

线,转折点在含盐量 0.16% 附近。这是因为我县土壤含 CaCO_3 10% 左右,当含盐量低于 0.16% 后, NaCl 等可溶盐继续减少,而重碳酸盐的浓度则基本上不变,即由盐分组成明显改变所引起。此外,与土壤颗粒固有的电阻也有关系。

3. 图 3 中的曲线是根据多点结果的众值而绘成的。对于水液来说,各个测样的蒸干法与电测法结果的相对误差一般在 10% 以内,也有到 20% 的。对于饱和土浆来说,相对误差一般在 20% 以内,在低盐分情况下,少数土样的相对误差也有达到 30—50% 的(其绝对误差为含盐量 0.01—0.02%,对于说明生产问题没有很大关系)。作为指导农业生产的一个速测方法还是可用的。

(四)存在问题

本仪器在使用中发现的主要问题是对于某些土样,特别是含盐量较高的土样,电桥指示的平衡点不够明确,即谷点不尖锐。这可能是振荡器输出波形严重失真以及极片材料有关,有待进一步查明与改进。

分析方法

浓氨水的快速测定法

中国科学院南京土壤研究所分析室

氨水是高含氮量的化肥之一,由于它的挥发性大,在搬运或贮存过程中易引起氨的大量损失。为了正确计算施肥量和鉴定氨水的品质都要及时进行分析,并借以改进运输措施和保管条件来提高氨水的利用率。为此,需要有一个氨水的快速分析方法。

氨水的分析,一般是将其稀释液与过量的标准酸作用后,再用标准碱回滴过剩酸的间接滴定法,但是由于反复多次稀释(稀释几百倍甚至上千倍)也较为烦琐费时,又可能带来氨的挥发损失。在滴定时,并且要用两种标准溶液(标准酸和标准碱),而对标准酸过量程度的控制上尚有一定困难(用量有时多有时少,酸的浓度有时大有时小),同时标准碱的浓度也易于改变。因此,我们为了简化操作手续,应用带有多量固体硼酸的饱和溶液进行了吸收氨水的尝试,以标准酸直接滴定取得了满意的结果。

固体硼酸本身是作为一种“后备试剂”来使用的,从而使硼酸溶液吸收氨的缓冲性能大大地加强了,就是说,当一遇到溶液中吸收氨的硼酸不足时,固体硼酸即迅速溶解,而承担了不断供给硼酸的作用。

通过试验我们发现当硼酸吸收氨以后,它的溶解度比硼酸在蒸馏水中时的溶解度大得多。这样就克服了过去因硼酸溶解度小吸收氨量小的限制,从而使该法测定氮量的范围得到了扩大。

一、试剂:

1. 固体硼酸 (二级)。
2. $1N H_2SO_4$ 标准溶液 (适用浓氨水的滴定) 或 $0.1N H_2SO_4$ 标准溶液 (适用稀氨水的滴定)。
3. 混合指示剂: 称取溴甲酚绿 0.5 克和甲基红 0.1 克溶解在 100 毫升 95% 酒精中, 用稀 NaOH 或稀 HCl 调节之, 使呈淡紫红色, 其 pH 应为 4.5。

二、仪器设备:

1. 250 毫升三角瓶;
2. 2—5 毫升刻度吸管;
3. 洗耳球。

三、操作步骤:

用粗天平称取 5—7 克固体硼酸放在 250 毫升三角瓶中, 加蒸馏水 25 毫升或 50 毫升充分摇动 1 分钟, 使硼酸尽量溶解 (尚有大量固体存在), 用装有洗耳球的吸管吸取浓氨水 1—2 毫升 (在夏季高温时最好吸取经稀释一倍的氨水 2—4 毫升比较安全), 将吸管插入三角瓶中的硼酸液面下缓慢加入, 边加边轻轻摇动, 然后, 再加混合指示剂 2—3 滴, 用 $1N H_2SO_4$ 标准溶液滴定, 这时试液由蓝色转为淡紫红色即达终点。

在滴定的过程中部分硼酸将逐渐由液相析出变为固体, 这种现象对滴定并无干扰。这种带固体的硼酸吸收液可连续使用。

四、问题讨论:

1. 饱和的硼酸溶液中尚保留着绝大部分的硼酸固体, 这是本法的特点。利用这种固体部分作为吸收氨的“后备试剂”, 从而加强了吸收液的缓冲性能, 并扩大了测定氨的范围。

2. 用吸管加入浓氨水时, 吸管的尖端务必插入硼酸的液面之下, 不要悬空在液面之上, 否则引起氨的大量挥发, 使结果偏低。

3. 加浓氨水时速度要慢些, 同时要边加边轻轻地摇动, 否则由于氨的局部过量, 反使粉状的硼酸变成大的结块, 而不易溶解, 影响滴定。

4. 硼酸吸收液连续使用后, 其体积将逐渐增大, 可将上部清液弃去一部分, 必要时再补加适量的固体硼酸或指示剂, 供继续使用。

5. 如果要求对氨水作更精确地测定时, 可将吸收氨水后的硼酸溶液定容至 250 毫升 (其中的氨不会挥发也不会变质), 摇匀后, 再由其中吸取一部分, 用 $0.05—0.10 N H_2SO_4$ 溶液进行滴定即可。