

分析快速鹽酸

褚 峻 章 譯

重工業出版社出版

矽酸鹽快速分析

И. И. 華西里耶夫著

褚 皎 章 譯

教 綱 編 輯 委 員 會 印 行

П. И. ВАСИЛЬЕВ

М Е Т О Д Ы
УСКОРЕННОГО АНАЛИЗА
СИЛИКАТОВ

ГОСГЕОИЗДАТ 1951

矽酸鹽快速分析

譯者	褚 峻	章
校閱	龔 國	群
編校	史 文	英
出版	重 工 業 出 版	社
印 行	鞍 鋼 編 輯 委 員 會	
總 經 售	中 國 圖 書 發 行 公 司	
印 刷	旅 大 人 民 第 二 印 刷 廠	
印 製 冊 數	0001—4000 冊	
定 價	4000 元	

1953年7月付排, 1953年9月出版

序 言

矽酸鹽分析依一般人所熟知的標準方法，取得結果固屬精確，惟所費時間精力太多，且如此高度的精確，實際上完全不需要。因此需要尋求於短時間內所得結果足夠準確的快速分析法。BK3 正足以解決這樣的需要。

在化學分析實驗室 ВИМС 近數年所進行的試驗方法，與標準方法之間的主要區別，即為快速的化學分析方法。



目 錄

序 言

一、矽酸鹽分析

I. 二氧化矽之測定	1
II. 鐵、鋁、鈦氧化物含量之測定	3
1. 用吡啶沉澱鐵、鋁、鈦等氧化物	4
2. 用氫氧化鉍沉澱鐵、鋁、鈦等氧化物	5
III. 用吡啶同時沉澱測定二氧化矽及鐵、鋁、鈦等氧化物	6
IV. 氧化鐵之測定	9
V. 二氧化鈦之測定	12
VI. 氧化鈣及氧化鎂之測定	14
1. 氧化鈣及氧化鎂之測定, 使鎂沉澱為鉀鹽鎂	15
2. 氧化鈣及氧化鎂之測定, 使鎂沉澱為磷酸鎂	18
VII. 氧化鉀及氧化鈉之測定	20
1. 鉀鈉含量之測定	21
1) 重量法	21
2) 容量法	23
2. 氧化鉀之測定	25
3. 氧化鈉之測定	27

二、粘土及高嶺土分析

I. 二氧化矽之測定	30
II. 氧化鋁之測定	34
III. 氧化鐵之測定	38
VI. 二氧化鈦之測定	38
V. 氧化鈣之測定	38

三、另取試料單獨測定氧化鐵及氧化鈣

I. 氧化鐵之測定	40
II. 氧化鈣之測定	42

參考文獻

矽 酸 鹽 分 析

本法不作矽酸鹽之全分析，只分析其主要成分——測定二氧化矽，氧化鋁，氧化鐵，二氧化鈦，氧化鈣，氧化鎂及鹼金屬之氧化物。

I. 二氧化矽之測定

測定二氧化矽，當用鹼熔劑使其分解之後，用鹽酸及動物膠使其沉澱 (К. М. Тимофеев, 1933; Weiss, Sieger, 1940; ГОСТ 2642—44)。在與鹽酸作用之下矽酸不出沉澱，而只凝成膠溶體。因此促進矽酸從溶液中沉澱之條件有重大意義。諸如鹽酸之濃度（大於30%），溶液之蒸發，使沉澱與濃鹽酸於冷處長期接觸，或於加過30—35毫升比重 1.19 鹽酸之後經短期煮沸。溶液於加動物膠時之溫度（60—70°）及濾過之前必須放置相當時間等。

當用動物膠沉澱矽酸時，若僅用鹽酸一次處理不能完全，其遺留於溶液中矽酸之量並不與其含量之多少成比例。其含量少時遺留於溶液中之量相當多，因此無需不必要的減少試料之用量以免結果過低。

爲要直接測定二氧化矽，通常採用重量法，隨帶空白試驗以校正灼燒後殘渣的純度。

需 用 試 藥

- (1) 鹽酸，比重 1.19。
- (2) 鹽酸 (1:1)。於50毫升之鹽酸（比重 1.19）中加入50毫升蒸餾水。
- (3) 硫酸 (1:1)。調製法為於蒸餾水中加入同容積比重 1.84的硫酸。
- (4) 氟氫酸，40%，〔化學純〕。
- (5) 無水碳酸鈉。
- (6) 動物膠，1%溶液，新鮮調製的。1克動物膠溶於100毫升蒸餾水中，加熱至 70°C。
- (7) 硝酸銀，1%溶液。1克硝酸銀溶於100毫升蒸餾水，貯於褐色玻璃瓶中。

操 作 方 法

稱取試料 1 克於白金坩堝中與 6 倍重量的無水碳酸鈉混和，依常法熔融。熔塊放冷後，移置於 250—300 毫升之燒杯中，用少量熱水洗滌坩堝。將燒杯蓋以表皿，從縫中徐徐加入 20 毫升之鹽酸（比重 1.19），於水浴（或低溫電熱盤）上加熱至熔塊完全分解，用玻璃棒研細其塊。

於用以熔融的坩堝中加少量鹽酸（比重 1.19），加熱，使其殘餘熔塊溶解，將溶出物合併於主液內，洗滌表皿，溶液蒸發至呈濕潤的鹽類時為止（不必乾涸）。

於燒杯之鹽類中加30毫升之鹽酸（比重 1.19），放置過夜。若須立即沉澱矽酸，則須將加過濃鹽酸的溶液煮沸10分鐘（註）。

將燒杯置於水浴上（不論是過夜的或煮沸的），加熱至 70°使杯中液體之面浸入水浴水平面下少許，當杯中液體達至水浴之溫度時，加新近配製出的 1%動物膠溶液10毫升，用玻璃棒劇烈攪拌 4—5 分鐘。再於水浴中放置10分鐘。然後將燒杯取出，待其完全冷卻並經過

註——若放置過夜，所得結果更準確。

10分鐘之後，用9公分之白邊濾紙濾過矽酸沉澱，濾液收集於250毫升之容量瓶中。用小片無灰濾紙小心地擦淨殘留於玻璃杯中矽酸之顆粒及當溶液濃縮時所形成緊附於杯壁的圓圈形沉澱。濾紙上殘渣用熱水洗至無 Cl^- 為止（用1%硝酸銀溶液試驗）。濾液保存。

濾紙連同矽酸沉澱置於白金坩堝中，乾燥，在噴燈上灼燒（1000—1200°）至衡量。坩堝中殘渣用水濕潤，加數滴（1:1）硫酸及5毫升氟氫酸，蒸發至乾。乾燥的殘渣灼燒秤量。

試料中二氧化矽含量依公式計算之，

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{(A-B) \cdot 100}{H}$$

式中 A—矽酸加坩堝之重量；

B—用氟氫酸及硫酸處理過矽酸之後的坩堝及殘渣之重；

H—試料重。

將坩堝中殘渣與少量碳酸鈉熔融，融塊用熱水處理，用鹽酸酸化，所得溶液在沉澱了矽酸之後合併入濾液內，集於容量瓶中。瓶中溶液用水稀釋至標線，小心混和均勻。取其一部分定鐵、鋁、鈦等氧化物含量，鈣和鎂；另二份供定鐵及鈦用。

II. 鐵、鋁、鈦等氧化物含量之測定

測定鐵、鋁、鈦等氧化物含量為使三價金屬呈氫氧化物沉澱，其法為用氫氧化鉍二次沉澱，用吡啶之目的與此相同，而沉澱可限於一次。

吡啶，如此弱的鹼其 PH 值不可能超過 6.5，當用此作用時可有效地避免溶液中氫游子局部地急劇的變化。與碳酸作用不產生吡啶之鹽類。這些都有利於使三價金屬從二價及一價的金屬中順利的分離。但溶液中和時必須嚴格遵守下述中和時的條件，使氫氧化物在所需的氫離子濃度沉澱。

1. 用吡啶沉澱鐵、鋁、鈦等氧化物

需 用 試 藥

- (1) 氫氧化鉍，25%溶液。
- (2) 氫氧化鉍，10%溶液，於100毫升25%的氫氧化鉍溶液中加入150毫升蒸餾水。
- (3) 吡啶，20%溶液，20毫升吡啶與80毫升蒸餾水混和。
- (4) 硝酸鉍，2%溶液，2克硝酸鉍溶解於100毫升蒸餾水並用氫氧化鉍中和以甲基紅為指示劑。
- (5) 硝酸銀，1%溶液，1克硝酸銀溶解於100毫升之蒸餾水中並用0.5毫升比重1.4的硝酸酸化之。
- (6) 甲基橙，0.1%溶液，0.1克甲基橙溶於100毫升之蒸餾水中。
- (7) 甲基紅0.1%溶液。0.1克甲基紅溶於100毫升60%之酒精中。

操 作 方 法

從分離了矽酸所得的濾液（貯於250毫升容量瓶中的）吸取100毫升置於400毫升之燒杯內，用蒸餾水稀釋至200毫升加4毫升20%吡啶及3—4滴甲基橙溶液，用濃氫氧化鉍中和其大部分之酸，溶液加熱至沸騰並用玻璃棒攪拌滴加10%氫氧化鉍至呈顯著的指示劑的橙色（稍近黃色）。此時溶液吡啶的鹽的存在為起緩衝作用，依照加入氫氧化鉍之程度而釋放出一定量的游離吡啶，由其氣味可以聞出。

徐徐加入20毫升20%吡啶於已中和的溶液中，加濾紙沫（一張9公分直徑濾紙）小心攪拌。將燒杯移置熱水浴上加熱攪10分鐘，以便更好地使沉澱凝結。避免在水浴上長期加熱而使吡啶消耗太多，並降低溶液之PH值。氫氧化物沉澱用快速的或中度緻密的濾紙濾過（紅邊或白邊濾紙）。殘留於燒杯中的部分沉澱用小片濾紙小心地擦下併入沉澱內。沉澱用2%熱中性硝酸鉍溶液洗至無 Cl^- 反應為止。（用

1%硝酸銀溶液試驗)。於濾液內加數毫升25%氫氧化鉍溶液，蒸發以後逐去其過量的吡啶，溶液保存以供定鈣鎂。

將沉澱連濾紙移入鉛坩堝中，乾燥，灰化濾紙，於噴燈上灼燒坩堝中之沉澱至恒量為止。試料中鐵、鋁、鈦等氧化物之含量可依下式計算：

$$R_2O_3 (\%) = \frac{(B-A) \cdot 0.100}{M \cdot H},$$

B—鐵、鋁、鈦等氧化物加坩堝之重；

A—空坩堝之重；

O—試液總容積之毫升數；

M—所取用以定量三價氧化物之試液之毫升數；

H—試料重。

2. 用氫氧化鉍沉澱鐵、鋁、鈦等氧化物

需 用 試 藥

(1) 鹽酸 (1:3)，於 100 毫升比重 1.19 之鹽酸中加入 300 毫升蒸餾水並攪拌之。

(2) 氫氧化鉍，25% 溶液。

(3) 氫氧化鉍，10% 溶液。於 100 毫升 25% 的氫氧化鉍溶液中加入 150 毫升蒸餾水。

(4) 氯化鉍，2% 溶液。2 克氯化鉍溶解於 100 毫升蒸餾水中，用氫氧化鉍中和，以甲基紅為指示劑。

(5) 硝酸鉍，2% 溶液。2 克硝酸鉍溶解於 100 毫升蒸餾水中，用氫氧化鉍中和，以甲基橙為指示劑。

(6) 硝酸銀，1% 溶液。1 克硝酸銀溶解於 100 毫升蒸餾水中，並用 0.5 毫升比重 1.4 的硝酸酸化之。

(7) 甲基紅，0.1% 溶液。0.1 克甲基紅溶解於 100 毫升 60% 之酒精中。

操 作 方 法

從分離了矽酸所得的濾液中（貯於 250 毫升容量瓶中的），吸出 100 毫升，置於 400 毫升之燒杯中，用水稀釋至 150—200 毫升，加 2—3 滴甲基紅溶液，加熱至開始沸騰後，於攪拌中滴加 10% 氫氧化鉍溶液使成氫氧化物沉澱，至呈指示劑的黃色為止。溶液加熱至沸，將燒杯置於熱水浴上使沉澱沉降。若溶液中和適宜（呈現指示劑的黃色）。用紅帶或白帶濾紙過濾。用 2% 熱氫化鉍溶液洗滌燒杯壁，然後用此氫化鉍洗滌沉澱 2—3 次。

將濾紙及沉澱返入原來的燒杯內，加 50 毫升 (1:3) 鹽酸，加熱至沉澱溶解，用玻璃棒將濾紙搗碎，加 150 毫升蒸餾水，2—3 滴甲基紅，用 10% 氫氧化鉍溶液依上法進行第二次沉澱氫氧化物，將靜置後的沉澱濾過，連同濾紙沫一起移於濾紙上。燒杯壁上的小顆粒，用小塊無灰濾紙擦淨，於濾紙上用 2% 熱硝酸鉍溶液洗滌至無氯離子反應為止。（用 1% 硝酸銀溶液試驗）。將濾液保存以供定鈣及鎂之用。

將沉澱連濾紙移入白金坩堝中，烘乾，使濾紙灰化，於噴燈上灼燒坩堝中之沉澱至恒量為止。試料中鐵、鋁、鈦等氧化物之含量其計算法與前節相同。

Ⅲ. 用吡啶同時沉澱測定二氧化矽及鐵、鋁、鈦等氧化物

此處所提供之方法為用鹽酸使矽酸沉澱後，不經過濾，再用吡啶沉澱鐵、鋁、鈦等氧化物，試液雖由酸性變成中性，但不致增加矽酸之溶解度，因為氫氧化物沉澱於溶液中起了保護作用，主要的是氫氧化鋁，由於其膠體特性並能與矽酸作用之故，鐵同時與鋁存在於溶液中似能與之相互作用，因而稍使氫氧化鋁之保護性能降低。（依其對矽酸而言）。

當用吡啶沉澱時，必須嚴格遵守溫度條件，不許溶液超過 50°—

60°，並且不要加過量的氫氧化鉍以超過甲基橙所指示的中和之量。氫氧化物沉澱後必須加過量的吡啶使溶液之 PH 達所需之值 (6.0)。用吡啶法可使鐵、鋁、鈦等氧化物以一次沉澱即可與二價及一價物分離。

爲了測定二氧化矽及鐵、鋁、鈦等氧化物使矽酸與氫氧化物之沉澱灼燒，秤量並用氫氨酸及硫酸處理之。此時所生成之硫酸鹽敷於坩堝之底及壁上成厚層。並且當以後灼燒時轉變成氧化物無大困難。

此法適用於含有高鋁的矽酸鹽（花崗石，Нефелин，長晶石，高嶺土，Риолит，及其他），不含鋁的岩石則不採用此法。

用此法定二氧化矽，即使用於含矽酸超過70% 同時存在不小於6% 三氧化二鋁岩石亦能得滿意之結果。但若試料含有鐵則必須相當地增加其最低限度的含鋁量，俾使矽酸得以充分分離。

此法工作中所獲經驗尙不足以確定其對於礦石組成的應用範圍。

需 · 用 · 試 · 藥

- (1) 鹽酸，比重 1.19。
- (2) 鹽酸 (1:1)，於50毫升比重 1.19之鹽酸中加入50毫升之蒸餾水。
- (3) 硫酸 (1:1)，於蒸餾水中加入等容量之硫酸。
- (4) 硫酸 (1:9)，以10毫升比重 1.84之硫酸加入90毫升蒸餾水中。
- (5) 氫氨酸，40%。
- (6) 氫氧化鉍，25%。
- (7) 氫氧化鉍，10%溶液。於100毫升25%氫氧化鉍中加 150 毫升蒸餾水。
- (8) 吡啶，20%溶液。20毫升吡啶與80毫升蒸餾水混和。
- (9) 無水碳酸鈉。
- (10) 焦性硫酸鉀。
- (11) 硝酸鉍，2%溶液。2克硝酸鉍溶於100毫升之蒸餾水中，以甲基紅爲指示劑用氫氧化鉍中和之。

(12) 硝酸銀，1%溶液。1克硝酸銀溶於100毫升蒸餾水中，並用0.5毫升比重1.4的硝酸酸化之，貯於黑色玻璃瓶中。

(13) 甲基橙，0.1%溶液。0.1克甲基橙溶解於100毫升蒸餾水中。

(14) 甲基紅，0.1%溶液。0.1克甲基紅溶解於100毫升60%之酒精中。

操 作 方 法

秤取矽酸鹽試料0.5克置於鉚坩堝中與6倍重量的無水碳酸鈉混合依常法熔融，熔塊移置於300—400毫升之燒杯中，用(1:1)鹽酸溶解，溶液蒸發至呈潮濕的鹽類，然後加20毫升比重1.19之鹽酸，放置過夜或煮沸10分鐘立即繼續操作。(試料之分解及矽酸之脫水其詳細操作方法於本章第一節論及)

溶液放置過夜或煮沸之後，加50毫升蒸餾水，4毫升20%吡啶溶液2—3滴甲基橙，攪拌之使鹽類溶解，不必加熱，立刻於攪拌中用滴管加10%氫氧化鉍溶液至溶液呈顯著的橙色為止(與黃色接界)。然後滴加20毫升30%吡啶溶液。於帶有沉澱的溶液中加入濾紙沫(一張9公分直徑的濾紙)，小心攪拌，隔5—10分鐘用中等緻密的9—10公分的白帶濾紙過濾。將沉澱連濾紙沫一起附於濾紙上，用小塊濾紙小心揩淨殘留於杯壁及因溶液於蒸發時所生成緊附於燒杯四周的矽酸沉澱。濾紙上的沉澱用2%熱硝酸鉍溶液洗至無 Cl^- 為止。(用1%硝酸銀溶液試驗)。於濾液中加數毫升之25%氫氧化鉍溶液，蒸發以驅除過量的吡啶，溶液保存供定鈣和鎂。

將沉澱連濾紙移入已知重量的鉚坩堝中，烘乾，灰化濾紙於 1100° — 1200° 灼燒沉澱至恒量為止。

灼燒過的沉澱用數滴蒸餾水潤濕之加3毫升(1:1)硫酸及5毫升氫氟酸，蒸發，必須避免混合氧化物因濺出而遭受損失，尤其當將近生成硫酸煙之時更要小心，將盛有乾燥殘渣之坩堝小心地灼燒使硫酸鹽分解，然後在 1000° — 1200° 燒至恒量。

試料中二氧化矽及鐵、鋁、鈦等氧化物之含量可依下式計算之：

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{(B - \Gamma) \cdot 100}{H}$$

$$\text{R}_2\text{O}_3(\%) = \frac{(\Gamma - A) \cdot 100}{H}$$

B——坩堝 + 矽酸 + 鐵、鋁、鈦等氧化物合量之重；

Γ——坩堝 + 鐵、鋁、鈣等氧化物合量之重；

A——空坩堝之重；

H——試料重（克）。

於鉑坩堝中之已經灼燒過的鐵、鋁、鈦等氧化物，加焦性硫酸鉀（5克）蓋上蓋，在噴燈上小心加熱，其溫度只要能維持其呈熔液狀態，不能超過此溫度。氧化物熔解完全與否，很易檢查，將帶有熔融物的坩堝移於亮處，並使其放冷，在冷卻時熔融物變成清晰可看見坩堝之底，由此可證明完全熔解。

熔解完畢，轉動坩堝，使熔融物分佈於坩堝內部四壁，放冷後，加少量熱硫酸（1：9）溶液，並用玻璃棒使溶塊由坩堝移入燒杯中，用（1：9）硫酸洗滌坩堝並稀釋至50毫升，加熱至溶塊完全溶解，溶液冷卻，移入100毫升之容量瓶中，用水稀釋至標線，所得溶液留供定鐵及鈦之用。

IV. 氧化鐵之測定

用比色法定鐵，為依其與磺基水楊酸在氫氧化鉍溶液中所成複鹽之顏色之深淺測定之。（И. М. Кореман, 1934; В. М. Пешкова 和 А. Д. Егоров, 1935; В. И. Кузнецов, 1946.）其顏色經久不變，且於溶液中雖有相當多過量的試劑與其他鹽類亦似乎無影響，通常一般矽酸鹽成分中惟有錳當其於試料中含量高時（很少遇到），生成櫻色溶液，註將有礙鐵之測定；若溶液中存在相當量的銅、鎳、鈷、鉻等游離其顏色也有礙鐵之測定。過氧化氫可使溶液的櫻色消失。

註——И. П. Алимарин (1941) 於微量分析法中論及加羥胺或肼以除去有害的鎳的影響。

此法可用以測定試料含鐵至10%，並且足夠的準備（此量為大部分通常的矽酸鹽及礦石中含鐵的最高量）。

在實際操作的第三部份（另取試料分別測定三氧化二鐵及氧化鈣為用重鉻酸容量法定鐵，以矽鉬酸及苯代磷氨基代苯酸（Фенилан-трилиловая Кислота）為指示劑。

重鉻酸法不止限於另取試料定鐵，且可適用於全分析時所得之溶液，惟須不含動物膠。

需 用 試 藥

（1）氫氧化鉍，25%溶液。

（2）磺基水楊酸，25%溶液。25克磺基水楊酸溶解於75毫升之蒸餾水中，必要時過濾。

（3）鐵鹽之標準溶液，秤取 0.1 克（化學純）三氧化二鐵置燒杯中，加25—30毫升（1:1）鹽酸，加熱至溶解。所得溶液移於1 呎之容量瓶中，加水稀釋至標線，1 毫升標準液含有 0.0001 克三氧化二鐵。

鐵鹽之標準溶液也可以用硫酸亞鐵鉍調製取青綠色的硫酸亞鐵鉍結晶（化學純）0.4911 克溶解於40毫升（1:3）硝酸中，煮沸至除去氧化氮為止。移於1 呎之容量瓶中加水稀釋至標線。

標準溶液中三氧化二鐵之含量可以用重量法校正之。用移液管吸取 100 毫升此溶液用氫氧化鉍使沉澱為氫氧化鐵，用鹽酸溶解再沉澱一次，當沉澱時加濾紙沫，濾出之沉澱小心地灰化，於800°—900°在通風良好的條件下灼燒至恒量。將沉澱之量除以 100 得 1 毫升溶液中三氧化二鐵之含量。

（4）調製定鐵時所用各級標準溶液。取同樣直徑的（12—15公厘）附有10毫升標線的無色玻璃試管。量出一定體積的標準溶液於每一試管中，加 1 毫升25%磺基水楊酸及 1 毫升25%氫氧化鉍（反應必須於強鹼性中進行）。溶液之體積稀釋至10毫升；充分振盪並將試管塞緊，各試管中所含鐵之量於表 1 表示之。標準液貯藏於特製之木箱中隔 1—2 月校正之。

表 1 標準溶液之等級

試管 編號 No.	氧化鐵含量	試管 編號 No.	氧化鐵含量	試管 編號 No.	氧化鐵含量
1	0.0000000	11	0.0000036	21	0.0000076
2	0.0000010	12	0.0000040	22	0.0000080
3	0.0000012	13	0.0000044	23	0.0000088
4	0.0000014	14	0.0000048	24	0.0000096
5	0.0000016	15	0.0000052	25	0.0000104
6	0.0000018	16	0.0000056	26	0.0000112
7	0.0000020	17	0.0000060	27	0.0000120
8	0.0000024	18	0.0000064	28	0.0000128
9	0.0000028	19	0.0000068	29	0.0000136
10	0.0000032	20	0.0000072	30	0.0000144

操 作 方 法

測定鐵用已分離了矽酸（本章第一節）之後的鹽酸溶液，或鐵、鋁、鈦等氧化物用焦性硫酸鉀熔融後的硫酸溶液（本章第二節）其含鐵以不超過 0.7 毫克為限（計算成氧化物），置於 50 毫升之容量瓶中，加 5 毫升 25% 磺基水楊酸及氫氧化鉍至有強烈的氨氣逸出，溶液冷卻至室溫，用水稀釋至標線，劇烈振盪，加 10 毫升有色溶液於試管，（與配製標準液所用者一樣），並進行試料溶液與標準溶液比色，若超出標準溶液範圍以外，可減少試液之所取量，或增加其稀釋度，並適當的多加生色劑（磺基水楊酸及氫氧化鉍）比色後藉表可得出 1 毫升有色試液中氧化鐵之含量。

通常定鐵依下式計算之：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 (\%) = \frac{K \cdot P \cdot O.100}{M \cdot H}$$

K——1 毫升試液中所含三氧化二鐵之克數，此為與標準液相比

所得;

P——用以比色的試液的毫升數;

O——試液總體積之毫升數;

M——試液取以定三氧化二鐵之毫升數;

H——試料之克數。

V. 二氧化鈦之測定

加過氧化氫於含鈦之試液內，依其所生之過鈦酸之顏色進行比色以測定含鈦量，為欲消除氯化鐵或硫酸鐵之顏色，可加磷酸使鐵成微離解狀態。

需 用 試 藥

(1) 硫酸 (1:1) 調製法為於劇烈攪拌中加入等容積的比重 1.84 的硫酸於蒸餾水中。

(2) 磷酸 (正) 比重 1.7。

(3) 過氧化氫，30% 溶液。

(4) 硫酸鈦標準溶液，0.3230 克再結晶的風乾的 $K_2TiF_6 \cdot H_2O$ 置於白金皿中，加 50 毫升 (1:1) 硫酸加熱至生成強烈的煙，冷卻，用 (30—50 毫升) 蒸餾水小心洗滌皿壁，重再加熱至逸出濃厚的硫酸煙，為了保證驅除全部氟氫酸，再用水洗滌皿壁，並進行第三次加熱至生成硫酸之濃煙，將熱溶液倒入 600—700 毫升之水中，於水中事先加入 50 毫升 (1:1) 硫酸，用水小心洗滌白金皿，所得溶液移於 1 升之容量瓶中，加水稀釋至標線，每 1 毫升之溶液中含有 0.0001 克氧化鈦。

用重量法標定標準液。吸取每份 100 毫升的溶液二份，用氫氧化鉍二次沉澱氫氧化鈦，第二次沉澱時加濾紙沫。將沉澱過濾並用中性硝酸鉍 2% 溶液小心洗滌，將沉澱及濾紙置入已知重量的坩堝中，灰化，灼燒，秤量，沉澱重量除以 100 得出 1 毫升標準溶液中二氧化鈦之含量。