 1N.，即 1000 c.c. 恰含硫酸 49 克是也。其詳細手續如次：

(1) 先將一升量瓶與 1½ 升之緊口瓶乾燥。

(2) 以太濃液體將量瓶裝至 1000 c.c. 之劃線。

(3) 將液體移注於緊口瓶中。

(4) 靜待數刻，使瓶壁附着之液體聚集為一大滴，亦移入於瓶中。

(5) 用 50 c.c. 量瓶與滴定管量蒸餾水 77 c.c.，加入於酸中，並振盪以使液體均勻。

(二) 氫氧化鈉規定液之配製

A. 藥：

(1) 硫酸規定液。

(2) 甲基橙(methyl orange) (用 0.1 克甲基橙溶於 100c.c. 蒸餾水中)。

B. 手續：為配製氫氧化鈉規定液，宜知實驗室內氫氧化鈉之大概純度(例如為 98%)。

(1) 秤較  $\frac{40}{98} \times 100 = 40.8$  克稍多，例如 45 克氫氧化鈉。

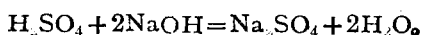
(2) 溶於 1 升蒸餾水中。

(3) 將此溶液置於瓶中。

(4) 以膠皮塞閉塞。

C. 滴定：\*

- (1) 取燒杯數個各盛 NaOH 液 10 c.c.
- (2) 於溶液中各加入甲基橙 1—2 滴。
- (3) 以滴定管先後滴加 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 至變紅色：



D. 計算： 設中和 NaOH 10 c.c., 共用去 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12.7 c.c.

既然 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 與 1N. NaOH 互相中和時之體積應相當，設 NaOH 恰為規定液，則中和 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12.7 c.c., 必非 10 c.c. 而為 12.7 c.c.。因此於 10 c.c. 太濃之 NaOH 液中，宜加入蒸餾水 12.7—10=2.7 c.c.。即於 1000 c.c. NaOH 液中，宜加入 270 c.c.。如此恰得規定液 NaOH 1270 c.c.。

### (三) 氮態氮素之定量

#### A. 試藥：

- (1) 硫酸規定液。
- (2) 氫氧化鈉規定液。
- (3) 氫氧化鈉液(約 35%)。
- (4) 甲基紅 (methyl rouge) 液 (將 0.5—0.6 克甲基紅溶於 1000 c.c. 沸水中)。

(5) Nessler 氏試藥 碘化鉀 5 克 溶於 5 c.c. 蒸餾水中，於此溶液中，緩緩注入氯化汞溶液，至溶成之紅色沉澱不復溶解為止(約需氯化汞 2.5 克)；過濾並將此濾液與將 15 克氫氧化鉀溶於 30 c.c. 之水溶液混合，稀釋至 100 c.c.，加氯化汞液 1—2 滴，使生成之沉

\* 為適合於指示劑之理論，宜將 NaOH 液滴加於 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中。但此處數種滴定以同一之方法行之，故此種注意不關重要。

澱。沉下後傾瀉上部清液於一有色玻璃瓶中密閉而貯藏之。

(6) 浮石(pierre ponce)。

B. 儀器:

(1) 歐班氏裝置(appareil de Audin)。 (2) 滴定管。

C. 手續:

(a) 準備:

(1) 使冷凝器之高度與蒸餾瓶相合。

(2) 使水流通。

(3) 在小圓底瓶或燒杯中, 注入 1N.  $H_2SO_4$  10 c.c.。

(4) 加入甲基紅液數滴。

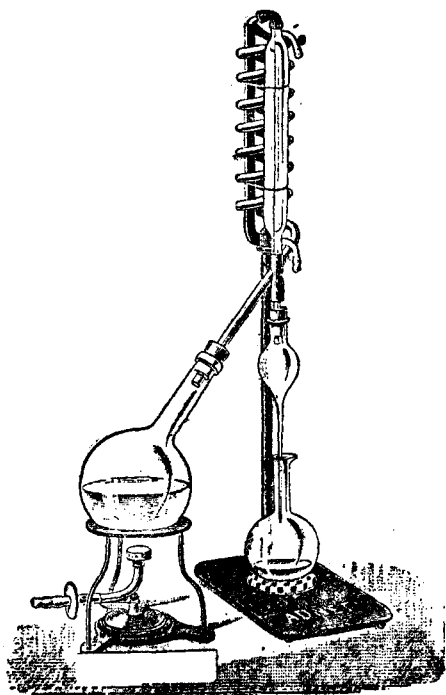
(5) 將具保險球細尖玻璃管引入於 1N.  $H_2SO_4$  液 2—3 毫米。

(b) 溶解:

(1) 稱定量物質(例如硫酸銨) 5 克。

(2) 在 100 c.c. 之量瓶中溶解。

(3) 取溶液 10 c.c. (相當於樣品 0.500 克)。



(圖 1)

(4) 導入於歐班氏裝置之蒸餾瓶中(圖 1)。

(5) 加入蒸餾水約 200 c.c.

(c) 蒸餾:

(1) 加入浮石一羹匙, 指示劑數滴。

(2) 緩緩注入氫氧化鈉液至液呈鹼性。

(3) 即刻與冷凝器相連。

(4) 加熱。

(5) 收集蒸餾液 70—80 c.c.

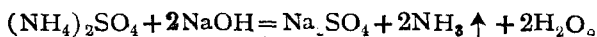
(6) 設蒸餾時硫酸液變為黃色, 復加入 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 c.c., 並於計算時加入之。

(7) 迨氨揮發完全時, 將具保險球玻管自冷凝器取下, 並使尖端仍留瓶中或燒杯中。<sup>\*\*</sup>

(8) 止火。

(9) 以蒸餾水數 c.c. 沖洗具保險球玻管之內外部。

(d) 反應: 蒸餾時, 瓶中所起之反應為:



(e) 滴定與計算:

(1) 以滴定管滴加 1N. NaOH 液, 滴定瓶中過量之 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (未

\* 將瓶斜持, 緩緩加入氫氧化鈉液, 至指示劑變色, 不可與瓶內溶液混合, 應分為兩層, 即刻與冷凝器相連。在未與冷凝器連接之先, 切勿振盪瓶內液體, 致使氨遺失。

\*\* 為檢驗蒸餾液中是否仍有氨之痕跡, 可以試管取蒸餾液少許, 加 Nessler 氏試藥一滴, 如液體不復變黃色, 即瓶中氨已完全揮發之證。

由  $\text{NH}_3$  中和者), 至呈淺黃色止。設為  $V'$  c.c.

(2) 設收集  $\text{NH}_3$  所用  $1N. \text{H}_2\text{SO}_4$  為  $V$  c.c.

$V - V' =$  被  $\text{NH}_3$  所中和之體積。

(3) 試驗時所取之溶液既相當於樣品 0.500 克, 則肥料中氮態

氮素之百分含量為:  $\frac{(V - V') \cdot 0.0014 \times 100}{0.500 \text{ (樣品重)}} \text{ 克。}$

### 第二項 硝酸態氮素之定量 (Schlossing 氏法)

#### A. 試藥:

(1) 氯化亞鐵液 鐵釘(或鐵末) 200 克, 鹽酸足量, 使之溶解。溶解後, 過濾。洗滌濾紙, 並將如此所得之液體, 用蒸餾水稀釋至 1000 c.c.

(2) 硝酸鉀標準液\* 乾燥純潔硝酸鉀 80 克, 加蒸餾水使成 1000 c.c.

(3) 硝酸鈉標準液 乾燥純潔硝酸鈉 66 克, 加蒸餾水使成 1000 c.c.

(4) 純鹽酸

#### B. 定量樣品之調製:

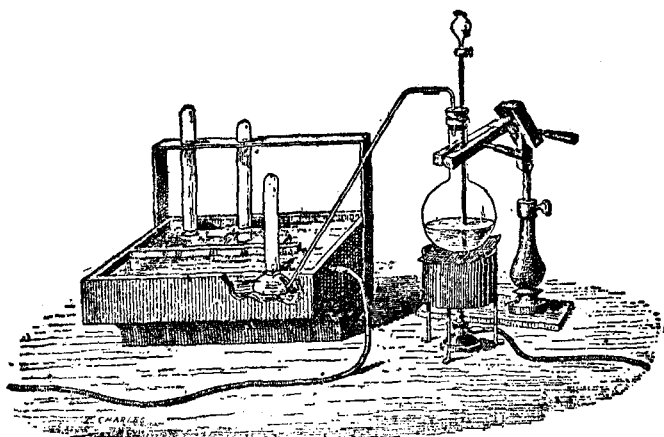
(1) 秤取硝酸鉀 80 克, 加蒸餾水至 1000 c.c., 振盪。

(2) 秤取硝酸鈉 66 克, 加蒸餾水至 1000 c.c., 振盪。

#### C. 儀器(圖 2):

(1) 200 c.c. 燒瓶, 具雙孔膠皮塞, 其一孔裝毛細玻璃管, 上端附有具活塞或簧夾漏斗。

\* 為作定量樣品中所含硝酸氮素之比較試驗。



(圖2)

(2) 100 c.c. 劃度集氣筒兩個(設可能時用同一之口徑)。

(3) 茶盤。

D.注意: 定量時加入稀鹽酸( $\frac{1}{2}$ ), 保持瓶中液體與原來之體積相等。瓶中溶液之反應為



E.手續:

(a)裝置:

(1) 於燒瓶中導入氯化亞鐵液 40 c.c.

(2) 由漏斗注入純鹽酸 40 c.c., 在液體大部流入, 漏斗內尚留有少許液體時, 即將漏斗之活塞關閉。

(3) 將瓶加熱, 保持沸騰, 使空氣完全排出。

(4) 將盛溫水之劃度集氣筒置於放氣管上。



## (b) NO 之產生:

- (1) 在漏斗上注入硝酸鉀或硝酸鈉標準液 5 c.c.
- (2) 緩緩開放活塞, 加強火力, 阻止吸收, 使液體緩緩流入, 當尙留少許液體於漏斗時, 即關閉之。
- (3) 以鹽酸 5 c.c. 洗滌漏斗三次, 每次洗滌後, 同樣小心導入於燒瓶中。
- (4) 將沸騰液熱至無氣體放出時爲止。
- (5) 取去劃度筒, 使繼續沸騰, 並用支架將劃度筒保持於水中。
- (6) 置第二劃度筒於放氣管端。
- (7) 同樣小心導入製備之定量硝酸鹽溶液 5 c.c.
- (8) 用鹽酸 5 c.c. 洗滌三次, 絕對不使空氣進入。
- (9) 當氣體停止放出時, 取去劃度筒。
- (10) 開瓶, 止火。

## (c) 讀數:

- (1) 以滿盛水茶盤, 將兩劃度筒移於含水之深水槽中。
- (2) 使劃度筒與周圍之水處於同溫度(約 5 分鐘)。
- (3) 以木夾將每個劃度筒夾持, 使筒內之水面與水槽中之水面在一平面上, 讀取氣體之體積。

(d) 計算: 設  $V$  爲定量樣品所得氣體之體積,

則  $V'$  爲標準液所得氣體之體積,

$$\frac{V \times 100}{V'} = \text{定量樣品中之 100 分純硝酸鹽成分。}$$

在此二種情形下, 則得:

$$\text{硝酸鉀: } \frac{V \times 13.86}{V'} = N\%; \quad \text{硝酸鈉: } \frac{V \times 16.47}{V'} = N\%*$$

$N$  為定量硝酸鹽中氮素之 100 分含量。

硝酸態氮素定量又法 (Devorda 氏法)

A. 試藥:

(1) 氫氧化鈉液 (2) 酒精 (3) Devorda 氏合金 (Cu 0.50, Al 0.45, Zn 0.50) (4) 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (5) 1N. NaOH (6) 浮石

B. 儀器:

(1) 歐班氏裝置 (2) 滴定管

C. 手續:

(1) 稱樣品 0.5 克, 以 25 c.c. 蒸餾水溶解。

(2) 導入於歐班氏裝置之蒸餾瓶中。

(3) 於瓶中加入酒精 5 c.c., 氫氧化鈉液 25 c.c. 與 Devorda 氏合金粉末 2—2.5 克。

(4) 加入浮石一羹匙。

(5) 使之接觸約 2 小時。

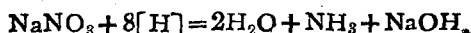
(6) 2 小時後, 一次加入蒸餾水約 60 c.c.

(7) 即與冷凝器相連, 以極緩方法蒸餾之。

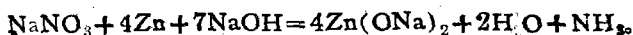
(8) 收集揮發之氮於若干 c.c. 之 1N. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中。

D. 反應: 此法係藉活性氮, 以使硝酸鹽還原為氮。故原則上為:

$$* \frac{N}{\text{KNO}_3} = \frac{17}{101} = 0.1386; \quad \frac{N}{\text{NaNO}_3} = \frac{14}{85} = 0.1647.$$



蒸餾時，瓶中含有物之反應為：



E. 滴定與計算：設吸收氮所用者為  $1\text{N. H}_2\text{SO}_4$   $n$  c.c.；滴定過量之  $\text{H}_2\text{SO}_4$  用去  $1\text{N. NaOH}$   $n$  c.c.。所取樣品為  $0.500$  克，則

$$\frac{(N-n)0.014 \times 100}{0.500(\text{樣品重})} = \text{肥料中氮素之 } 100 \text{ 分含量.}$$

F. 注意：

(1) 設在蒸餾以前，Devorda 氏合金與硝酸鹽液接觸之時間不足，則還原作用不得完全。

(2) 設欲證明 Deverda 氏合金是否純潔宜作空白試驗。

### 第三項 有機態氮素之定量

(一) 在豐富有機肥料中之定量 採用 Kjeldahl 氏法。係根據有機質於有接觸劑存在時，由濃硫酸破壞以變為氨。所有氮素均變成硫酸銨。冷卻後，加水稀釋 再加氫氧化鈉蒸餾。用  $1\text{N. H}_2\text{SO}_4$  以收集氨，然後以  $1\text{N. NaOH}$  滴定其過量之  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，與定氫態氮素的量時之情形同。

A. 試藥：

(1)  $1\text{N. H}_2\text{SO}_4$  (2)  $1\text{N. NaOH}$  (3) 純  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (4) 不含碳酸鈉之氫氧化鈉液(約 35%) (5) 無水硫酸銅 (6) 硫酸鉀 (7) 浮石

B. 儀器：

(1) 歐班氏裝置 (2) Kjeldahl 燒瓶

## C.手續:

## (a)侵蝕:

- (1)秤樣品 1 克。
- (2)導入於 Kjeldahl 燒瓶中。
- (3)加入無水硫酸銅約 2 克,硫酸鉀約 10 克,純硫酸約 20 c.c.
- (4)置於通風廚中之砂盤上,緩緩加熱(有泡沫者,宜注意管理之)。
- (5)保持微弱沸騰,至所有之碳素消失(應得淺綠或無色液)。
- (6)更繼續加熱半小時(於 Kjeldahl 燒瓶上放一小號漏斗,避免硫酸之蒸發)。

## (b)蒸餾:

- (1)所用儀器與氨態氮素定量所用者同。
- (2)於已冷卻之 Kjeldahl 燒瓶中,先注入蒸餾水少許(約 50 c.c.),避免硫酸之大量增溫;然後加多量之水(全量約 20, c.c.),洗滌 Kjeldahl 燒瓶之水亦注入蒸餾瓶中。
- (3)加入浮石一羹匙,及足量之氫氧化鈉液使剛呈鹼性後,再加入 5—10 c.c.。
- (4)即刻與冷凝器相連,加熱蒸餾,並收集其所發生之氨於定

---

\* 無水硫酸銅為最常用之氧化劑。有機質於其存在下,能被濃沸硫酸破壞,以變為氨。

硫酸鉀能使硫酸之沸點增高,例如:

$\text{H}_2\text{SO}_4$  之沸點 =  $17^\circ\text{C}.$ ,

10 c.c.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 5 克  $\text{K}_2\text{SO}_4$  之沸點 =  $325-341^\circ\text{C}.$

體積 1N.  $H_2SO_4$  中。

(c) 滴定與計算 與氮態氮素之情形同。

(二) 在瘠薄有機肥料中之定量 進行此定量手續，所需之儀器試藥與在豐富有機肥料中之定量同，但接受蒸餾液體所用者為

$\frac{N}{10} H_2SO_4$ ，而滴定時用  $\frac{N}{10} NaOH$ 。

(三) 在貧雜肥料中之定量

I. Kjeldahl 氏法

A. 試藥：

(1) 氯化亞鐵液 (2) 純鹽酸 (3) 其他與(一)項所需者同。

B. 手續：

(i) 肥料中無硝酸鹽存在：依 Kjeldahl 氏法，直接侵蝕，得有機態氮素與氮態氮素。

(ii) 有硝酸鹽存在：

(a) 硝酸鹽之消除：

(1) 稱樣品 1 克，導入於 Kjeldahl 燒瓶中，加氯化亞鐵液 2—5 c.c. 與鹽酸 5 c.c.。

(2) 以小火煮沸，時時振盪，至棕色硝酸氣體完全消失為止。

(b) 侵蝕：

(1) 硫酸 20 c.c.。

(2) 無水硫酸銅 2 克。

(3) 硫酸鉀 10 克。

C. 計算：由上法所得者為有機態氮素與氮態氮素之總量。

方另作氨態氮素之定量，\* 並自總量中減除之，即得有機態氮素。

## II. Will 與 Warren'rapp 氏法或鈉石灰法

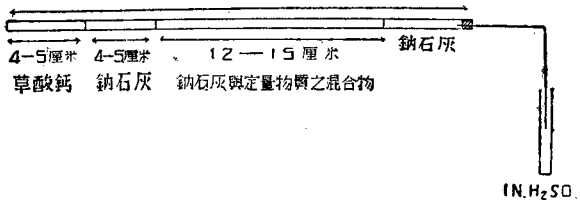
此法根據鈉石灰與有機質煨燒，能將有機質變為氨。而收集其氨於定體積之規定酸液中。

### A. 試藥：

(1) 鈉石灰 (chaux sodée) 將粉狀熟石灰 600 克，與氫氧化鈉 250 克溶於 250 c.c. 水之溶液混合。揉成稠糊，於低溫下加熱，在未完全冷卻之先，將物質擊碎，將所得大塊裝於一瓶中，而將小塊裝於另一瓶中以保存之。

(2) 草酸鈣 (3) 1N.  $H_2SO_4$  (4) 1N.  $NaOH$  (5) 甲基紅液

### B. 儀器 (圖 3)



(圖 3)

(1) 用鐵管或內徑 12—15 毫米，長 30—40 厘米，一端封閉之玻璃，他端由木塞閉塞。塞外用鉛包圍，捲成螺旋，塞緊並以銅絲纏繞。

(2) 於一組噴燈上加熱。

### C. 裝管：

由管底起，裝入：

\* 置換氨時，所用者為煨燒氧化鎂而不用氫氧化鈉。

- (1) 草酸鈣 4—5 厘米。
- (2) 粒狀鈉石灰 4—5 厘米。
- (3) 定量物質 12—15 厘米(肥料 1 克)。

預先與 3 倍其重之鈉石灰粉末混合。

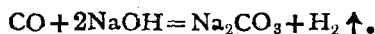
- (4) 粒狀鈉石灰 5 厘米, 至管口尚餘 5 厘米,
- (5) 以穿有彎曲玻管之木塞, 將玻管閉塞, 將彎曲玻管之下端插入規定酸液中。

#### D. 加熱:

- (1) 將玻管於噴燈上加熱, 依法不使木塞受熱。
- (2) 起初將放置近管口之粒狀鈉石灰加熱。
- (3) 管之一部已加熱至暗紅色時, 即將此部保持於此溫度下。
- (4) 熱至所欲定量之物質之部分時, 須使氣體發生不至過速(一秒或二秒鐘放出一氣泡)。
- (5) 繼續向近封閉管端處加熱, 依法使氣體均勻發生, 但不加熱於草酸鈣。

#### E. 逐氮:

- (1) 用氫以驅逐氮而不用  $\text{CO}_2$ 。
- (2) 加熱於草酸鈣以發生氫。



#### F. 滴定與計算:

- (1) 與定氮態氮素時同。
- (2) 此法得氮態氮素與有機態氮素之總和。

## (四)三種氮素同時定量(Joldbauer 氏法)

## A.試藥:

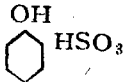
(1)含酚硫酸(acide phenylsulfurique) 將酚(phénol) 20克溶於一升硫酸中。

(2)鋅粉 (3)其餘與(一)項所用者同。

B.儀器: 與(一)項所用者同。

## C.手續:

(1)濃硫酸與酚作用,得隣酚硫酸(acide orthophenolsulfonique):



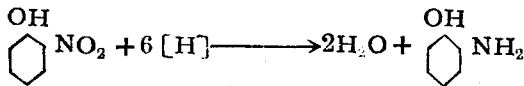
(2)稱樣品1克,導入於Kjeldahl 燒瓶中,注入含酚硫酸50 c.c..

(3)使接觸3—4分鐘:



(4)漸漸加入鋅粉2—3克,冷卻。

(5)使接觸約2小時,則所有HNO<sub>3</sub>即變為R·NH<sub>2</sub>化合物:



(6)加入硫酸銅2克,硫酸鉀10克,作Kjeldahl 氏法之侵蝕。

(7)蒸餾並滴定由原有態氮素,還原硝酸態氮素與侵蝕之有機態氮素而來之氨。

## 第二節 磷之定量



## 第一項 磷在天然磷酸鹽中之定量

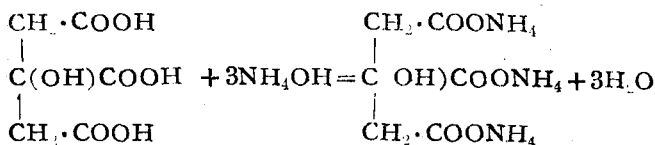
天然磷酸鹽多為 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ，僅溶於強酸類。

## A. 試藥：

(1) 純鹽酸

(2) 檸檬酸銨 (citrate d'ammonium)  $[(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7]$  液

將檸檬酸 400 克溶於氫氧化銨，並補足至 1000 c.c.：



(3) 鎂合劑 (liqueur magnésienne) 氯化鎂 150 克，氯化銨 150 克，加蒸餾水補足至 1000 c.c.，

(4) 稀氫氧化銨 氫氧化銨 30 c.c.，蒸餾水 60 c.c.，

## B. 儀器：

(1) 圓底燒瓶 (2) 量瓶

## C. 手續：

(a) 全磷酞之溶解

(1) 秤磷酸鹽 2 克。

(2) 導入於約 200 c.c. 圓底燒瓶中。

(3) 加入普通鹽酸 15 c.c.

(4) 煮沸 5 分鐘，但避免乾燥。

(5) 復加入鹽酸 2—3 c.c.

(6) 加水稀釋。

(7) 移注於 200 c.c. 量瓶中。

(8) 以洗燒瓶之水能足至 200 c.c.

(9) 使液體均勻。

(10) 於 100 c.c. 量瓶上過濾 (相當於物質 1 克)。

(b) 沉澱:

(1) 將此濾液 100 c.c. 注入 300 c.c. 沉澱用燒杯中 (洗滌量瓶) 加入:

檸檬酸銨	40 c.c.
氫氧化銨	50 c.c.
鎂合劑	0 c.c.

(2) 以澱帚用力振盪, 不使接觸杯壁。

(3) 以濕紙將燒杯覆蓋, 阻止氫氧化銨之蒸發。

(4) 至少靜置 12 小時。

(c) 翌日將磷酸銨鎂 (phosphate ammoniaco-magnésien) ( $\text{Mg NH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 沉澱收集在無灰小濾紙上。以澱帚將附着於燒杯上之沉澱取下。

(1) 置懸浮沉澱於濾紙, 並用約 50 c.c. 稀氫氧化銨, 將燒杯充分洗滌。

(2) 於乾燥箱中, 使濾紙 (仍在漏斗中) 乾燥。

(3) 將濾紙自身重摺, 置預秤磁坩堝中。

(4) 於噴燈上煨燒。先以低溫使濾紙碳化, 再加高溫至所有碳素完全消失, 即得白色或灰色焦性磷酸鎂 (pyrophosphate de magnésium) ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ):



(5) 冷卻。

(6) 稱量。

D. 計算：設磁坩堝所增加之重量為  $p$ ，即焦性磷酸鎂重。則：

$$p \times 63.9763 = 100 \text{ 克磷酸鹽中所含之磷酐}(P_2O_5) \text{ 量。}^*$$

第二項 磷在磷酸鹽中由鉬酸鉍之定量\*\*

A. 試藥：

(1) 含硝酸鉬酸鉍液 將鉬酸( $H_2MoO_4$ ) 100 克溶於 400 克氫氧化鉍(比重 0.95)中(生成鉬酸鉍(molybdate d'ammonium)( $NH_4$ )<sub>6</sub> $Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ )，過濾，將濾液滴加於 1500 克之硝酸(比重 1.2)中，時常振盪，將此混合物於熱處放置數日，則生成沉澱。應用時，將澄清液體傾瀉。

(2) 純硝酸

(3) 硝酸鉍

(4)  $\frac{N}{10}$  NaOH

(5)  $\frac{N}{10}$  HNO<sub>3</sub> 或  $\frac{N}{10}$  HCl

(6) 酚酞指示劑 酚酞 2 克溶於 100 c.c. 酒精(95°)中。

B. 儀器：

(1) 磁坩堝 (2) 重溫鍋

$$\frac{\text{磷酐}(P_2O_5)}{\text{焦性磷酸鎂}(Mg_2P_2O_7)} = \frac{442}{222.8} = 0.639763$$

\*\* 普通由鉬酸鎂之沉澱作用，可利用於磷肥料之定量。並能消除一切在普通方法妨害定量之物質。

## C.手續:

## (a)全磷酐之溶解

(1) 秤樣品 5 克。

(2) 於磁坩堝中煅燒至有機質完全被破壞。\*

(3) 在圓底瓶中，由水 20 c.c. 與硝酸 20 c.c. 侵蝕。

(4) 煮沸 15 分鐘。

(5) 冷卻後，補至全體積 100 c.c.。

## (b)沉澱:

(1) 磷酸鹽豐富存在時，則取此溶液 10 c.c. (相當於樣品 0.500 克)。

如肥料含  $P_2O_5$  中等 (10—20%) 則取此液體 20 c.c. (相當於樣品 1 克)。肥料含  $P_2O_5$  在 10% 以下 則取此液體 40 c.c. 相當於樣品 2 克)。

(2) 加入硝酸 10 c.c. 硝酸銨結晶 6—7 克，或 34% 硝酸銨 30 c.c.，

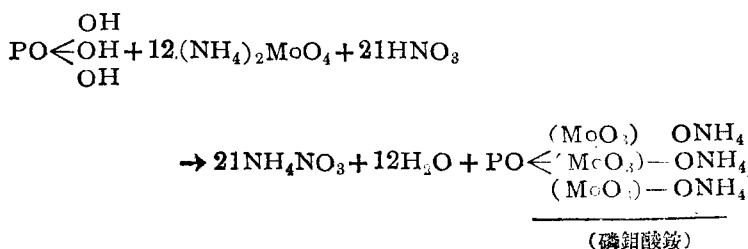
(3) 將液體置於容量至少為 300 c.c. 之燒杯中 加熱約  $65^\circ C.$ ，(4) 液體每含磷酐 0.100 克 (假定)，於其中加入熱鉬酸銨液  $[(NH_4)_2MoO_4]$  50 c.c.，(5) 將混合液置重溫鍋上，在約  $65^\circ C.$  之溫度，熱 1 小時。

(6) 取少量澄清液體，加入新量鉬酸銨 視其是否有沉澱生成。

\* 煅燒宜在低溫，倘仍慮有磷素損失，則可依以後第六項加熱石灰之乾燥煅燒手續處理。

(7) 設有沉澱，宜更加鉬酸銨液 50 c.c.，復加熱半小時。

(8) 靜置 2—4 小時，則  $P_2O_5$  沉澱為磷鉬酸銨 (phosphomolybdate d'ammonium)  $[(NH_4)_3PO_4 \cdot 12 MoO_3]$ ：



(c) 過濾：

- (1) 以濾紙或 Gooch 濾坩過濾。
- (2) 先以鉬酸銨少許洗滌。
- (3) 次以含硝酸 2% 之水洗滌。
- (4) 最後以蒸餾水洗至酸性消失。

(d) 滴定：

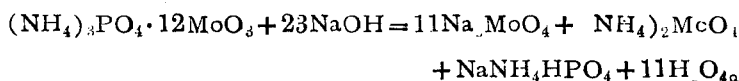
(1) 將無酸性含磷鉬酸銨沉澱之濾紙，移入作沉澱用之燒杯中。

(2) 加入蒸餾水 10—20 c.c. 與酚酞指示劑少許。

(3) 將濾紙以玻棒攪爛。

(4) 注加  $\frac{N}{10}$  氫氧化鈉至呈紫紅色，並加過量 2—5 c.c.。記出加

入之總量，其反應可由次式表示：



(5) 用力振盪。

(6) 以  $\frac{N}{10}$  硝酸或鹽酸滴定過量之氫氧化鈉。

(e) 計算：設於磷鉬酸鉍沉澱中，共加入  $\frac{N}{10}$  NaOH  $N$  c.c.;

滴定過量之  $\frac{N}{10}$  NaOH 共用去  $\frac{N}{10}$  HCl  $n$  c.c.; 則

$N-n$  為中和磷鉬酸鉍所用  $\frac{N}{10}$  NaOH 之 c.c. 數。

設所取溶液相當於肥料  $p$  克，則 100 克肥料中所含之磷素 (P) 量為：

$$\frac{(N-n) 13.478}{p} \text{ 毫克, *}$$

100 克肥料中所含之磷酐 (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 量為：

$$\frac{(N-n) 30.8695}{p} \text{ 毫克. **}$$

### 第三項 磷在鐵渣或 Thomas 氏磷肥中之定量

\* 依以上反應，23 分子 NaOH 或 920 克 NaOH，相當於磷素 31 克但 1N. NaOH 1000 c.c. 含 NaOH 40 克； $\frac{31 \times 40}{920} = 1.3478$  克，故 1N. NaOH 1000 c.c.

相當於磷素 1.3478 克，或  $\frac{N}{10}$  NaOH 1 c.c. 相當於磷素 0.13478 毫克。

\*\* 1 分 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 相當於 40 分 NaOH，

即 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 142 克相當於 NaOH 1840 克，

但 1N. NaOH 1000 c.c. 內含 NaOH 40 克，

$\frac{142 \times 40}{1840} = 3.08695$  克；故 1N. NaOH 1000 c.c. 相當於磷酐 0.308695 克，

或  $\frac{N}{10}$  NaOH 1 c.c. 相當於磷酐 (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 0.308695 毫克。

鐵渣(scories de déphosphoration) (Thomas 氏磷肥)中磷分之一部溶於 Wagner 氏試藥。

(一)全磷酞之定量 此處磷之定量與在天然磷酸鹽中同。但宜使鐵氧化,並使矽酸為不溶解性。

A.試藥:

(1)純鹽酸 (2)檸檬酸銨 (3)鎂合劑

B.儀器: 砂盤

C.手續:

(1)秤樣品 2 克。

(2)導入於約 250 c.c. 燒杯中。

(3)加入鹽酸 20 c.c. 與硝酸 5 c.c.。

(4)於砂盤上蒸乾。

(5)復加鹽酸 10 c.c. 於砂盤上約熱 15 分鐘。

(6)復加水約 20 c.c., 熱 15 分鐘

(7)將全量注入於 200 c.c. 之量瓶中。

(8)以約 25 c.c. 之水洗滌燒杯。

(9)以蒸餾水補足至 200 c.c. 振盪。

(10)其後手續與計算,參觀本章第二節第一項磷在天然磷酸鹽中之定量。

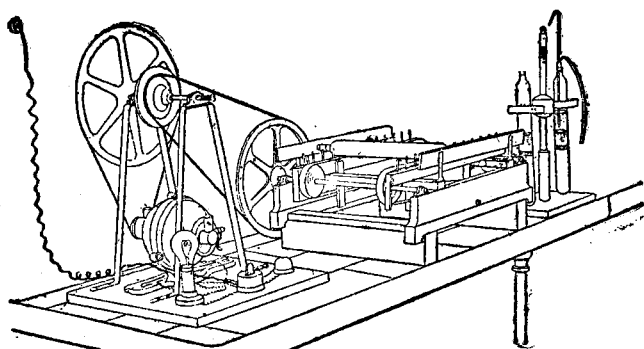
(二)檸檬酸溶磷分之定量

A.試藥:

(1)Wagner 氏試藥 2% 檸檬酸(acide citrique) [ $C_3H_4(OH)(COOH)_3 \cdot H_2O$ ] 水溶液。

## (2) 純鹽酸

B. 儀器: Schloesing 氏繼續振盪機(圖4)——為一四輪小車, 車上具兩皮帶圈, 在相同之方向運轉; 此兩皮帶沿固定於儀器之木板而行; 木板上安設直立金屬柱, 將車上特製玻管安設在每木板上之兩金屬柱間, 皮帶移動 玻管起初感受轉移移動, 但頃遇金屬柱, 而與玻管相關之移動, 變為迴轉移動。



(圖4)

此種儀器, 可以手或藉小發動機, 以使之轉動。

## C. 手續:

(1) 秤樣品 2 克。

(2) 導入於 Schloesing 氏繼續振盪機小車上所具長 30 厘米, 徑 3 厘米之特製玻管中。<sup>\*</sup>

(3) 恰加入 2% 檸檬酸液 200 c.c.。

(4) 振盪 20 分鐘。

\* 設無 Schloesing 氏繼續振盪機, 可改用普通玻璃瓶。



(5) 過濾並取濾液 100 c.c. = 樣品 1 克,\*

(6) 以下手續與本章第二節第一項, 磷在天然磷酸鹽中之定量手續同。

D. 計算: 設 100 分鐵渣中, 溶於 Wagner 氏試藥之磷分爲  $a$ ; 鐵渣中磷酐全量爲  $A$ ,

$$\frac{a}{A} \times 100 = \text{Wagner 氏試藥所溶磷酐之百分數。}$$

第四項 在過磷酸鈣 (superphosphate de chaux) 中可溶磷分之定量

過磷酸鈣含: (1)  $\text{Ca}(\text{PO}_4)_2$  與  $\text{FePO}_4$ ;

(2)  $\text{Ca}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_2$ , 溶於檸檬酸銨;

(3)  $\text{CaH}_4(\text{PO}_4)_2$ , 溶於水 檸檬酸銨;

(4)  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 溶於水、檸檬酸銨、酒精, 並含有可溶鎂鹽與硫酸。

故過磷酸鈣中所含磷分如下表:

	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	$\text{Ca}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_2$	$\text{CaH}_4(\text{PO}_4)_2$	$\text{H}_3\text{PO}_4$
	$\text{FePO}_4$			
溶解性	—	—	—	—
水	○	○	溶	溶

\* 此種濾液中, 時有甚多之膠質矽酸, 加入鎂合劑後, 所得磷酸銨銹沉澱中, 常混有矽酸, 可在普通情形煨燒, 秤量焦性磷酸鎂與矽酸混合物之重; 次在磁坩堝中, 以硝酸 10 c.c. 處理, 並蒸發乾燥。復以硝酸 10 c.c. 與蒸餾水 15—20 c.c., 於砂盤上浸漬半小時, 然後濾過。則不溶性矽酸即留於濾紙上, 煨燒, 秤量。將矽酸重自焦性磷酸鎂與矽酸混合物重中減除, 即得焦性磷酸鎂之實重。

檸檬酸鉍	○	溶	溶	溶
鹽 酸	溶	溶	溶	溶

## A. 試藥:

(1) 檸檬酸鉍液 (2) 鎂合劑 (3) 純氫氧化鉍

## B. 儀器: 玻璃研鉢

## C. 手續:

(a) 游離酸類與鎂之消除——水溶磷分之溶解。

(1) 秤過磷酸鈣 1.5 克。

(2) 導入於玻璃研鉢中(鉢嘴塗蠟少許)。

(3) 加入蒸餾水約 10 c.c., 浸漬, 不加研磨。

(4) 靜置 1 分鐘。

(5) 傾瀉在放置於 150 c.c. 量瓶上之小濾紙上。

(6) 將此手續迅速反復三次或四次。

(7) 將物質研細, 並使全部移於濾紙上(留作以下試驗)。

(8) 洗滌, 並使成 150 c.c. 之體積。

(9) 使液體均勻。

(10) 取 100 c.c. (相當於肥料 1 克) 置於 350 c.c. 之燒杯中。

(b) 檸檬酸鉍溶磷分之溶解。

(1) 將漏斗上濾紙取下, 並與其含有物導入於 150 c.c. 之量瓶中(瓶須預先洗滌, 並瀝乾)。

(2) 加入檸檬酸溶液 60 c.c.。

(3) 使之接觸 1 小時, 並時常用力振盪, 使濾紙破爛。\*

\* 法國公定法, 振盪後, 約接觸 12 小時。

- (4) 以蒸餾水將體積補足至 150 c.c.
- (5) 旋轉振盪，使之均勻。
- (6) 在大號有摺濾紙上過濾。
- (7) 取 100 c.c.，並加入於含前次 100 c.c. 之燒杯中。

## (c) 沉澱:

- (1) 於混合溶中加入:

鎂合劑 10 c.c., 振盪;

氫氧化銨 80 c.c., 振盪, 然後至少靜置 12 小時。

- (2) 以後繼續與本章第二節第一項磷在天然磷酸鹽中之定量同。

## (d) 注意:

- (1) 過磷酸鈣中全磷酐之定量與天然磷酸鹽同。

- (2) 並可用磷鉬酸銨法, 作容量定量與前同。

## 第五項 在沉澱磷酸鹽中可溶磷分之定量

沉澱磷酸鹽 ( phosphate précipité ) 中之磷分, 一部 [  $\text{Ca}_2\text{H}_2(\text{P}\text{O}_4)_2$  ] 溶於檸檬酸銨。

A. 試藥與儀器: 與本章本節第四項所用者同。

## B. 手續:

- (a) 檸檬酸銨溶磷分之溶解。

- (1) 秤樣品 0.750 克。

- (2) 導入於嘴上塗蠟少許之研鉢中。

- (3) 搗碎, 以檸檬酸銨數滴作成稠塊。

- (4) 取檸檬酸銨約 60 c.c., 使稠塊漸漸浸濕, 將其導入於 150

c.c. 之量瓶中，並洗滌研鉢。

(5) 振盪 1 小時。

(6) 使浸漬至翌日晨。

(7) 以蒸餾水補足至 150 c.c.

(8) 使之均勻。

(9) 於普通濾紙上過濾。

(10) 取 100 c.c. (相當於肥料 0.500 克)。

(b) 沉澱：

(1) 加入：

鎂合劑 10 c.c., 振盪；

氫氧化銨 80 c.c., 振盪，最少靜置 12 小時。

(2) 以後手續與本章本節第一項磷在天然磷酸鹽中之定量同。

#### 第六項 磷在複雜肥料中之定量

複雜肥料(engrais complexe)應由煨燒以破壞其有機質。但有時有酸性產品發生，能為有機質中之碳素所還原，而損失磷素(P)。故宜加入石灰或氧化鎂，以避免 $H_2PO_4$ 之生成。

A. 藥：

(1) 熟石灰 (2) 其餘與本章本節第一項同。

B. 儀器：

(1) 砂盤 (2) 噴燈

C. 手續：

(a) 可溶  $P_2O_5$  之定量：

(1) 處理肥料 2 克，其手續與對過磷酸鈣同。

將洗滌水補足至 100 c.c., 並取 50 c.c. (相當於肥料 1 克)。

(2) 由檸檬酸銨 40 c.c. 將濾紙上含之有機物處理於 100 c.c. 之量瓶中。振盪, 然後靜置 12 小時。

(3) 取 50 c.c. 與前次之 50 c.c. 相合, 並繼續操作與過磷酸鈣同,

(b) 全  $P_2O_5$  之定量

(1) 秤肥料 2 克。

(2) 混合約 0.2 克之熟石灰。

(3) 將混合物浸濕,

(4) 於砂盤上乾燥。

(5) 於噴燈上在低溫煅燒。

(6) 將煅燒品導入於 200 - 250 c.c. 之圓底瓶中。

(7) 全  $P_2O_5$  之定量, 有如在天然磷酸鹽之情形。

(c) 不溶  $P_2O_5$  由差異法得之。

### 第三節 鉀之定量(過氯酸鉀法)

#### 第一項 鉀在氯化鉀中之定量

氯化鉀中以氯離子 ( $Cl^-$ ) 居多, 此外尚有硫酸根離子 ( $SO_4^{--}$ ) 痕跡, 宜由  $Ba^{++}$  以消除  $SO_4^{--}$ , 並由  $NO_3^-$  以置換  $Cl^-$

A. 試藥:

(1) 氯化鉍液 純潔氯化鉍 23 克, 以蒸餾水補足至 100 c.c.。

(2) 純硝酸 (3) 過氯酸 (acide perchlorique)

(4) 由過氯酸鉀飽和之酒精 ( $95^\circ$ )。

B. 儀器: 砂盤

## C.手續:

(a)溶解——變為硝酸鹽

(1)秤氯化鉀 2.5克。

(2)導入於 100 c.c. 之量瓶中, 以約 60 c.c. 熱蒸餾水, 使之溶解。

(3)冷卻後, 加入鉍鹽溶液 2 滴。

(4)加蒸餾水補足至 100 c.c.。

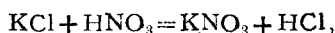
(5)取 20 c.c. (相當於樣品 0.500 克), 注入於徑 7 厘米之磁皿中。

(6)於砂盤上加熱, 並蒸發至餘 5 c.c.。

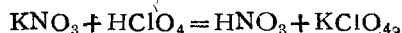
(7)加入純硝酸 5 c.c.。

(8)蒸發至極小之體積。

(9)反復作此手續 3 次:



(b)鉍、鈣、鈉之分離

(1)於濃厚液中, 加入過氯酸(約  $\text{HClO}_4$  16%) 10 c.c.:

(2)於砂盤上蒸發。

(3)加熱至白色氣體消失時為止。

(4)以 5—6 滴之蒸餾水澆之, 避免  $\text{KClO}_4$  與  $\text{BaSO}_4$  間之複分解作用。

(5)蒸發至乾燥。

(6)冷卻後, 以 10 c.c. 由過氯酸鉀飽和之酒精處理, 並以一澱

帶，將磁皿中乾燥物質壓碎。

(7) 在一小濾紙上傾瀉，以酒精洗滌 3—4 次；因過氯酸鈉，過氯酸鉍與過氯酸鈣極易溶於酒精，故可全被消除。瀝乾而保存之。

(c) 硫酸鉍與矽酸鹽之消除

(1) 將磁皿中殘留之過氯酸鉀，復以熱水 20 c.c. 溶解。

(2) 煮沸。

(3) 傾注於上次使用之小濾紙上，並以預秤小磁皿接受濾液。

(4) 以沸水 5—6 c.c. 洗滌。

(5) 於磁皿中加過氯酸 5—6 滴。

(6) 於砂盤上蒸乾。

(7) 於乾燥器中冷卻。

(8) 秤量過氯酸鉀之重。

(d) 計算：磁皿增加之重，即所生成之過氯酸鉀之重；設此重量為  $p$ ，則 100 克肥料中所含之氧化鉀 ( $K_2O$ ) 量為

$$\frac{p \times 33.963^*}{0.500 (\text{樣品重})} = K_2O\%$$

## 第二項 鉀在硫酸鉀中之定量

在硫酸鉀中，宜將甚多之硫酸根離子 ( $SO_4^{--}$ ) 由硝酸根離子 ( $NO_3$ ) 置換。通常由硝酸鉍 [ $Ba(NO_3)_2$ ] 以移去硫酸根，瀘過，以消除其所除生成之硫酸鉍。

\* 肥料之鉀質成分，以 100 克中之  $K_2O$  表示，或  $1K_2O$  相當於  $2KClO_4$ ：

$$\frac{K_2O}{2KClO_4} = \frac{94}{277} = 0.33963$$

## A. 試藥:

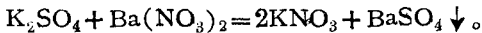
- (1) 硝酸鉍飽和液 蒸餾水 100 c.c., 以足量硝酸鉍使之飽和。  
 (2) 體碳酸銨  
 (3) 王水 純鹽酸 60 c.c., 純硝酸 20 c.c.  
 (4) 純硝酸 (5) 過氯酸  
 (6) 酒精(95°) 由過氯酸鉀飽和。

## B. 儀器: 砂盤

## C. 手續:

## (a) 溶解——硫酸根之分離

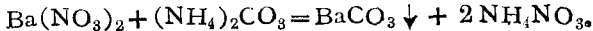
- (1) 稱肥料 5 克, 溶於 100 c.c. 之蒸餾水中。  
 (2) 取溶液 20 c.c. (相當於肥料 1 克)。  
 (3) 於一小瓶中煮沸。  
 (4) 以小量加入硝酸鉍飽和液, 至所有硫酸根已移去為止: \*



## (5) 過濾。

## (b) 鉍之分離

- (1) 於濾液中, 加入碳酸銨粉末少許 (或數粒):



- (2) 煮沸數分鐘。  
 (3) 靜置, 以使之沉澱。  
 (4) 過濾。

\* 如所加硝酸鉍過量, 則將來用酒精以洗滌過氯酸鹽時, 將發生困難。但不加過硝酸鉍量, 又不可能。故加碳酸銨, 以消除此稍過量之硝酸鉍。



(5) 以沸蒸餾水洗滌濾紙。

(6) 於砂盤上蒸發至小體積。

(c) 氮之消除

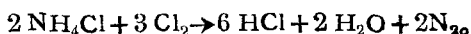
(1) 加入王水 10 c.c.

(2) 於砂盤上蒸至幾乾 (設恐有瀑濺損失, 可於磁皿上覆一小號漏斗)。

(3) 加王水兩次, 均蒸至幾乾:



所生成之  $\text{Cl}_2$ , 可使  $\text{NH}_4\text{OH}$  分解:



(d) 變為硝酸鹽

(1) 由純硝酸處理。

(2) 蒸乾。

(3) 加入過氯酸 10 c.c.

(4) 以後手續與在氯化鉀時同。

### 第三項 鉀在複雜肥料中之定量

A. 試藥:

(1) 熟石灰 (2) 其餘與在硫酸鉀所用者同。

B. 儀器: 砂盤

C. 手續:

(1) 秤樣品 4 克。

(2) 導入於 100 c.c. 量瓶中。

---

濾液中  $\text{NaNO}_3$  與  $\text{KNO}_3$  外, 尚含有  $\text{NH}_4$ , 故用王水以消除之。

- (3) 以熱蒸餾水約 50 c.c. 溶解。
- (4) 冷卻，補足至 100 c.c., 振盪。
- (5) 濾過，取濾液 50 c.c. (相當於物質 2 克)。
- (6) 注入於徑 7 厘米之磁皿中，加熱石灰約 0.2 克。
- (7) 於砂盤上蒸乾。
- (8) 於低溫度下煨燒。
- (9) 以極少量之沸水 (全量約 40 c.c.) 溶解。
- (10) 以後手續與在硫酸鉀時之情形同。

#### 鉀之定量又法(亞硝酸鈷鉀鈉法)

##### A. 試藥:

(1) 亞硝酸鈷鈉 (cobalti-nitrite de sodium) 試藥之配製:

(a) 商品精製亞硝酸鈷鈉 應用時，溶 0.500 克於 3—4 c.c. 冷蒸餾水中，數分鐘後過濾，注入於蒸發濃厚至餘數 c.c 之含鉀鹽液體中，則生黃色之亞硝酸鈷鉀鈉沉澱。

(b) 實驗室自製亞硝酸鈷鈉 將亞硝酸鈉 150 克溶於 150 c.c. 熱水中，冷卻至開始結晶時 (40—50°)，加入結晶硝酸鈷 50 克，次漸漸加入 50% 醋酸 50 c.c.; 用力振盪，使溶解完成。並使強空氣流通過半小時。

將濾液用兩倍其容積之酒精 (95°) 沉澱; 使沉積 12 小時，過濾，以抽空器吸乾。將棕色沉澱先以酒精，次以醚洗滌數次。乾燥後，沉澱變為橘黃色，重約 50 克。

此種試藥在溶液中，極不安定。於應用時，將沉澱 0.500 克溶於 3—4 c.c. 冷蒸餾水中，並於數分鐘後過濾。注入於含鉀鹽之濃厚溶

液中。

(c) 臨時配合之亞硝酸鈷鈉試藥：

溶液甲： 醋酸鈷 113 克，純醋酸 100 c.c.，以蒸餾水補足至 500 c.c.，或硝酸鈷 130 克，醋酸 100 c.c.，以蒸餾水補足至 500 c.c.，

溶液乙： 亞硝酸鈉 220 克，加蒸餾水補足至 500 c.c.，應用之前夕，將溶液甲與溶液乙等體積混合，俟劇烈發泡現象終止時，注入於空瓶中，或由吸入法 (par succion)，或使由棉花過濾之空氣通過 15 分鐘，提取氧化氮。於暗處貯藏，並於 24 小時後過濾。

(2) 碳酸鈉飽和液 (3) 10% 醋酸液 (4) 酚酞指示劑

(5) 稀薄氫氧化鈉液 (6) 酒精 (95°)

(7)  $\frac{N}{10}$  高錳酸鉀液 (每升 3.16 克)

(a) 根據規定液 (solution N) 之定義，得高錳酸鉀定量法之基本公式：

$$H = \frac{O}{2} = \frac{KMnO_4}{5} = \frac{158}{5} 31.6$$

故  $KMnO_4$  之 H 當量為 31.6 克。規定溶液應每升即含此重量。但此種溶液頗為濃厚，普通用每升含  $KMnO_4$  3.16 克之  $\frac{N}{10}$  溶液。因此，稱純潔  $KMnO_4$  3.3 克，溶於 1 升蒸餾水中。溶解不宜直接在量瓶中舉行，以液體之濃紫色，不能認知其是否完全溶解也。最好在另一器中，以少量之水作此溶解。且  $KMnO_4$  易由空中塵埃與日光所還原，宜將液體注入於緊口棕色瓶中，而在暗處保存之。

(b) 滴定(用  $\frac{N}{10}$  草酸液)。

(1) 取  $\frac{N}{10}$  草酸液 10 c.c.

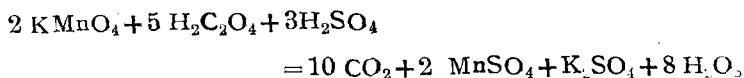
(2) 導入於燒杯中。

(3) 加入濃硫酸 20 c.c. 與蒸餾水約 50 c.c.

(4) 加熱近 60—70 度。\*

(5) 以滴定管注加欲滴定之  $\text{KMnO}_4$  液, 至溶液現淺紫色為止。

其反應為:



(c) 計算: 設所用  $\text{KMnO}_4$  液平均為 7.4 c.c. 則  $\text{KMnO}_4$  液為太濃; 於 7.4 c.c. 中宜加入  $10 - 7.4 = 2.6$  c.c. 蒸餾水; 於 1000 c.c.

宜加入蒸餾水  $\frac{2.6}{7.4} \times 1000$  c.c.

B. 儀器:

(1) 磁皿 (2) 重溫鍋 (3) 滴定管

C. 手續:

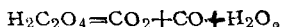
(a) 氮之消除

(1) 秤肥料 5 克,

(2) 導入於小磁坩堝中。

\* 秤乾燥純結晶草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 6.3 克, 恰溶於 1000 c.c. 蒸餾水中。

\*\* 冷時, 反應遲緩, 宜加熱, 但不宜超過  $70^\circ\text{C}$ , 以在此溫度以上, 即稀硫酸亦開始使草酸分解故也:



(3) 煅燒以驅逐氨，並破壞有機質。

(4) 冷卻。

(b) 溶解

(1) 將煅燒品導入於 100 c.c. 量瓶中，加熱蒸餾水約 60 c.c.，使之溶解。

(2) 冷卻後，加蒸餾水恰補足至 100 c.c.。

(3) 取 10 c.c. (相當於肥料 0.500 克)，注入於約 300 c.c. 之燒杯中，並加入蒸餾水約 100 c.c.。

(c) 鈣鎂之分離

(1) 將燒杯置重溫鍋上。

(2) 滴加碳酸鈉飽和液，至不復生沉澱時為止。但注意不可加至過量。

(3) 使碳酸鈣碳酸鎂之沉澱沉積。

(4) 過濾，並收集濾液於約 300 c.c. 之燒杯中。

(d) 沉澱

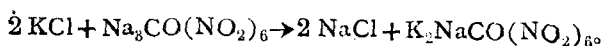
(1) 將濾液蒸發至約餘 5—10 c.c.。

(2) 加酚酞指示劑數滴。

(3) 加入微過量之醋酸，使成酸性(紫紅色消失)。

(4) 加入溶於 3—5 c.c. 冷蒸餾水之亞硝酸鉍鈉 0.500 克(或加入臨時配合試藥 10—15 c.c.)。

(5) 靜置 12 小時，則鉀鹽沉澱為亞硝酸鉀鉍鈉(nitrite cobaltico-potassique) [ $K_2NaCO(NO_2)_6$ ]:



(6) 以預稱濾紙 ( 或用 Gooch 濾坩 ) 過濾, 並以 10% 醋酸洗至濾液無色為止。

(7) 以酒精洗滌。

(8) 於 120° C. 乾燥至重量不變。

(9) 冷卻後, 秤量。亞硝酸鉍鉀鈉正確成分: 為  $K_2NaCO(NO_2)_6 \cdot H_2O$ 。

(e) 計算: 設發見之亞硝酸鉍鉀鈉重為  $p$ , 則:

100 克肥料中所含之氧化鉀 ( $K_2O$ ) 量為:

$$\frac{p \times 20.74^*}{0.500(\text{樣品重})} \text{克。}$$

D. 注意: 設不秤量亞硝酸鉍鉀鈉重, 可用容量分析法以定量。

(a) 手續:

(1) 將由醋酸洗至濾液無色之亞硝酸鉍鉀鈉沉澱, 復以醋酸洗滌二次。

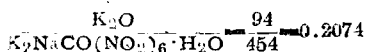
(2) 將濾紙與沉澱以稀薄氫氧化鈉液煮沸至沉澱全部溶解。

(3) 過濾, 並將濾液補足至 100 c.c.

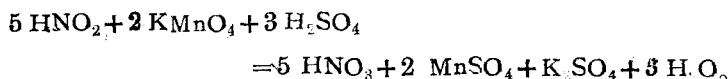
(4) 取濾液 20 c.c.

(5) 注入於約 300 c.c. 之燒杯中 ( 相當於肥料 0.1 克 =  $\frac{0.5}{10} \times 20$  )。

(6) 加硫酸使成酸性。



(7)即以  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  液以滴定亞硝酸，其反應為：



(b)計算：依上之反應式：

$\text{KMnO}_4$  316 克 相當於  $\text{HNO}_2$  235 克，

但  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  1000 c.c. 內含有  $\text{KMnO}_4$  3.16 克，

$$\frac{235 \times 3.16}{316} = 2.35 \text{ 克，故 } \frac{N}{10} \text{KMnO}_4 1000 \text{ c.c. 相當於 } \text{HNO}_2 2.$$

35 克，

或  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  1 c.c. 相當於  $\text{HNO}_2$  0.00235 克，

“ “ K 0.00065 克，

“ “  $\text{K}_2\text{O}$  0.000856 克，

計所用  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  為  $N$  c.c.，則 100 克肥料中所含之氧化鉀

( $\text{K}_2\text{O}$ )量為：

$$\frac{N \times 0.000856 \times 100}{0.1(\text{樣品重})} \text{ 克，}$$

#### 第四節 石灰之定量

A.試藥：

(1)草酸銨飽和液 蒸餾水 100 c.c.，草酸銨足量使之飽和，

(2)純鹽酸 (3)醋酸 (4)氫氧化銨

(5) 溴酚藍 (bleu de bromphénol) 液 秤溴酚藍 0.1 克，導入於 250 c.c. 量瓶中，加  $\frac{N}{20}$  NaOH (2%) 3 c.c.，將瓶置溫水中，俟溶解完全，以蒸餾水補足至 250 c.c.。

B. 儀器：

(1) 磁皿 (2) 砂盤 (3) 滴定管

C. 手續：

(a) 鈣之溶解——不溶物之定量。

(1) 秤肥料 1 克，置徑 7 厘米之磁皿中。

(2) 加入水 10 c.c.。

(3) 滴加鹽酸 10 c.c. (避免濺，以倒置小漏斗覆蓋)。

(4) 迨所有發泡現象終止後，乃移置砂盤上。

(5) 蒸乾，次更加熱半小時。

(6) 復以  $\frac{N}{2}$  鹽酸 (約 15 c.c.) 以浸取磁皿中含有物。

(7) 以無灰小濾紙過濾，並收集濾液於 200 c.c. 之量瓶中。

(8) 以  $\frac{N}{2}$  鹽酸少許洗滌磁皿，並將所有不溶物導於濾紙上 (全液量約 120 c.c.)。

(9) 將濾紙乾燥，煨燒，秤量，即得不溶物 (無水矽酸 + 矽酸鹽) 之重量。

(b) 鈣之沉澱

(1) 放入石蕊試紙於收集濾液之瓶中。

(2) 加入氫氧化銨至變藍色，次加入醋酸至變紅色。



- (3) 以蒸餾水補足至 200 c.c.
- (4) 在大濾紙上過濾，沉澱中含有鉛鐵，可取濾液 50 c.c. (相當於肥料 0.250 克)。
- (5) 置此 50 c.c. 濾液於燒杯中。\*
- (6) 煮沸。
- (7) 注加預先煮沸之草酸銨液約 50 c.c.
- (8) 加入溴酚藍液數滴，次滴加氫氧化銨至變紫色。\*\*
- (9) 緩緩煮沸片時。
- (10) 使沉積，並確信有過量草酸銨存在。可使靜置 1 小時，則過濾較便，所有鈣沉澱為純潔結晶草酸鈣 ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),
- $$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 + \text{CaCl}_2 \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 + 2\text{NH}_4\text{Cl}.$$
- (11) 在無灰小濾紙上過濾。
- (12) 以稀釋至 3 體積之草酸銨液，洗滌燒杯與沉澱。
- (13) 在預秤磁皿中，使之乾燥。
- (14) 煅燒。

\* 設於此時在此 10 c.c. 濾液中，加入過量氯化氫，煮沸。加入草酸銨，則鈣即沉澱為草酸鈣；鎂沉澱為草酸鎂後，後與銨 ( $\text{NH}_4$ ) 離子生成可溶性複鹽，而仍留於溶液中，惟草酸鈣沉澱尚含有鎂少許耳。著者作石灰定量時，即將由此手續所得草酸鈣，以沸水洗滌後，溶於濃硫酸，加沸水，以  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  液滴定之。本書第二章第十五節，石灰之分析，即採用此法，以手續較為簡便也。

\*\* 既加氯化銨後，由草酸銨沉澱之草酸鈣仍含鎂少許。最好在極確定 pH 值 (4.2—4.6) 之液中，使鈣沉澱。即使溶液成弱酸性，煮沸，加過量草酸銨，與溴酚藍液數滴。於是滴加氫氧化銨，至變紫色。

(15) 冷却後，以數滴稀硫酸浸濕。

(16) 於砂盤上乾燥，以驅逐過量之酸。

(17) 冷却，秤量硫酸鈣。

(c) 計算： 設發見之硫酸鈣重為  $p$ ，則 100 克肥料中所含之石灰(CaO)量為：

$$\frac{p \times 41.18^*}{0.250(\text{樣品重})} \text{克。}$$

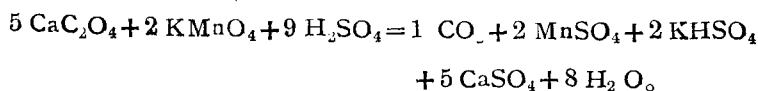
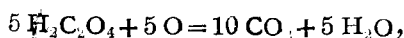
D. 注意： 設不欲在硫酸鈣態秤量鈣，而用高錳酸鉀草酸鈣，以滴定，則尤為簡便。

(a) 手續：

(1) 將草酸鈣以草酸銨洗滌，復以沸水洗滌後，不使之乾燥，但以蒸餾水少許洗入燒杯中，次使溶解於 20 c.c. 濃硫酸中。

(2) 加入沸水 300 或 400 c.c.。

(3) 以  $\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  滴定草酸鈣至現淺紫色。其反應可由下列二式代表：



(b) 計算： 依上列反應式，得  $\text{KMnO}_4$  316 克相當於 Ca 200 克 ( $5 \text{CaC}_2\text{O}_4$ )，或 CaO 280 克。

$\frac{N}{10}$   $\text{KMnO}_4$  100 c.c. 內含  $\text{KMnO}_4$  3.16 克，

---


$$* \frac{\text{CaO}}{\text{CaSO}_4} = \frac{55}{136} = 0.4118$$

$\frac{280 \times 3.16}{316} = 2.8$  克, 故  $\frac{N}{10} \text{KMnO}_4$  1000 c.c. 相當於  $\text{CaO}$  2.8 克, 或 1 c.c. 相當於  $\text{CaO}$  0.0028 克。

設所用  $\frac{N}{10} \text{KMnO}_4$  為  $N$  c.c., 則 100 克肥料中所含之石灰 ( $\text{CaO}$ )

量為: 
$$\frac{N \times 0.28}{0.2 \times 10 (\text{樣品重})} \text{克。}$$

### 第五節 水分之定量

A. 儀器:

(1) 乾燥箱 (2) 硫酸乾燥器

B. 手續:

(1) 秤充分混合之樣品 5 克。

(2) 導入於預秤小磁皿中。

(3) 置於  $100^\circ\text{C}$ . 乾燥箱中乾燥數小時 (2—3 小時), 至重量不變。\*

(4) 置於硫酸乾燥器中冷卻。

(5) 秤量。

C. 計算: 設樣品損失之重為  $p$ , 則 100 克肥料中, 所含之水分為:

$$\frac{p \times 100}{5 (\text{樣品重})} \text{克。}$$

\* 設樣品中含有石膏, 至少使繼續乾燥 3 小時; 如有揮發物質, 則另行定量。而自水分中減除之, 設樣品中有氯化物, 硝酸鈉, 硫酸銨, 取樣品 1—5 克, 乾燥溫度須增高至  $130^\circ\text{C}$ . 極粗大物質, 須取樣品 10 克。

## 第二章 特別分析法

### 第一節 硫酸銨之分析

純鹽成分:

硫酸 60.62%

水分 13.63%

氮 25.75% 相當於氮素 21.21%

商品平均成分: 氮素 20.5%

定量成分: 氮態氮素

(一)氮態氮素之定量

(1) 稱樣品 0.5 克。

(2) 導入於歐班氏裝置之蒸餾瓶中,其手續與第一章第一節氮態氮素之定量同。

(二)雜質之鑑定

(a) 由物理性質鑑定

設鹽類為:

(1) 無色... ..純鹽。

(2) 淺棕色... ..約有硫氰化銨存在。

(3) 淺黃色... ..約有砷化合物存在。

(4) 淺藍, 淺紫... ..約有煤礦之各種衍生物存在。

(5) 淺灰色, 灰色... ..約有煤礦質 (matières goudronneuses) 存在。

(b) 由化學性質鑑定

設鹽類溶液對石蕊試液爲：

- (1) 中性 …… … 正常。
- (2) 酸性 …… … 有游離硫酸。
- (三) 不溶物之定量、

A. 手續：

- (1) 稱樣品 10 克。
- (2) 導入於一瓶中，加蒸餾水 100 c.c.，
- (3) 煮沸 5 分鐘。
- (4) 傾瀉於無灰濾紙上，收集濾液於 500 c.c. 之量瓶中。
- (5) 兩次各加蒸餾水 100 c.c.，每次均煮沸傾瀉
- (6) 將瓶中含有物以洗瓶洗移於濾紙上。
- (7) 以沸水洗滌濾紙上殘留物，並使 500 c.c. 量瓶中之含有物冷卻。

(8) 以蒸餾水補足至 500 c.c.，振盪，留作游離硫酸之定量

(9) 將含殘留物之濾紙，於 100 C. 乾燥箱中乾燥。

(10) 在預稱小磁皿中煅燒

(11) 冷卻後，稱量。

B. 計算： 設磁皿增加之重爲  $p$ ，以 10 乘之，得不溶物之比例：

$$p \times 10 = \text{不溶物}\%$$

(四) 硫氰化鉍之鑑定

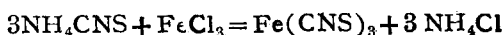
A. 試藥： 30% 氯化鐵液

B. 手續：

(1) 取硫酸鉍 1—2 克導入於一試管中。

(2) 加入蒸餾水 10—15 c.c., 振盪至溶解, 過濾。

(3) 於濾液中加入氯化鐵液 1—2 滴, 如有硫氰化銨存在, 則現紅色  $[\text{Fe}(\text{CNS})_3]$ : \*



### (五) 游離硫酸之定量

A. 試藥:

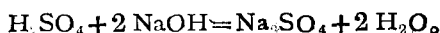
(1) 1N. NaOH      (2) 酚酞酒精溶液

B. 手續:

(1) 取作不溶物定量所留之溶液 50 c.c. (相當於樣品 1 克), 注入於約 300 c.c. 之燒杯中。

(2) 加酚酞指示劑數滴。

(3) 滴加 1N. NaOH 液至現紫紅色:



C. 計算: 依上之反應式:

NaOH 80 克中和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  98 克,

但 1N. NaOH 1000 c.c. 含 NaOH 40 克,

$\frac{98 \times 40}{80} = 49$  克, 故 1N. NaOH 1000 c.c. 中和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  49 克,

或 1 c.c. 中和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.049 克。

設所用 1N. NaOH 為  $N$  c.c., 則 100 克硫酸銨中所含之  $\text{H}_2\text{SO}_4$  量為:

\* 蒸餾煤氣所得之硫酸銨, 常含有硫氰化銨; 有硫酸廠製品。則不含此物, Muntz 與 Girard 二氏謂硫酸銨中含硫氰化銨極少, 亦不宜使用。

$$\frac{N \times 0.049 \times 100}{1 (\text{樣品重})} \text{克。}$$

## 第二節 硝酸鉀之分析

純鹽成分:

K <sub>2</sub> O	46.54%
硝酸	53.46%, 相當於氮素 13.86%

商品平均成分:

K <sub>2</sub> O	44.5%
氮素	13.0%

定量成分:

(1)水分 (2)硝酸態氮素 (3)K<sub>2</sub>O

(一)水分之定量 依第一章第五節水分定量手續。

(二)硝酸態氮素之定量

(1)秤樣品 80 克。

(2)溶於 1000 c.c. 蒸餾水中。

(3)其餘悉依第一章第一節第二項硝酸態氮素定量手續。

(三)鉀之定量

(1)秤樣品 2 克。

(2)其後繼續與節一章第三節第一項鉀在氯化鉀中之定量同。

(四)雜質之鑑定 此等鹽類含有不溶物，硫酸鹽，氯化物等雜質。

1. 不溶物之定量 秤樣品 10 克，依第二章第一節 硫酸銨中。

不溶物之定量手續。

## 2. 硫酸鹽之定量

### A. 手續:

(1) 取作不溶物定量所得溶液 50 c.c. (相當於樣品 1 克)。

(2) 注入於約 300 c.c. 之燒杯中。

(3) 詳細手續與第一章第一節第一項氮態氮素定量, 硫酸規定液之配製手續同。

B. 計算: 設所得硫酸鉍沉澱之重為  $p$ , 以 0.42 乘之, 得 1 克樣品中之硫酸量:

$$p \times 42 = 100 \text{ 硝酸鉀中所含之硫酸量。}$$

## 3. 氯化物之定量

### A. 試藥:

(1) 鉻酸鉀液 鉻酸鉀 10 克, 以蒸餾水溶解補足至 1000 c.c.,

(2)  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液 製法 (Mohr 氏法) 分數項述之:

(a) 原則: 當在中性加有鉻酸鉀 ( $K_2CrO_4$ ) 之氯化鈉液中, 注加硝酸銀液時, 硝酸銀初與氯化物作用, 得不溶性氯化銀。迨沉澱完全, 更少之沉澱劑 ( $AgNO_3$ ) 與  $K_2CrO_4$  得磚紅色或棕紅色。

(b) 手續:

(子)  $\frac{N}{10}$  硝酸銀近似液之配製,

(1) 配製近似  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液時, 可秤硝酸銀 13 克。

(2) 溶於 750 c.c. 之蒸餾水中。



(丑)  $\frac{N}{10}$  氯化鈉近似液之配製。

(1) 在配製  $\frac{N}{10}$  氯化鈉近似液時，可在一坩堝中，秤純潔氯化鈉 3—4 克，加熱不使熔融，\*以去其所吸收之水分。

(2) 速在乾燥小研鉢中研細，並重新熱之。

(3) 然後貯藏於一稱皿 (verre à tarer) 中，俟於乾燥器內充分冷卻後，秤量。

(4) 將氯化鈉導入於中等沉澱用燒杯中，重新秤量稱皿。兩次秤量之差，即代表導入於沉澱用燒杯中無水氯化鈉之重量，設為 2.9657 克。

(5) 用蒸餾水溶解。

(6) 將溶液導入於 500 c.c. 量瓶中。

(7) 洗滌燒杯，洗液亦導入於瓶中。最後補足至 500 c.c.，振盪，以使之均勻。

(寅) 滴定：

(1) 取配妥之氯化鈉液 10 c.c.，加中性鉻酸鉀液數滴。

(2) 以滴定管滴加配製之  $\frac{N}{10}$  硝酸銀近似液，每次加入後，用力振盪。

(3) 硝酸銀液降落之處，發生紅色，用力振盪則消失；此因生成之鉻酸銀 ( $Ag_2CrO_4$ )，由尚未變化之氯化鈉分解也。

\* 當熔融時，因水蒸汽與空中二氧化碳之作用，能放出鹽酸少許，並生成碳酸鈉 ( $Na_2CO_3$ )。且熔融體不易由坩堝取下。

(4)最後生成固定之棕紅或磚紅色，指示反應已終結\*。

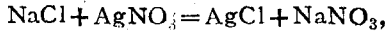
(c)注意： 滴定溶液之體積，不宜超過 50 c.c.。否則宜將所用硝酸銀液體積加以改正，以鉻酸銀隨稀釋增加，而其溶液為無色。因此，量與溶液相等之蒸餾水，並加與滴定時所用之鉻酸鉀之相等滴數，另行試驗。設所用之硝酸銀體積為  $n$ ，並在前次滴定所用之硝酸銀液體積為  $N$ ， $N-n$  為校正後所用之硝酸銀液體積。 $n$  時常為 1 c.c. 之一部。

(d)計算： 設所用硝酸銀液體積為  $N$  c.c.。

所取  $\frac{N}{10}$  氯化鈉近似液 10 c.c. 中含  $\text{NaCl} \frac{2.9657 \times 10}{500} = \frac{2.9657}{50}$

克。

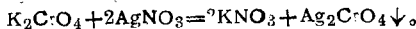
但依反應式：



$\text{NaCl}$  58.5 克相當於  $\text{AgNO}_3$  169.89 克，

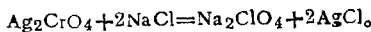
$\text{NaCl} \frac{2.9657}{50}$  克相當於  $\text{AgNO}_3 \frac{169.89 \times 2.9657}{58.5 \times 50}$ ，設為  $p$  克，

\* 以硝酸銀滴定氯化物溶液時，似可注加硝酸銀至不復生沉澱時止；但此種標準，毫不明瞭。故用中性鉻酸鉀作指示劑。鉻酸鉀與銀鹽生成磚紅色鉻酸銀沉澱：



(磚紅色鉻酸銀沉澱)

惟鉻酸銀沉澱可由氯離子分解：



故溶液中如有氯離子存在，則加入硝酸銀所生成之紅色沉澱，即行溶解。迨所有氯離子已沉澱為氯化銀時，磚紅色沉澱即出現。

故  $N$  c.c.  $\frac{N}{10}$  A  $\text{NO}_3$  近似液中, 含有  $\text{AgNO}_3$   $p$  克,

500 c.c.  $\frac{N}{10}$   $\text{AgNO}_3$  近似液中, 含有  $\text{AgNO}_3$   $\frac{p \times 500}{N}$  克。

由前硫酸規定液配製稀釋時之相似計算, 測定對此太濃硝酸銀液 500 c.c., 宜加入之水量, 使在 500 c.c. 中恰含  $\text{AgNO}_3$  8.4945 克, 換言之, 即使恰為  $\frac{N}{10}$ 。亦即設配製之液體 500 c.c. 含  $\text{AgNO}_3$   $P$  克, 則  $P$  克  $\text{AgNO}_3$  應含在  $\frac{P \times 500}{8.4945}$  假定為 530 c.c. 水中。此即指明 500 c.c. 之液體太濃, 宜加入蒸餾水 30 c.c., 每 100 c.c. 宜加入蒸餾水 6 c.c. 也。

B. 儀器: 滴定管

C. 手續:

(1) 取不溶物定量所得溶液 50 c.c. (相當於樣品 1 克)。

(2) 注入於約 300 c.c. 之燒杯中, 設必要時, 使之中和 (氯化物定量液應為中性)。

(3) 加入中性鉻酸鉀液數滴。

(4) 以滴定管滴加  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液, 至現磚紅色。

(5) 讀所用  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液之 c.c. 數。

D. 計算: 依前之反應式:

$\text{NaCl}$  58.5 克相當於  $\text{AgNO}_3$  169.89 克。

$\frac{N}{10}$   $\text{AgNO}_3$  1000 c.c. 中含有  $\text{AgNO}_3$  16.989 克,

$$\frac{58.5 \times 16.989}{169.89} = 5.85 \text{ 克, 故 } \frac{N}{10} \text{ AgNO}_3 \text{ 1000 c.c. 相當於 NaCl}$$

5.85 克;

$$\text{或 } \frac{N}{10} \text{ AgNO}_3 \text{ 1 c.c. 相當於 NaCl 0.00585 克,}$$

“ “ Cl 0.00355 克。

設所用  $\frac{N}{10}$  AgNO<sub>3</sub> 為  $N$  c.c., 則 100 克硝酸鉀中所含之氯化鈉為  $N \times 0.585$  克; 氯為  $N \times 0.355$  克。

### 第三節 氯化鉀之分析

純鹽成分:

氯 47.58%

鉀 52.42% 相當於 K<sub>2</sub>O 63.14%

商品平均成分:

K<sub>2</sub>O 50%

定量成分:

(1) 水分 (2) K<sub>2</sub>O (3) 雜質

(一) 水分之定量 依第一章第五節水分定量手續。

(二) 鉀之定量 稱樣品 2 克, 其餘依第一章第三節第一項鉀在氯化鉀中之定量手續。

(三) 雜質之鑑定

1. 不溶物之定量 稱樣品 10 克, 依第二章第一節硫酸銨中, 不溶物之定量手續。

2. 硫酸鹽之定量

A.手續:

(1)取不溶物定量所得溶液 50 c.c.(相當於樣品 1 克 =  $\frac{10}{500} \times 50$ ),

(2)注入於燒杯中,以後與第一章第一節第一項硫酸規定液之配製手續同。

B.計算: 設發見之硫酸鉍重為  $p$ ,

$$p \times 42 = \text{H}_2\text{SO}_4\%$$

#### 第四節 硫酸鉀之分析

純鹽成分:

K<sub>2</sub>O            54.07%

硫酸            45.93%

商品平均成分:

K<sub>2</sub>O            40—50%

定量成分:

(1)水分      (2)K<sub>2</sub>O      (3)雜質

(一)水分之定量 依第一章第五節水分定量手續。

(二)鉀之定量 稱樣品 2 克,依第一章第三節第二項鉀在硫酸鉀中之定量手續。

(三)雜質之鑑定

1. 不溶物之定量 稱樣品 10 克,依第二章第一節硫酸鉍中不溶物之定量手續。

2. 氯化物之定量

A.試藥:

(1)  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液      (2) 鉻酸鉀液

B.手續:

(1) 取不溶物定量所得溶液 50c.c. (相當於樣品 1 克 =  $\frac{10}{500} \times 50$ )。

(2) 注入於燒杯中。

(3) 加入中性鉻酸鉀液數滴，以  $\frac{N}{10}$  硝酸銀液滴定，與第二章第

二節氯化物在硝酸鉀中之定量手續同。

C.計算: 設 滴 定 所 用  $\frac{N}{10}$  硝 酸 銀 液 為  $N$  c.c.,

$N \times 0.355 = 100$  克 硫 酸 鉀 中 所 含 之 Cl 量;

$N \times 0.585 = 100$  克 硫 酸 鉀 中 所 含 之 NaCl 量。

### 第五節 灰類之分析

普通成分: 灰類中之重要成分, 首推磷酸與鉀。茲舉數種灰分之磷酸與鉀成分於次:

	$K_2O\%$	$P_2O_5\%$
鳳尾草灰	28—90	—
灌木灰	16—50	—
金雀花灰	31—35	—
橡樹灰	8—16	6—8
山毛櫸灰	8—12	5—7
楊樹灰	10—15	10—13
松樹灰	10—16	3—4
栗樹灰	9.37	2.53

木灰(平均)	11.7	3.9
稿稈灰(平均)	4.5	2.1
煤礫灰	0.36	0.58

定量成分:

(1)  $K_2O$  (2) 磷酐

(一) 鉀之定量

A. 手續\*:

(1) 稱灰分 4 克。

(2) 導入於 250 c.c. 之錐形瓶中。

(3) 加入蒸餾水 10—20 c.c. 與鹽酸 10 c.c.。

(4) 於砂盤上蒸乾。

(5) 復加水 40—50 c.c.。

(6) 傾瀉於 200 c.c. 之量瓶中, 瓶內曾預加有過量硝酸銀液(普通 30—40 c.c. 即是)。

(7) 於砂盤上加熱, 促進硫酸鉍沉積。

(8) 使液體冷卻, 補足至 200 c.c. 之體積。

\* 植物灰分所含鉀鹽, 可溶於水, 故可作成水溶液, 以實行定量; 但為使可溶硫酸鉀所攜帶之少量矽酸分離, 最好由酸性溶液處理灰分, 然後蒸乾, 使矽酸成不溶解性。

高溫加熱之植物灰分, 僅含少許可溶鉀鹽, 所有鉀鹽幾以不溶矽酸鹽態發見, 但易由酸性水使之解離, 例如榨油廠之油粕灰分, 含水溶態鉀鹽 5.2%, 可由鹽酸溶液解離之矽溶態鉀鹽約有 10.56%。

此等鉀鹽, 似可消化, 然在此情形, 宜一方取灰分 4 克, 依常法以定量其水溶鉀鹽; 並另取灰分 4 克, 依本節方法, 以定量其鹽酸溶鉀鹽。

(9) 過濾，並取濾液 100 c.c. (相當於灰分 2 克)。

(10) 其後分離鉍及消除氮等，與第一章第三節第二項鉀在硫酸鉀中之定量手續同。

B. 計算： 設發見之  $K_2O$  重為  $p$ ，則 100 克灰分中所含之  $K_2O$  量為：

$$\frac{p \times 100}{2(\text{樣品重})} \text{克。}$$

## (二) 磷之定量

### A. 手續：

(1) 秤灰分 4 克。

(2) 導入於 250 c.c. 之錐形瓶中。

(3) 加鹽酸 20 c.c.。

(4) 於砂盤上蒸乾，使磷酸成不溶性。

(5) 復加鹽酸 10 c.c.，於砂盤上約熱 15 分鐘。

(6) 復加水 20 c.c.，熱 15 分鐘。

(7) 注入於 200 c.c. 量瓶中，洗瓶之水亦注入量瓶中。

(8) 以蒸餾水補足至 200 c.c.，振盪。

(9) 於 100 c.c. 量瓶上過濾(樣品 2 克)。

(10) 以後手續與第一章第二節第一項，磷酸在天然磷酸鹽中之定量手續同。

B. 計算： 設發見之  $P_2O_5$  重為  $p$ ，則 100 克灰分中所含之  $P_2O_5$  量為：

$$\frac{p \times 100}{2(\text{樣品重})} \text{克。}$$



## 第六節 海鳥糞之分析

平均成分:

	N%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %
秘魯海鳥糞	9—15	11—13
智利海鳥糞	4—9	14—22.5
溶解海鳥糞	5—7	9—10
磷酸海鳥糞	0.5—4.3	23—95
西沙羣島海鳥糞	0.58—1	12.37—29.28

定量成分:

(1)水分 (2)全氮素 (3)全磷酐

(一)水分之定量 依第一章第五節水分之定量手續。

(二)氮素之定量 秤樣品 1 克, 依第一章第一節第三項有機態氮素在複雜肥料中, 無硝酸鹽存在時之定量手續。

(三)磷之定量 依第一章第二節磷在天然磷酸鹽, 或磷酸鹽中之定量手續。

(四)海鳥糞之特性

(a)物理性

(1)極易粉碎之粉狀團。

(2)細縫中顯出結晶狀斑點。

(3)棕黃色。

(b)化學性 特性反應, 由純硝酸與氫氧化銨鑑定:

(1)在小磁皿中導入樣品少許(約 0.5 克)。

- (2) 徐徐滴加少量硝酸\*。  
 (3) 蒸乾。  
 (4) 加入氫氧化銨數滴。  
 (5) 緩緩蒸發。設樣品為海鳥糞，則發生紅色 (murexide)。

### 第七節 血粉肉粉蹄角粉皮粉之分析

平均成分：

	N%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	K <sub>2</sub> O%
血粉	3.0	0.04	0.06
肉粉	9—11		
蹄角粉	10—15		
皮粉	6—10		

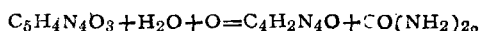
定量成分： 氮素

氮素之定量

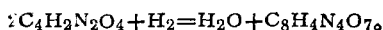
手續：

- (1) 稱樣品 0.5 克。

\* (1) 濃硝酸作用於尿酸 (C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>)，生成無色菱形結晶 alloxane (C<sub>4</sub>H<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)與尿素：



(2) Alloxane 由硝酸氧化，得草酸尿素 (acide parabanique) (C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)；由還原劑還原，得 alloxantine (C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>)：



(3) Alloxantine 由氫氧化銨處理，得 murexide (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)，為一種美麗紅色物質。

(2)以後手續依第一章第一節第三項有機態氮素，在複雜肥料中，無硝酸鹽存在時之定量方法。

### 第八節 商品配合肥料之分析

定量成分：

- |            |             |           |
|------------|-------------|-----------|
| (1) 氨態氮素   | (2) 硝酸態氮素   | (3) 有機態氮素 |
| (4) 水溶磷酐   | (5) 檸檬酸銨溶磷酐 | (6) 不溶性磷酐 |
| (7) $K_2O$ |             |           |

#### 第一項 氮素之定量

(一) 氨態氮素之定量

手續：

- (1) 視氨態氮素成分多少，取樣品 2—5 克。
- (2) 於歐班氏裝置之蒸餾瓶中，以氧化鎂置換氨。
- (3) 詳細手續，參觀第一章第一節第一項氨態氮素之定量。

(二) 硝酸態氮素之定量

A. 手續：

- (1) 秤樣品 33 克。
- (2) 以蒸餾水 300 c.c. 導入於一瓶中。
- (3) 浸漬半小時，且不時振盪。
- (4) 傾瀉於濾紙上，收集濾液於 500 c.c. 之量瓶中。
- (5) 以蒸餾水於濾紙上洗滌物質。
- (6) 以蒸餾水補足至 500 c.c.，振盪(相當於 6.6% 溶液)。
- (7) 定硝酸態氮素之量，第一章第一節第二項硝酸態氮素定量

手續同。惟取濾液 5 c.c. 多次，導入於儀器中，使所得氧化氮 (NO) 之體積近於 100 c.c.。

(8) 量所得氧化氮 (NO) 之體積。

(9) 以 6.6% 硝酸鈉標準液，作同一試驗，並比較其結果。

B. 計算：如此所得之硝酸鹽量，以所用濾液 c.c. 之次數除之。

(三) 有機態氮素之定量

A. 手續：

(1) 稱樣品 2 克。

(2) 以後手續與第一章第一節第三項有機態氮素在複雜肥料中，有硝酸鹽存在時之定量同。

B. 計算：

(1) 由滴定硫酸所得氮素，為氮態氮素與有機態氮素之總量。

(2) 自氮素總量中，減去氮態氮素，即得有機態氮素之量。

## 第二項 磷之定量

(一) 全磷酐之定量

手續：

(1) 稱樣品 10 克。

(2) 以後手續，依第一章第二節，磷在天然磷酸鹽，或磷酸鹽中之定量。

(二) 水溶磷酐之定量

(三) 檸檬酸銨溶磷酸之定量 為定量以上兩項磷酐，可稱樣品 1.5 克，依第一章第二節第四項，在過磷酸鈣中可溶磷酐之定量方

法。

#### (四)不溶性磷酐之定量

計算：將可溶性磷酐量（水溶磷酐與檸檬酸銨溶磷酐之和），自全磷酐中減去，得不溶性磷酐量。

#### 第三項 鉀之定量

手續：

(1)在磁皿中，秤樣品 2 克。

(2)於低溫度下煨燒。

(3)以後手續與第一章第二節第二項，鉀在硫酸鉀中之定量手續同。

### 第九節 廐肥之分析

廐肥成分 廐肥成分，視牲畜種類，年齡，蔴草，貯藏法等，變化極大 茲舉 Bousingault 氏分析之結果。

	水分%	乾質%	N%	K <sub>2</sub> O%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %
馬糞	67.4	32.6	0.670	0.72	0.23
牛糞	81.8	18.2	0.34	0.35	0.13
羊糞	61.6	38.4	0.82	0.84	0.21
豬糞	72.8	25.2	0.78	1.69	0.20
雜糞	72.2	27.8	0.50	0.40	0.71

定量成分：

- (1)水分      (2)全氮素      (3)氮   氮素      (4)磷酐  
(5)K<sub>2</sub>O

## 第一項 水分之定量

## A.手續:

- (1)取廢肥 5 仟克。
- (2)於木板上將樣品切成碎片。
- (3)細分混合。
- (4)在大磁皿中稱 100 克。
- (5)於 100°C. 乾燥箱中乾燥。
- (6)於乾燥器中冷卻。
- (7)稱量。

B.計算: 設所失之重為  $p$ , 即廢肥 100 克中之水分。

## 第二項 全氮素之定量

## A.試藥: 濃硫酸

## B.手續:

- (1)稱預先切碎之廢肥 100 克。
- (2)於 100°C 乾燥箱中乾燥。
- (3)導入於約 100 c.c. 之燒杯中。
- (4)澆以足量硫酸, 將物質覆沒。
- (5)於 70—80°C. 之砂盤上熱 6—12 小時, 且不時攪拌。
- (6)當全量成平均之液體時, 使之冷卻。
- (7)稱其總量。
- (8)取代表廢肥 2 克之樣品。\*

---

\*此種手續需時頗長。普通將廢肥於 100°C. 乾燥箱中乾燥後, 用粉碎機壓碎, 混合均勻。稱。質。克。依 Kjeldahl 氏法定量。

(9)以後手續，依第一章第一節第三項，有機態氮素在複雜肥料中，無硝酸鹽存在時之定量手續(用 Kjeldahl 氏法)。

C.計算：將所得結果以 50 乘之，得廢肥 100 克中之全氮素量。

### 第三項 氨態氮素之定量

A.試藥：

(1)不含氮鹽酸 (2)新煨燒氧化鎂

B.手續：

(1)秤切碎廢肥 100 克。

(2)導入於 1000 c.c. 之量瓶中。

(3)加入鹽酸 5 c.c. 與蒸餾水約 600 c.c.，

(4)振盪多時。

(5)使之沉積。

(6)以蒸餾水補足至 1000 c.c.，振盪。

(7)使之沉積。

(8)濾過，取濾液 200 c.c.(相當於樣品 20 克)。

(9)注入歐班氏裝置之蒸餾瓶中。

(10)加入氧化鎂 3 克。

(11)以後手續依第一章第一節第一項，氨態氮素之定量手續。

C.計算：所得結果以 5 乘之，得 100 克廢肥中氨態氮素之含量。

### 第四項 磷之定量

A.試藥：鹽酸

## B.手續:

(1)將廢肥經水分定量後所得之物質，於小磁皿中，在低溫下煅燒。

(2)冷却。

(3)加入鹽酸 10 c.c. 與蒸餾水 10 c.c.。

(4)將全量注入於燒杯中，洗磁皿之水，亦注入杯中。

(5)於坩盤上蒸乾，冷却。

(6)加入鹽酸 10 c.c. 與蒸餾水 20 c.c.。

(7)煮沸 5 分鐘。

(8)在 100 c.c. 量瓶上過濾，並將殘留物洗滌。

(9)以蒸餾水補足至 100 c.c.，振盪。

(10)取 40 c.c. = 物質 40 克(其餘留作鉀之定量)。

(11)以後手續，依第一章第二節，磷在天然磷酸鹽或磷酸鹽中之定量手續。

C.計算：將所得結果以 2.5 乘之，得 100 克廢肥中之磷酐含量。

## 第五項 鉀之定量

## 手續:

(1)取定量磷酸所餘溶液 40 c.c.，相當於物質 40 克。

(2)以後手續，依第一章第三節第二項，鉀在硫酸鉀中之定量手續。

## 第十節 糞湯或廢肥漏出液之分析



普通成分(以升計):

	依 D'hérain 氏	依 Emile Wolf 氏
全氮素	1.435	1.5
	碳酸銨態氮素 1.000 氮態氮素 0.020 有機態氮素 0.415	
$P_2O_5$	0.251	0.1
KO	4.246	4.9

定量成分:

(1)全氮素 (2)K<sub>2</sub>O (3)P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

第一項 全氮素之定量

A.試藥: 純草酸

B.儀器: 砂盤

C.手續:

(1)以量管量糞湯(purin)50 c.c.,

(2)導入於磁皿中,並加入草酸 2 克。

(3)置砂盤上,蒸發至糊狀,使之冷卻。

(4)復以蒸餾水 10 c.c. 使之溶解,細心洗滌磁皿。

(5)導入於約 200 c.c. 之瓶中,蒸發至糊狀。\*

(6)以後手續,依第一章第一節 第三項,有機態氮素在複雜肥料中,無硝酸鹽存在時之定量手續。

D.計算: 設試驗所得氮素為  $p$ ,

$$p \times 20 = \text{糞湯 } 1000 \text{ c.c. 中之氮素含量。}$$

\*即冷卻後於瓶中加入硫酸銅 2 克,硫酸鉀 10 克,視糞湯之濃淡,加硫酸 10—20 c.c.,依 Kjeldahl 氏法,侵蝕以定量。

## 第二項 鉀之定量

A. 試藥： 鹽酸

B. 儀器： 砂盤

C. 手續：

(1) 量糞湯 500 c.c.

(2) 導入於磁皿中。

(3) 於砂盤上蒸乾。

(4) 於低溫度下煨燒，冷卻。

(5) 加入蒸餾水 20 c.c. 與鹽酸 10 c.c.

(6) 蒸乾。

(7) 使之冷卻。

(8) 加入鹽酸 5 c.c. 與蒸餾水 20 c.c.

(9) 將全量注入於 100 c.c. 之量瓶中。

(10) 洗滌磁皿。

(11) 補足至 100 c.c.

(12) 振盪。

(13) 過濾。

(14) 取濾液 40 c.c. (其餘留作定量磷酸之用) = 糞湯 200 c.c.

(15) 以後手續，依第一章第三節 第二項，鉀在硫酸鉀中之定量

手續。

D. 計算： 將所得  $K_2O$  重以 5 乘之，得糞湯 1000 c.c. 中  $K_2O$  之含量。

## 第三項 磷之定量

糞湯含磷極微，普通在千分之0.5克以下。

A. 試藥：純硝酸

B. 儀器：砂盤

C. 手續：

(1) 以量管取定量鉀時所餘溶液 40 c.c. = 糞湯 200 c.c.,

(2) 導入於磁皿中，

(3) 加入硝酸 10 c.c.

(4) 於砂盤上蒸乾，使之冷卻，

(5) 加入硝酸 5 c.c. 與蒸餾水 20 c.c.

(6) 以後手續依第一章第二節，磷在天然磷酸鹽或磷酸鹽中之定量手續。

D. 計算：設發見之磷酐量為  $p$ ，

$p \times 5 =$  糞湯 1000 c.c. 中之磷酐含量，

### 第十一節 糞粉或乾糞之分析

歐洲大城附近，人糞尿引入大規模沉澱池中，固體物質沉積，傾瀉液體。將池底沉積之黑色物質，或僅於空中乾燥，或使經過壓濾機，然後研為粉末，得所謂糞粉 (poudrette)。

糞粉成分：依 Constant Schreiber 氏，普通糞粉含：

氮素(N) 1-2%

磷酐( $P_2O_5$ ) 2-4%

氧化鉀(KO) 0.5 1.5%

依 Aubin 氏，糞粉之成分為：

來源	N%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	K <sub>2</sub> O%
巴黎	1.05	2.62	0.67
„	1.82	3.76	1.96
„	1.88	2.12	0.90
„	1.81	2.76	0.57
„	0.32	1.34	1.80

定量成分:

(1) 磷酐 (2) 氧化鉀 (3) 氮素

### 第一項 磷之定量

A. 試藥: 熟石灰

B. 儀器: 砂盤

C. 手續:

(1) 稱樣品 70 克, 導入於約 100 c.c. 之磁皿中。

(2) 加入熟石灰 1 克與蒸餾水 10 c.c., 並以玻棒搗碎。

(3) 於砂盤上使之乾燥。

(4) 於低溫度下煅燒, 使之冷卻。

(5) 加入硝酸 10 c.c. 與蒸餾水 20 c.c., 於砂盤上蒸發。

(6) 加入硝酸 10 c.c. 與蒸餾水 20 c.c., 煮沸 5 分鐘。

(7) 將全量注入於 250 c.c. 之量瓶中, 洗磁皿之水, 亦注入瓶中。

(8) 以蒸餾水補足至 250 c.c., 振盪。

(9) 於 20 c.c. 量瓶上過濾。

(10) 取濾液 50 c.c. = 樣品 2 克 (瓶中所餘濾液, 留作定鉀量之

時用)。<sup>\*</sup>

(11)以後手續與第一章第二節，磷在天然磷酸鹽或磷酸鹽中之定量手續同。

D.計算： 設所得  $P_2O_5$  重為  $p$ ,

$$\frac{p \times 100}{2(\text{樣品重})} = 100 \text{ 克糞粉中之 } P_2O_5 \text{ 含量。}$$

### 第二項 鉀之定量

手續：

(1)取定磷酐之量時所餘溶液 100 c.c. = 樣品 4 克。

(2)蒸乾，並依第一章第三節第二項，鉀在硫酸鉀中之定量手續。

### 第三項 氮素之定量

秤糞粉 2 克，依第一章第一節第三項，有機態氮素在複雜肥料中，無硝酸鹽存在時之定量手續

## 第十二節 糞尿之分析

糞尿成分： 糞尿成分，視各種情形，變化極大。依 Girardin 氏，用作肥料之糞尿含：<sup>\*\*</sup>

<sup>\*</sup> 設糞粉中含石灰質頗多，於磷分沉澱之先，宜將石灰除去。即於含磷與石灰溶液中，加檸檬酸鉍液 20 c.c.。設不足使液體為鹼性，並加入微過量氫氧化鉍。然後加醋酸使成酸性，煮沸，投入草酸鉍結晶 3—4 克，使石灰沉澱。將冷却液於沉澱用燒杯上過濾，即於此濾液中，加鐵合劑與氫氧化鉍，使磷分沉澱。

<sup>\*\*</sup> 此為法國北部黎薩 (Lilla) 及其附近所用之糞尿成分。見 Garola 氏著 *Engrais T. I.* p. 175。

	純粹糞尿	加水糞尿甲	加水糞尿乙
水分.....	950.89	981.55	989.52
固體物質.....	49.11	18.45	10.48
總量.....	1000.00	1000.00	1000.00

故其成分為：

氮素	8.888	6.553	1.835
磷酸鹽	6.857	2.056	0.555
K <sub>2</sub> O	2.075	1.503	3.157

定量成分：

(1) P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>    (2) 氮素    (3) K<sub>2</sub>O

(一) 定量時樣品之調製

A. 試藥： 純草酸

B. 儀器： 砂盤

C. 手續：

- (1) 振盪樣品，依法使之均勻。
- (2) 導入 100 克於預秤燒杯中。
- (3) 使之沉澱。
- (4) 將液體部分傾瀉，秤其重量。
- (5) 秤量固體部分。
- (6) 將液體與固體部分各秤一部，使得 200 克。
- (7) 導入於預秤磁皿中。
- (8) 加入足量草酸，使全體成為酸性。
- (9) 於砂盤上蒸發至糊狀。

- (10) 冷却, 秤殘留物之重。
- (11) 在研鉢中研細, 謹慎混合。
- (12) 然後依第二章第十一節, 糞粉之分析手續。
- (二) 磷之定量。依第二章第十一節 糞粉中磷之定量手續。
- (三) 氮素之定量 依第二章第十一節, 糞粉中氮之定量手續。
- (四) 鉀之定量 依第二章第十一節糞粉中鉀之定量手續。

### 第十三節 油餅類之分析

普通成分:

	N%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	K <sub>2</sub> O%
芝麻油餅	6.0	1.9	1.4
花生油餅	5.2	0.6	—
棉籽油餅	3.2	1.6	—
菜籽油餅	5.4	1.9	1.2
大豆餅	6.95	0.7	2.4

定量成分:

(1) 氮 (2) P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (3) K<sub>2</sub>O

(一) 氮之定量 秤樣品 2 克, 依第一章第一節第三項, 有機態氮素在豐富有機肥料中之定量手續(Kjeldahl 氏法)。

(二) 磷之定量

手續:

(1) 秤樣品 5 克。

(2) 導入於約 100 c.c. 之磁皿中。

(3) 加入熟石灰 0.2 克與水數 c.c.

(4) 以後繼續與糞粉中磷之定量手續同。

(三) 鉀之定量 依第二章第十一節，糞粉中鉀之定量手續。

#### 第十四節 污水或陰溝水之分析

普通成分：(每立方米)

成分	巴黎 (Durand 氏)	倫敦 (Voelcke 氏)	柏林 (Muller 氏)	比京 (Petermann 氏)	崗城 (Nyssens 氏)
N	0.45 仟克	0.045 仟克	0.105 仟克	0.135 仟克	0.15 仟克
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.018 仟克	0.014 仟克	0.040 仟克	0.044 仟克	0.05 仟克
K <sub>2</sub> O	0.037 仟克	0.043 仟克	0.040 仟克	0.104 仟克	0.12 仟克

依 L'Hôte 氏：

N (大部為氮態) 4.30 (以升計)

P O<sub>5</sub> 1.35

K O 1.59

定量成分：

(1) 全氮素 (2) 氮態氮素 (3) P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (4) K<sub>2</sub>O

(一) 全氮素之定量

A. 試藥：(1) 純硫酸 (2) 硫酸銅 (3) 硫酸鉀

B. 儀器：砂盤

C. 手續：

(1) 量供分析水 2000 c.c.

(2) 導入於大磁皿中，加入硫酸 20 滴。

(3) 於砂盤上蒸發至約餘 30 c.c. 之體積。



- (4) 導入於 200 c.c. 之瓶中，洗滌磁皿之水，亦注入瓶中。
- (5) 蒸發幾至糊狀，冷卻。
- (6) 加入純硫酸 20 c.c.，硫酸銅 2 克，硫酸鉀約 10 克。
- (7) 以後手續依第一章第一節第三項，有機態氮素在豐富有機肥料中之定量手續。

## (二) 氮態氮素之定量

A. 試藥：新煅燒氧化鎂

B. 手續：

- (1) 量供分析水 1000 c.c.
- (2) 導入於歐班氏裝置之蒸餾瓶中。
- (3) 加入新煅燒氧化鎂 1 克。
- (4) 以後手續與第一章第一節第一項氮態氮素定量手續同。

## (三) 磷與鉀之定量\*

A. 試藥：鹽酸

B. 儀器：砂盤

C. 手續：

- (1) 用磁皿於砂盤上，將供分析水 10 升蒸發至約餘 40 c.c. 之體積。
- (2) 將蒸發品導至小磁皿中，並將洗滌大磁皿之水，亦導入皿中，於砂盤上蒸發至糊狀。
- (3) 於低溫度下煅燒，使之冷卻。
- (4) 於灰分中加鹽酸 10 c.c.，蒸乾。

\* 此種定量需水 10 升。

- (5) 冷却後，復加鹽酸 10 c.c. 與蒸餾水 20 c.c.。
- (6) 煮沸 5 分鐘。
- (7) 在 100 c.c. 量瓶上過濾，並以蒸餾水洗滌濾紙。
- (8) 以蒸餾水補足至 100 c.c.。
- (9) 取溶液 40 c.c. = 水 4 升，以定磷之量。
- (10) 取溶液 40 c.c. = 水 4 升，以定鉀之量。
- (11) 鉀之定量，可依第一章第三節第二項，鉀在硫酸鉀中之定量手續。
- (12) 磷之定量，依第一章第二節，磷在天然磷酸鹽、磷酸鹽中之定量手續。

### 第十五節 石灰類之分析

石灰成分：

石灰窯殘渣	含游離石灰	50—70%
細石灰	含游離石灰	90—98%
粗石灰	含游離石灰	70—80%
含鎂石灰	含游離石灰	50—56%
	含氧化鎂	2—3%

定量成分：

因石灰中含有未分解之石灰，故須測定全石灰與游離石灰。

(1) 全石灰 (2) 游離石灰

(一) 全石灰之定量

依第一章第四節，石灰之定量手續，

## (二)游離石灰之定量

A.試藥：硝酸銨\* 硝酸銨 20 克，蒸餾水補足至 100 c.c.。

B.手續：

(a)鈣之溶解——使變為硝酸鹽

(1)秤石灰 1 克。

(2)導入於瓶中，加入 20% 硝酸銨液 30 c.c. 與蒸餾水 20 c.c.。

(3)使石灰與硝酸銨液接觸 5—6 小時，時時振盪。\*\*游離石灰將硝酸銨中之銨置換，變為可溶硝酸鈣：



(4)將溶液體積補足至 200 c.c.。

(b)鈣之沉澱

(1)過濾，取濾液 100 c.c. (相當於樣品 0.500 克)。

(2)導入於 300—500 c.c. 之瓶中，加氫氧化銨使成鹼性，繼加醋酸使成酸性。

(3)加水稀釋至 150 或 200 c.c.。

(4)加過量氯化銨液，煮沸。

(5)加入過量草酸銨飽和液，使之沉積。

(6)濾過。

(7)稀至 3 倍之草酸銨液洗滌，次以熱水洗至草酸銨消除。

C.滴定與計算：\*\*\*

\* 硝酸銨液應將  $\text{CO}_2$  除盡，最好先煮沸片時，冷卻後應用。

\*\* 設有繼續振盪機，將瓶裝置機上，使之迴轉，促進游離石灰之溶解。

\*\*\* 參觀第一章第四節，石灰定量之注意項。

(1) 將草酸鈣沉澱溶解於 20 c.c. 濃硫酸中。

(2) 加入沸水 300 或 400 c.c.

(3) 以  $\frac{N}{10}$  高錳酸鉀液，滴定草酸鈣之含量。

設所用  $\frac{N}{10}$  高錳酸鉀液為  $N$  c.c., 則 100 克石灰中之游離石灰量

為：

$$\frac{N \times 0.28}{0.000(\text{樣品重})} \text{克。}$$

### 第十六節 石灰石與泥灰石之分析

石灰石成分：

石灰石<sub>1</sub> CaCO<sub>3</sub> 98.5%, 黏土 1.5%;

石灰石<sub>2</sub> CaCO<sub>3</sub> 77.8%, 黏土 2.6%, 砂 19.6%;

石灰石<sub>3</sub> CaCO<sub>3</sub> 80.1%, MgCO<sub>3</sub> 1.5%, 黏土 18.5%;

石灰石<sub>4</sub> CaCO<sub>3</sub> 60.9%, MgCO<sub>3</sub> 30.3%, 氧化鐵 8.8%;

泥灰石成分：

石灰質泥灰石, CaCO<sub>3</sub> 至少 5%; 黏質泥灰石, 黏土至少 50%

矽酸質泥灰石, 砂 30—70%; 含鎂泥灰石, MgCO<sub>3</sub> 甚多。

含石膏泥灰石, CaCO<sub>3</sub> 佔大部; 磷酸泥灰石, Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 1—2%。

腐植質泥灰石, 含分解有機質。

定量成分：

(1) 水分 (2) 全石灰 (3) 二氧化碳 (4) 不溶物

(一) 水分之定量 依第一章第五節水分之定量手續。

(二) 全石灰之定量 依第一章第四節石灰之定量手續。

## (三) 二氧化碳之定量(減重法)。

A. 方法原則：將石灰石與酸分裝儀器中，秤量。使二者接觸，祇須二氧化碳自儀器放出之前，使之乾燥，並由空氣將二氧化碳置換，則儀器所失之重，與放出之二氧化碳重相等。

## B. 試藥：

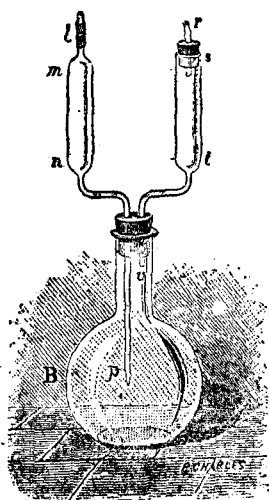
(1) 純硫酸 (2) 硫酸浮石 將浮石擊為適宜大小之碎塊，過篩，置磁皿中。於低溫下熱之，冷卻後，滴加硫酸，以玻璃棒攪拌，至全部由酸浸濕。於通風廚中加熱，使過量之酸揮發。蒸發時，時時攪拌，至浮石顯出乾燥時為止。使少許冷卻，於密閉瓶中保存之。

## C. 儀器說明：

(1) 最簡單儀器(圖5)由極輕平底小瓶B(80-100 c.c.)組成，瓶口由雙孔良好膠皮塞閉塞。

(2) 吸管  $mnp$ ，為細尖玻璃管，彎曲兩次，自良好膠皮塞之一孔中通入。

(3) 玻璃管  $stv$ ，裝硫酸浮石，由穿有細玻璃管之膠皮塞閉塞，固定於良好膠皮塞之另一孔中。



(圖5)

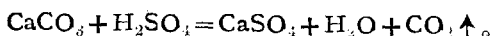
\* 定量二氧化碳，亦可用稱二氧化碳法，惟手續較繁。原則上係使放出之二氧化碳經過硫酸浮石，除去水分，收集在預稱鈉石灰管與氯化鈣管中：



反應終結後，依法秤量鈉石灰管。管所增加之重，即二氧化碳之重。

## D. 定量法:

- (1) 稱擬分析之石灰石 1 克。
- (2) 導入於 *B* 瓶中。
- (3) 加水 10—15 c.c.
- (4) 裝純硫酸於 *m n*, 該管上端附小膠皮管一段, 由小玻璃柱或由簧夾關閉。
- (5) 將吸管尖端拭淨插入。
- (6) 稱量全部儀器。
- (7) 使硫酸滴下數滴, 石灰石分解, 二氧化碳在硫酸浮石上乾燥, 由 *v t s r* 逃出:



- (8) 迨發泡現象中止, 重新使硫酸滴下, 至吸管幾空時為止。
- (9) 將吸管下端插入液體中。
- (10) 開放 *l*, 並以膠皮管為媒介, 在 *r* 極緩吸之, 俾驅逐全量二氧化碳, 並由空氣置換。
- (11) 歷半小時, 俟已冷卻後, 稱量。

E. 計算. 設儀器所失之重為 *p*, 則 100 克石灰石中所含之二氧化碳量為:

$p \times 100$  克; 100 克石灰中所失之石灰石 ( $\text{CaCO}_3$ ) 量為:

$$p \times 227.3 \text{ 克。}^*$$

(四) 不溶物之定量. 稱樣品 10 克, 依第二章第一節硫酸鈣中

$$\frac{\text{石灰石} (\text{CaCO}_3)}{\text{二氧化碳} (\text{CO}_2)} = \frac{100}{44} = 2.273$$

不溶物之定量手續。

### 第十七節 石膏之分析

普通成分:

依 Guillin 氏

依 Garola 氏

純潔生石膏: 無水  $\text{CaSO}_4$  75-80%,  $\text{CaSO}_4$  79%, 水分 21%。

燒石膏: 無水  $\text{CaSO}_4$  90-95%,  $\text{CaSO}_4$  90-92%, 水分 8-10%

定量成分 硫酸鈣

(一) 硫酸鈣實量之定量

A. 試藥: 10% 氯化鋇液

B. 儀器: 砂盤

C. 手續:

(a) 硫酸鈣之溶解

(1) 秤石膏 1 克。

(2) 導入於燒杯中。

(3) 加入鹽酸 10 c.c. 與蒸餾水 50-60 c.c.,

(4) 於砂盤上熱 15 分鐘。

(5) 傾瀉於 200 c.c. 之量瓶中。

(6) 設有殘留物, 重新加鹽酸處理。

(7) 將傾瀉液補足至 200 c.c., 過濾,

(b) 硫酸鈣之沉澱

(1) 取濾液 100 c.c. (相當於樣品 0.500 克)。

(2) 加氫氧化銨, 使之中和, 並將體積補足至 400 c.c.,

(3) 加鹽酸 1 c.c., 煮沸, 並由煮沸之氯化鋇液以使之沉澱。

(4) 使沉澱沉積。

(5) 將冷却之液體濾過, 並洗滌濾紙上沉澱。

(6) 乾燥, 乾燒與普通情形同。\*

(7) 秤量硫酸鋇之重;

(c) 計算: 設發見硫酸鋇之重為  $p$ ,

$$\frac{p \times 58.3^{**}}{0.500(\text{樣品重})} = \text{CaSO}_4\%$$

(二) 生石膏與燒石膏之鑑別 樣品 10 克, 加水 10 c.c., 以玻棒攪拌, 5 分鐘後, 可以下列情形鑑別:

燒石膏生成硬塊; 生石膏生成無堅硬性之稠糊。

\* 參觀第一章和第一節第一項, 氮態氮素定量時, 硫酸規定液之配製。

\*\*  $\frac{\text{CaSO}_4}{\text{BaSO}_4} = \frac{136}{233.4} = 0.5829$



# 附 錄

## (一)重要元素之原子量表

中 名	法 名	符 號	原 子 量
鋁	Aluminium	Al	26.97
鋇	Baryum	Ba	137.36
鈣	Calcium	Ca	40.08
碳	Carbone	C	12.00
氯	Chlore	Cl	35.457
鉻	Chrome	Cr	52.01
鈷	Cobalt	Co	58.94
氫	Hydrogène	H	1.0078
鐵	Fer	Fe	55.84
鎂	Magnésium	Mg	24.32
錳	Manganèse	Mn	54.93
鉬	Molybdène	Mo	96.00
氮	Azote	N或Az	14.00
氧	Oxygène	O	16.00
磷	Phosphore	P	31.02
鉑	Platine	Pt	195.23
鉀	Potassium	K	39.10
矽	Silicium	Si	28.04
銀	Argent	Ag	107.88
鈉	Sodium	Na	22.997
硫	Soufre	S	32.06
鋅	Zinc	Zn	65.38

## (二)計算分析物質乘數表

所 得 物	所 求 物	乘 數
氮	N	1.2143
氮	N	3.8671
硝酸態或銨態氮	N	5.7142
全氮素	N	2.8571
氮	N	4.7147
焦性磷酸鎂	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0.2795
焦性磷酸鎂	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0.6397
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	1.5820
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	2.1465
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	1.8490
硫酸鉍	BaSO <sub>4</sub>	0.7470
氯化銀	AgCl	0.5 00
鉍氯化鉀	K <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub>	0.16085
鉍氯化鉀	K <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub>	0.19376
過氯酸鉀	KClO <sub>4</sub>	0.28219
過氯酸鉀	KClO <sub>4</sub>	0.33993
亞硝酸鉍鉀鈉	K <sub>2</sub> NaCo(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> H <sub>2</sub> O	0.17217
亞硝酸鉍鉀鈉	K <sub>2</sub> NaCo(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> H <sub>2</sub> O	0.20740
磷酐	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2.1830
碳酸鈣	CaCO <sub>3</sub>	0.56 0
石灰	CaO	1.7855
石灰	CaO	2.4284
石灰	CaO	0.71469
硫酸鈣	CaSO <sub>4</sub>	0.4117
無水硫酸鈣	CaSO <sub>4</sub>	1.2628
硫酸鈣	Ba O <sub>4</sub>	0.5829
二氧化的	CO <sub>2</sub>	2.27455
硫酸鉍	BaSO <sub>4</sub>	0.13735
硫酸鉍	BaSO <sub>4</sub>	0.2750
硫酸鉍	BaSO <sub>4</sub>	0.34299
氮	NH <sub>3</sub>	1.2143
硝酸酐	N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3.8671
硝酸銨	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	5.7142
硝酸銨	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> •	2.8571
硫酸銨	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4.7147
磷	P	0.2795
磷酐	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.6397
氯化鉀	KCl	1.5820
硝酸鉀	KNO <sub>3</sub>	2.1465
硫酸鉀	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.8490
硫酸鉀	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.7470
氯化鉀	KCl	0.5 00
鉀	K	0.16085
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	0.19376
鉀	K	0.28219
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	0.33993
鉀	K	0.17217
氧化鉀	K <sub>2</sub> O	0.20740
磷酸鈣	Ca <sub>3</sub> P <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	2.1830
石灰	CaO	0.56 0
碳酸鈣	CaCO <sub>3</sub>	1.7855
硫酸鈣	CaSO <sub>4</sub>	2.4284
鈣	Ca	0.71469
石灰	CaO	0.4117
水合硫酸鈣	CaSO <sub>4</sub> • 2H <sub>2</sub> O	1.2628
硫酸鈣	Ca O <sub>4</sub>	0.5829
碳酸鈣	CaCO <sub>3</sub>	2.27455
硫	S	0.13735
二氧化硫	SO <sub>2</sub>	0.2750
三氧化硫	SO <sub>3</sub>	0.34299

所 得 物	所 求 物	乘 數
硫酸鋇 BaSO <sub>4</sub>	硫酸根 SO <sub>4</sub>	0.41153
硫酸銣 K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	硫酸根 SO <sub>4</sub>	0.4200
三氧化硫 SO <sub>3</sub>	硫酸根 SO <sub>4</sub>	1.2250

## (三)波美(Beaumé)度與液體比重比較表

較 水 輕 之 液 體				較 水 重 之 液 體			
波美度	比 重	波美度	比 重	波美度	比 重	波美度	比 重
10	1.000	46	0.800	1	1.0069	37	1.3447
11	0.993	47	0.793	2	1.0140	38	1.3574
12	0.986	48	0.791	3	1.0210	39	1.3703
13	0.980	49	0.787	4	1.0285	40	1.3834
14	0.973	50	0.783	5	1.0385	41	1.3968
15	0.966	51	0.778	6	1.0434	42	1.4105
16	0.960	52	0.774	7	1.0509	43	1.4244
17	0.953	53	0.770	8	1.0587	44	1.4388
18	0.947	54	0.763	9	1.0685	45	1.4531
19	0.94	55	0.752	10	1.0744	46	1.4678
20	0.935	56	0.758	11	1.0825	47	1.4828
21	0.929	57	0.754	12	1.0907	48	1.498
22	0.923	58	0.750	13	1.0990	49	1.5141
23	0.917	59	0.746	14	1.1074	50	1.5301
24	0.911	60	0.742	15	1.1160	51	1.5466
25	0.906	61	0.738	16	1.1247	52	1.5633
26	0.900	62	0.735	17	1.1335	53	1.5804
27	0.894	63	0.730	18	1.1425	54	1.5978
28	0.889	64	0.727	19	1.1516	55	1.6158
29	0.883	65	0.723	20	1.1608	56	1.6342
30	0.878	66	0.720	21	1.1702	57	1.6529
31	0.873	67	0.716	22	1.1798	58	1.6720
32	0.867	68	0.712	23	1.1893	59	1.6916
33	0.862	69	0.709	24	1.1994	60	1.7113
34	0.857	70	0.705	25	1.2095	61	1.7322

較水輕之液體				較水重之液體			
波美度	比重	波美度	比重	波美度	比重	波美度	比重
35	0.851	71	0.701	26	1.2198	62	1.7532
36	0.847	72	0.699	27	1.2301	63	1.7748
37	0.842	73	0.695	28	1.2407	64	1.7769
38	0.837	74	0.692	29	1.2515	65	1.8195
39	0.832	75	0.689	30	1.2624	66	1.8428
40	0.828	76	0.685	31	1.2736	67	1.8657
41	0.823	77	0.682	32	1.2349	68	1.8712
42	0.818	78	0.679	33	1.2955	69	1.9163
43	0.813	79	0.676	34	1.3082	70	1.9421
44	0.809	80	0.672	35	1.3202	71	1.9685
45	0.804	81	0.669	36	1.3324	72	1.9958

## (四) 鹽酸之比重表(在15°C., 依Lunge與Marchlewski)

比重(15°C.)	HCl%	比重(15°C.)	HCl%	比重(15°C.)	HCl%
1.000	0.16	1.075	15.15	1.145	23.61
1.005	1.15	1.080	16.15	1.150	29.57
1.010	2.14	1.085	17.13	1.152	29.95
1.015	3.12	1.090	18.11	1.155	30.55
1.020	4.13	1.095	19.06	1.160	31.52
1.025	5.13	1.100	20.01	1.163	32.10
1.030	6.15	1.105	20.97	1.165	32.49
1.035	7.15	1.110	21.92	1.170	33.43
1.040	8.16	1.115	22.86	1.171	33.65
1.045	9.16	1.120	23.82	1.175	34.42
1.050	10.17	1.125	24.78	1.180	35.39
1.055	11.18	1.130	25.75	1.185	36.31
1.060	12.19	1.135	26.70	1.190	37.23
1.065	13.19	1.140	27.65	1.195	38.15
1.070	14.17	1.1425	28.14	1.200	39.11

## (五)硝酸之比重 在15°C., 依Lunge與Rey)

比重(15°C.)	HNO <sub>3</sub> %	比重(15°C.)	HNO <sub>3</sub> %
1.010	1.90	1.310	49.07
1.020	3.70	1.320	50.71
1.030	5.50	1.330	52.37
1.040	7.26	1.340	54.07
1.050	8.99	1.350	55.79
1.060	10.63	1.360	57.57
1.070	12.33	1.370	59.39
1.080	13.95	1.380	61.27
1.090	15.53	1.390	63.23
1.100	17.11	1.400	65.30
1.110	18.67	1.410	67.50
1.120	20.23	1.420	69.80
1.130	21.77	1.430	72.17
1.140	23.31	1.440	74.68
1.150	24.84	1.450	77.28
1.160	26.36	1.460	79.98
1.170	27.88	1.470	82.90
1.180	29.38	1.480	86.05
1.190	30.88	1.490	89.60
1.200	32.33	1.500	94.09
1.210	33.82	1.502	95.08
1.220	35.28	1.504	96.00
1.230	36.73	1.506	96.96
1.240	38.29	1.508	97.90
1.250	39.82	1.510	98.10
1.260	41.34	1.512	98.53
1.270	42.87	1.514	98.90
1.280	44.41	1.516	99.21
1.290	45.95	1.518	99.43
1.300	47.49	1.520	99.67

## (六) 硫酸之比重(在15°C., 依Lunge與Isler)

比重(15°C.)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> %	比重(15°C.)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> %	比重(15°C.)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> %
1.010	1.57	1.340	43.74	1.660	73.64
1.020	3.03	1.350	44.82	1.670	74.51
1.030	4.49	1.360	45.88	1.680	75.42
1.040	5.96	1.370	46.94	1.690	76.30
1.050	7.37	1.380	48.00	1.700	77.17
1.060	8.77	1.390	49.03	1.710	78.04
1.070	10.19	1.400	50.11	1.720	78.92
1.080	11.60	1.410	51.15	1.730	79.80
1.090	12.99	1.420	52.15	1.740	80.68
1.100	14.35	1.430	53.11	1.750	81.56
1.110	15.71	1.440	54.07	1.760	82.44
1.120	17.01	1.450	55.03	1.770	83.32
1.130	18.31	1.460	55.97	1.780	84.50
1.140	19.61	1.470	56.90	1.790	85.70
1.150	20.91	1.480	57.83	1.800	86.90
1.160	22.19	1.490	58.74	1.810	88.30
1.170	23.47	1.500	59.70	1.820	90.05
1.180	24.76	1.510	60.65	1.825	91.00
1.190	26.04	1.520	61.59	1.830	92.10
1.200	27.33	1.530	62.53	1.835	93.43
1.210	28.58	1.540	63.43	1.837	94.20
1.220	29.84	1.550	64.26	1.839	95.00
1.230	31.11	1.560	65.08	1.840	95.60
1.240	32.28	1.570	65.90	1.8405	95.95
1.250	33.43	1.580	66.71	1.841	97.00
1.260	34.57	1.590	67.59	1.8415	97.70
1.270	35.71	1.600	68.51	1.8410	98.20
1.280	36.87	1.610	69.43	1.8405	98.70
1.290	38.03	1.620	70.32	1.8400	99.20
1.300	39.19	1.630	71.18	1.8395	99.45

比重 $15^{\circ}\text{C}$ .	$\text{H}_2\text{O}_4\%$	比重 $15^{\circ}\text{C}$ .	$\text{H}_2\text{SO}_4\%$	比重 $5^{\circ}\text{C}$ .	$\text{H}_2\text{SO}_4\%$
1.310	40.35	1.640	71.99	1.8390	93.70
1.320	41.50	1.650	72.82	1.8385	99.95
1.330	42.66				

(七) 醋酸之比重(在 $15^{\circ}\text{C}$ ., 依 Oudemann)

比重	%	比重	%	比重	%	比重	%
1.0007	1	1.0333	26	1.0623	51	1.0747	76
1.0022	2	1.0375	27	1.0631	52	1.0748	77
1.0037	3	1.0388	28	1.0638	53	1.0748	78
1.0052	4	1.0400	29	1.0646	54	1.0748	79
1.0067	5	1.0412	30	1.0653	55	1.0748	80
1.0083	6	1.0424	31	1.0660	56	1.0747	81
1.0093	7	1.0436	32	1.0666	57	1.0746	82
1.0113	8	1.0447	33	1.0673	58	1.0744	83
1.0127	9	1.0459	34	1.079	59	1.0742	84
1.0142	10	1.0470	35	1.0685	60	1.0739	85
1.0157	11	1.0481	36	1.0691	61	1.0736	86
1.0171	12	1.0492	37	1.0697	62	1.0731	87
1.0185	13	1.0502	38	1.0702	63	1.0726	88
1.0200	14	1.0513	39	1.0707	64	1.0720	89
1.0214	15	1.0523	40	1.0712	65	1.0713	90
1.0228	16	1.0533	41	1.0717	66	1.0705	91
1.0242	17	1.0543	42	1.0721	67	1.0696	92
1.0256	18	1.0552	43	1.0725	68	1.0686	93
1.0270	19	1.0562	44	1.0729	69	1.0674	94
1.0284	20	1.0571	45	1.0733	70	1.0660	95
1.0298	21	1.0580	46	1.0737	71	1.0644	96
1.0311	22	1.0589	47	1.0740	72	1.0625	97
1.0324	23	1.0598	48	1.0742	73	1.0604	98
1.0337	24	1.0607	49	1.0744	74	1.0580	99
1.0350	25	1.0615	50	1.0746	75	1.0553	100

## (八) 氫氧化鉀液之比重(15°C., 依 Pickering)

比重(15°C.)	KOH%	比重(15°C.)	KOH%	比重(15°C.)	KOH%
1.0834	1	1.17855	19	1.35485	36
1.01752	2	1.18839	20	1.36586	37
1.02671	3	1.19637	21	1.37686	38
1.03593	4	1.20834	22	1.38793	39
1.04517	5	1.2838	23	1.39706	40
1.05443	6	1.22849	24	1.41025	41
1.06371	7	1.23856	25	1.42150	42
1.07302	8	1.24838	26	1.43239	43
1.08240	9	1.25918	27	1.44429	44
1.09183	10	1.26954	28	1.45577	45
1.10127	11	1.27997	29	1.46733	46
1.11076	12	1.29046	30	1.47896	47
1.12031	13	1.30102	31	1.49067	48
1.12991	14	1.31166	32	1.50245	49
1.13995	15	1.32233	33	1.51430	50
1.14925	16	1.33313	34	1.52622	51
1.15898	17	1.34396	35	1.53822	52
1.16875	18				

## (九) 氫氧化鈉液之比重(在15°C., 依 Gerlach與Schiff)

比重(15°C.)	NaOH%	比重(15°C.)	NaOH%	比重(15°C.)	NaOH%
1.012	1	1.233	21	1.47	41
1.023	2	1.247	22	1.456	42
1.035	3	1.258	23	1.468	43
1.046	4	1.269	24	1.478	44
1.059	5	1.279	25	1.488	45
1.070	6	1.290	26	1.499	46
1.031	7	1.301	27	1.508	47
1.092	8	1.310	28	1.519	48
1.103	9	1.321	29	1.529	49



比重(15°C.)	NaOH%	比重(15°C.)	NaOH%	比重(15°C.)	NaOH%
1.115	10	1.352	30	1.540	50
1.126	11	1.343	31	1.551	51
1.137	12	1.351	32	1.530	52
1.148	13	1.363	33	1.570	53
1.159	14	1.374	34	1.580	54
1.170	15	1.384	35	1.591	55
1.181	16	1.395	36	1.601	56
1.192	17	1.405	37	1.611	57
1.202	18	1.415	38	1.622	58
1.213	19	1.426	39	1.633	59
1.225	20	1.437	40	1.643	60

## (十) 氫氧化銨之比重(在15°C.)

比重(15°C.)	NH <sub>3</sub> %	在15°C.1升所含之NH <sub>3</sub> (克)	對士1°C.比重之改正
1.000	0.00	0.0	0.00018
0.999	0.45	4.5	0.00018
0.996	0.91	9.1	0.00019
0.994	1.37	13.6	0.00019
0.992	1.84	17.2	0.00020
0.990	2.31	22.9	0.00020
0.988	2.80	27.7	0.00021
0.986	3.30	32.5	0.00021
0.984	3.80	37.4	0.00022
0.982	4.30	42.2	0.00022
0.980	4.80	47.0	0.00023
0.978	5.30	51.8	0.00023
0.976	5.80	56.6	0.00024
0.974	6.30	61.4	0.00024
0.972	6.80	66.1	0.00025
0.970	7.31	70.9	0.00025
0.968	7.82	75.7	0.00026
0.966	8.33	80.5	0.00026

比重(15°C.)	NH <sub>3</sub> %	在15°C. 1升所含之NH <sub>3</sub> (克)	對士1°C. 比重之改正
0.964	8.84	85.2	0.00027
0.962	9.35	89.9	0.00028
0.960	9.91	95.1	0.00029
0.958	10.47	100.3	0.00030
0.956	11.03	105.4	0.00031
0.954	11.60	110.7	0.00032
0.952	12.17	115.9	0.00033
0.950	12.74	121.0	0.00034
0.948	13.31	126.2	0.00035
0.946	13.88	131.3	0.00036
0.944	14.46	135.6	0.00037
0.942	15.04	141.7	0.00038
0.940	15.63	146.9	0.00039
0.938	16.22	152.1	0.00040
0.936	16.82	157.4	0.00041
0.934	17.42	162.7	0.00041
0.932	18.03	168.1	0.00042
0.930	18.64	173.4	0.00042
0.928	19.25	178.6	0.00043
0.926	19.87	184.2	0.00044
0.924	20.49	189.3	0.00045
0.922	21.12	194.7	0.00046
0.920	21.75	200.1	0.00047
0.918	22.39	205.6	0.00048
0.916	23.03	210.9	0.00049
0.914	23.68	216.3	0.00050
0.912	24.33	221.9	0.00051
0.910	24.99	227.4	0.00052
0.908	25.65	232.9	0.00053
0.906	26.31	238.3	0.00054
0.904	26.98	243.9	0.00055
0.902	27.65	249.4	0.00056
0.900	28.33	255.0	0.00057