

水分別稀釋到約 30—40 毫升左右，按好緩衝管(10)迅速地與冷凝管連接，防止空氣中 CO_2 的侵入。按裝完畢後，取小漏斗放在分液漏斗上(1)，向其中加 10 毫升濃 H_2SO_4 (分液漏斗本身具有刻度)，立即取下小漏斗，將自來水龍頭打開通入到冷凝管內，並將附有蘇打石灰(鈉石灰)管及橡皮塞的打氣球按在分液漏斗上，小心的進行打氣，同時開啓分液漏斗的活塞¹⁾，把濃 H_2SO_4 壓入凱氏瓶(2)中，硫酸全部流入後，應馬上關好活塞，取下打氣球，緊接着向分液漏斗中加入蒸餾水 40 毫升²⁾，小心的搖動凱氏瓶中溶液 1 分鐘，使硫酸、重鉻酸鉀和樣品混合均勻，用文火加熱煮沸 4 分鐘(防止有大量白煙發生，如有少量白煙沒有關係)。同時洗氣瓶也要一起加熱(可用三個頭酒精燈)³⁾，隨後用打氣球按在分液漏斗上，先將打氣球內空氣打足，然後小心地打開分液漏斗的活塞，把預先加好的蒸餾水 40 毫升小心強壓入凱氏瓶(2)中，壓入後立即關好活塞，加大火(與加熱洗氣瓶的酒精燈調換，用三個頭的酒精燈)煮沸 4 分鐘，再打氣 2—3 分鐘⁴⁾。完畢後，先取下盛有 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 吸收 CO_2 的兩個三角瓶(9)及(11)，然後熄火，立刻取下打氣球使空氣通入(勿關活塞防止倒吸)，再關閉水龍頭，再將吸收 CO_2 的三角瓶用蒸餾水洗好。通氣管上附着的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 分別加入酚酞兩滴，先後用 0.1N HCl 滴定⁵⁾(後滴定的三角瓶(11)應加塞防止空氣中 CO_2 侵入)。滴定至溶液紅色消失為終點。

計算：

$$\text{有機質}\% = \frac{(A - B) \times C \times 0.01035 \times 100}{W}$$

式中：A = 0.4N $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 10 毫升或 20 毫升，相當於 0.1N HCl 的毫升數

B = 滴定過剩 0.4N $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 所用的 0.1N HCl 毫升數

C = HCl 的濃度

0.01035 = 1 個毫當量相當的有機質量毫克數

100 = 計算百分數

W = 土重

2. 全氮的測定：將測定有機質後的消化液用分液漏斗加入蒸餾水稀釋，溶液的總體積為 60—65 毫升左右。搖動均勻後取下洗氣系統(4)(5)(6)，換上玻璃管(12)將消化系統(3)與冷凝管(7)上端連接起來，再取下吸收系統 A，換上內盛 3 % 硼酸 25 毫升加有兩滴甲基紅—溴甲酚綠指示劑的吸收系統 B，用緩衝管(18)與冷凝管下端連接用以吸收氮。一切準備完善後，把小漏斗放在分液漏斗上加入 45% NaOH 溶液 40 毫升，打開分液漏斗的活塞使溶液流入凱氏瓶中，完全關閉活塞，取下小漏斗慢慢的搖動凱氏瓶混合均勻，再加大火蒸餾，煮沸 4 分鐘後再打氣(不要太快)兩分鐘蒸餾完畢，先取下氮的吸收瓶(18)及(17)，然後熄火，再取下打氣球(勿關分液漏斗活塞)，將吸收氮後的 H_3BO_3 用 0.1N HCl

1) 分液漏斗的活塞應常塗凡士令保持轉動光滑，但不應塗得太多。

2) 向分液漏斗中預先加入 40 毫升蒸餾水，不但可防止活塞受熱打不開的困難，並為下一步用水蒸氣趕出發生的 CO_2 有很大的作用。

3) 三頭酒精燈火力較大，在消化有機質時不能用大火，一定要用文火。但用大火先加熱洗氣瓶(5)是非常重要的，用其發生的水蒸氣來消滅 SO_2 的等氣體起很大作用。

4) 打氣兩分鐘為了迅速的趕出 CO_2 。

5) 過剩的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液用 0.1N HCl 滴定，要注意不能滴定過快，否則局部酸過多有溶解 BaCO_3 的可能性。滴定时充分搖動是極其必要的。

滴定由藍變微紅即達終點。計算公式如下：

$$N\% = \frac{(A - B) \times C \times 0.014 \times 100}{W}$$

式中：A = 滴定鉍用去的 HCl 毫升數

B = 空白消耗的 HCl 毫升數

C = HCl 的濃度

0.014 = 一個毫當量等於 0.014 克氮

100 = 計算百分數

W = 土重

三、試劑的配製

1. 濃 H_2SO_4 比重 1.84, 1—2 瓶。

2. 重鉻酸鉀固體的 320 克左右。

3. $0.4N Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ ：用戥子稱取 6.3 克 $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ 於 500 毫升的燒杯中，加水溶解，放在 100 毫升的容量瓶中加水至刻度。搖動均勻後倒在試劑瓶中，用標準的 $0.1N HCl$ 標定濃度。

4. $0.1000N HCl$ ：用刻度吸管取 12 毫升 $4N HCl$ 放在 500 毫升的試劑瓶中，再加蒸餾水 496 毫升混合均勻後，用 $1/100$ 的戥子稱取 1.91 克硼砂，在 50 毫升的燒杯中溶解，然後洗入 100 毫升的量瓶中，加水至刻度搖動均勻。此溶液為準確的 $0.1000N$ ，用 10 毫升吸管取 10 毫升溶液放在 100 毫升的三角瓶內，加甲基紅-溴甲酚綠指示劑 1—2 滴，用配好的鹽酸滴定由藍變至微紅即達終點。計算如下：

$$N \times V = N' \times V'$$

式中：N = 硼砂的濃度

V = 硼砂的毫升數

N' = HCl 濃度

V' = HCl 的毫升數

例如：取 $0.1000N$ 硼砂 10 毫升，用 HCl 滴定共用去 HCl 10.5 毫升，求 HCl 的濃度。將其代入上述的公式中即得：

$$0.1 \times 10 = N' \times 10.5$$

$$N' = 0.0952 \text{ HCl 濃度。}$$

5. 硼酸 3%：稱取硼酸 3 克，加蒸餾水 100 毫升溶解之。

6. 5% H_2SO_4 ：取 2.8 毫升濃 H_2SO_4 定溶為 100 毫升。

7. 酚酞指示劑：0.25 克指示劑溶於 25 毫升 95% 酒精中。

8. 甲基紅-溴甲酚綠指示劑：先用 95% 酒精分別配製 0.1% 的甲基紅和溴甲酚綠溶液，然後按甲基紅溶液與溴甲酚綠溶液 1:5 混合。

9. 凡士令：10 克左右，塗分液漏斗的活塞用。

10. 鈉石灰（蘇打石灰）：100 克左右，用防止空氣中 CO_2 的侵入裝鈉石灰管過濾氣體用。

11. 45% NaOH: 稱取 NaOH 225 克, 加普通水溶解並稀釋至 500 毫升。
12. 硫酸銀: 1 小瓶約 25 克, 洗氣用(使 Cl^- 沉澱)。
13. 10% H_2SO_4 : 取 H_2SO_4 (比重 1.84) 6.1 毫升, 稀釋至 100 毫升。

四、儀器裝置

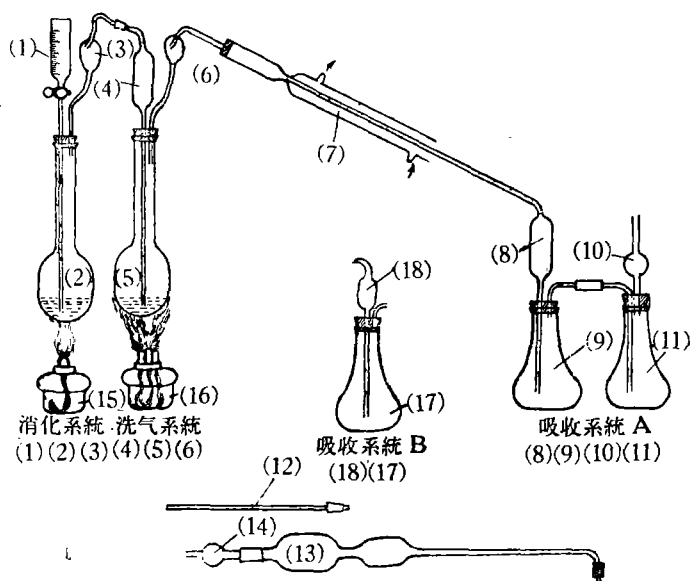
(一)消化系統——(1)是一個筒形的具有刻度的 60 毫升分液漏斗, 主要用作向凱氏瓶內加入濃 H_2SO_4 、蒸餾水及 NaOH 等;(2)為消化及蒸餾用的凱氏瓶;(3)定氮球;(15)一個燈頭的酒精燈, 加文火時用。

(二)洗氣系統——(4)緩衝管, 防止洗液(內含 Ag_2SO_4 0.1—0.2 克及 10% 的 H_2SO_4 溶液 40 毫升)的倒吸;(5)洗氣瓶, 淨化 CO_2 氣體;(6)定氮球;(16)三個燈頭的酒精燈加大火時用。

(三)冷卻系統——(7)冷凝管, 用作冷凝水蒸氣、 CO_2 及氨, 促進吸收作用。

(四)吸收系統 A——(8)緩衝管, 防止吸收液的倒吸;(9)及 (11) 150 毫升三角瓶, 內盛 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液及吸收 CO_2 用;(10)鈉石灰管, 防止空氣中 CO_2 的侵入; 吸收系統 B——(18)緩衝管;(17) 150 毫升三角瓶盛 3 % 硼酸用。

(五)其他——(12)帶橡皮塞玻璃管, 定氮時用;(13)打氣球, 一方面為了將水及溶液壓入消化瓶, 另一方面用打氣的辦法使殘留的 CO_2 或 NH_3 氣體迅速趕出被吸收;(14)鈉石灰管, 在打氣時防止空氣中 CO_2 進入消化瓶;(17)盛硼酸用的 150 毫升三角瓶;(18)緩衝管。



C/N 測定裝置圖解