

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

钛的冶金分析

(内部资料)

科学出版社

75.251
248.5

钛的冶金分析

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

(内部资料·注意保存)

科 学 出 版 社

1966.9.6 P 7

内 容 简 介

本书叙述了金属钛、四氯化钛、熔盐、电解质、高钛渣及其他中间产品的分析方法。可供科学研究机关和产业部门从事钛分析工作人员参考，也可供高等院校和中等专业学校分析化学教学参考之用。

钛 的 冶 金 分 析

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

*

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

北京市书刊出版业营业许可证出字第 061 号

中国科学院印刷厂印刷

科学出版社发行

*

1966 年 4 月第 一 版 开本：850×1168 1/32

1966 年 4 月第一次印刷 印张：2 15/16

印数：0001—1,700 字数：74,000

统一书号：13031·2293

本社书号：3474·13—4

定 价：0.60 元

前 言

几年来,随着我国科学技术的飞跃发展,分析工作也有了相应的提高。原子能、半导体、电子技术、航空等领域的进展,势必对稀有金属的冶金、加工和半导体材料的制取等方面提出了越来越高的要求,这就必须有更多更好的分析方法与之相适应。而目前在国内却很少看到这方面的成套资料。有鉴于此,我们将日常分析中所使用的一些方法加以整理,分成六册出版,希望达到总结工作、交流经验、共同提高的目的。这六册书是:

- (1) 锂和铍的冶金分析;
- (2) 钛的冶金分析;
- (3) 锆和铪的冶金分析;
- (4) 铌和钽的冶金分析;
- (5) 稀有金属合金和有色金属合金的分析;
- (6) 半导体材料的分析。

为着使用上的方便,将光谱分析、极谱分析和金属中气体的分析,同有关物料的化学分析编在一起,不再另订一册。

在整理材料和编写的过程中,注意到了去粗取精的原则,舍弃了一些不够成熟的方法。但是,由于我们的工作还做得不够深入细致,在编写书刊方面也缺乏经验,书中一定还存在着不少缺点,在分析方法配套方面,也可能满足不了有关冶金分析工作者的要求。我们诚恳地希望有关单位和读者随时向我们提出宝贵的意见,帮助我们改进工作。

编 者

1965年11月于北京

目 录

第一章 金属钛的分析	1
§ 1-1 概述	1
§ 1-2 铁的测定	1
§ 1-3 铜和镍的测定	3
§ 1-4 铬的测定	6
§ 1-5 锰的测定	8
§ 1-6 镁的测定	9
§ 1-7 钒的测定	12
§ 1-8 磷的测定	13
§ 1-9 硅的测定	14
§ 1-10 氮的测定	16
§ 1-11 硫的测定	17
§ 1-12 碳的测定	19
I. 气体容量法	19
II. 氢氧化钡容量法	22
§ 1-13 氢和氧的测定(真空熔化微压法)	24
§ 1-14 氮的测定	27
§ 1-15 钛的测定	31
第二章 四氯化钛的分析	34
§ 2-1 概述	34
§ 2-2 铁的测定	34
§ 2-3 钒的测定	36
I. 钒酸比色法	36
II. 催化比色法	37
§ 2-4 硅的测定	41
§ 2-5 铝的测定	43
§ 2-6 铜和镍的测定	46

§ 2-7	铬的测定	46
§ 2-8	锰的测定	47
§ 2-9	镁的测定	48
§ 2-10	钠的测定	49
§ 2-11	游离氮的测定	51
§ 2-12	硫的测定	52
§ 2-13	铋、锡、铅、锑、镉的光谱测定	54
第三章	熔盐的分析	57
§ 3-1	概述	57
§ 3-2	铁的测定	57
§ 3-3	铝的测定	59
	I. EDTA 滴定法	59
	II. 铝试剂比色法	61
§ 3-4	钛的测定	62
§ 3-5	氯的测定	64
§ 3-6	钠的测定	65
第四章	电解质的分析	67
§ 4-1	概述	67
§ 4-2	总钛量的测定	67
§ 4-3	二价钛和三价钛的测定	68
§ 4-4	铁的测定	70
§ 4-5	铬的测定	71
§ 4-6	锰的测定	71
第五章	高钛渣的分析	73
§ 5-1	概述	73
§ 5-2	钛的测定	73
§ 5-3	铁的测定	74
§ 5-4	二氧化硅的测定	75
	I. 碱熔法	75
	II. 焦硫酸钾分解法	76
§ 5-5	氧化铝的测定	77
§ 5-6	氧化钙和氧化镁的测定	79
§ 5-7	锰的测定	81

§ 5-8 钒的测定	82
I. 磷钨钒酸比色法	82
II. 二苯胺磺酸钠比色法	83
§ 5-9 铀、钍和稀土的测定	85

第一章 金属钛的分析

§ 1-1 概 述

金属钛是钛的冶金工艺过程的最终产品，通常需要作较全面的分析，本章中所述金属钛中各元素的测定方法，灵敏度见表1。

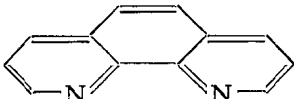
表1 金属钛中各元素测定方法的灵敏度

元素	方 法	灵 敏 度 %	元素	方 法	灵 敏 度 %
Fe	邻菲绕啉比色	2.5×10^{-3}	Cl	硝酸银比浊	3×10^{-3}
Cu	铜试剂比色	2×10^{-4}	S	极谱法	1×10^{-4}
Ni	镍试剂比色	2×10^{-4}	C	气体容量法	5×10^{-2}
Cr	二苯卡巴腓比色	2×10^{-3}	C	氢氧化铝容量法	3×10^{-3}
Mn	高锰酸盐法比色	2×10^{-3}	H	真空熔化微压法	5×10^{-4}
Mg	达旦黄比色	1×10^{-3}	O	真空熔化微压法	2×10^{-3}
V	钒酸法比色	5×10^{-3}	N	容量法	1×10^{-2}
P	钼蓝法比色	5×10^{-4}	N	奈斯勒试剂比色	5×10^{-4}
Si	钼蓝法比色	2×10^{-3}	Ti	铁铵矾容量法	—

§ 1-2 铁的测定

方法要点

本方法是基于在 pH 3—5 的酒石酸盐溶液中，二价铁与邻菲

绕啉  反应，生成红色的络合物。钛不必预

先分离。相当于铁含量 40 倍的 Sn, Al, Ca, Mg, Zn, Si; 20 倍的 Cr, Mn, V, P; 5 倍的 Ni, Cu, Co 不干扰铁的测定。方法灵敏度为 $2.5 \times 10^{-3}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸: 一级品.
- (2) 硫酸: 一级品.
- (3) 硝酸: 一级品.
- (4) 酒石酸钾钠: 30% 水溶液.
- (5) 盐酸羟胺: 10% 水溶液.
- (6) 邻菲绕啉: 0.25% 水溶液.
- (7) 醋酸钠: 75% 水溶液.

(8) 铁标准溶液: 溶解 0.8634 克铁铵矾 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ 于水中, 加入 5 毫升浓硫酸, 在容量瓶中用水稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克铁. 取此溶液的整分部分用 0.1N 硫酸准确稀释 10 倍, 1 毫升相当于 10 微克铁.

- (9) 光电比色计.

分析步骤

称取 0.5 克金属钛试样放入铂皿中, 加入少许水后滴加氢氟酸使样品溶解. 滴入硝酸将低价钛完全氧化. 加入 5 毫升浓硫酸, 摇匀, 在电炉上蒸发至冒硫酸烟¹⁾. 取下冷却, 在不断摇动下小心从皿壁加入蒸馏水稀释. 移入 50 毫升容量瓶中, 冷却至室温后用水稀释至刻度, 摇匀.

从容量瓶中取 2 毫升试样溶液放入带磨口塞的 25 毫升比色管中, 加入 2 毫升 30% 酒石酸钾钠溶液, 1 毫升 10% 盐酸羟胺溶液, 摇匀. 投入一小块刚果红试纸. 滴加 75% 醋酸钠溶液至试纸恰呈红紫色. 加 1 毫升 0.25% 邻菲绕啉溶液, 用水稀释至 10 毫升, 摇匀. 20 分钟后在光电比色计上用绿色滤光片(波长 530 毫微米)、2 厘米液槽测量光密度. 从工作曲线上求得铁的含量. 或用

1) 开始冒硫酸烟后可转动铂皿, 使硫酸溶液全部润湿铂皿内壁, 再继续蒸发片刻, 将氟驱尽. 不要用水冲洗皿壁蒸发冒烟, 因为这样钛很容易形成难溶解的偏钛酸析出.

目视比色法测定¹⁾。用同样手续做试剂空白试验。

工作曲线的绘制：将 0.0, 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 毫升铁标准液 (1 毫升相当于 10 微克铁) 放入带磨口塞的 25 毫升比色管中, 加 1 毫升 30% 酒石酸钾钠溶液²⁾, 按上述步骤显色和进行光度测定, 以光密度对铁浓度作图。

§ 1-3 銅和鎳的測定

方法要点

在 pH 4—6 的酒石酸盐溶液中, 用二乙基二硫代氨基甲酸铅络合物的氯仿溶液萃取铜, 并在有机相中比色测定铜的含量。留在水相中的镍, 在 pH 8—9 时以丁二酮肟镍络合物的形式用氯仿萃取将其富集, 然后在氨性介质中用丁二酮肟比色测定。由于无色的二乙基二硫代氨基甲酸铅络合物比 Fe, Mn, Ni, Co 相应的络合物稳定得多, 即使溶液中存在 5 毫克的 Fe, Mn, Co, Ni 也不干扰铜的测定。在酒石酸盐和盐酸羟胺存在下, 用氯仿萃取丁二酮肟镍络合物时, 也可使镍与 Fe, Mn, Co 分离。酒石酸盐的存在, 可以将钛保持在溶液中。

本方法的灵敏度对铜和镍均为 $2 \times 10^{-4}\%$ 。误差 $\pm 10\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸：一级品。
- (2) 硫酸：一级品。
- (3) 硝酸：一级品。
- (4) 酒石酸钾钠：一级品, 10% 水溶液。

1) 试液中的铁低于 3 微克时, 最好是在加入邻菲绕啉溶液 20 分钟之后加入 1 毫升 0.1M 高氯酸钾和 1.00 毫升硝基苯, 振荡 1 分钟。与同样处理的标准色阶比较有机相的颜色深度 (在此情况下, 所用试剂溶液亦须以同样方法提纯)。这样可大大提高方法的灵敏度。

2) 标准色阶溶液由于不含钛, 因而只加 1 毫升酒石酸钾钠溶液即可。若加 2 毫升, 则有白色固体析出, 妨碍测定。

(5) 氨水: 一级品, 1:1.

(6) 二乙基二硫代氨基甲酸铅氯仿溶液: 称 0.2 克二乙基二硫代氨基甲酸钠, 0.2 克硝酸铅及 1 克酒石酸钾钠, 在烧杯中加水溶解, 移入 500 毫升分液漏斗中, 用稀氨水中和至酚红指示剂变为红色 ($\text{pH} = 7.5$), 加 350 毫升氯仿, 振荡 2—3 分钟, 将有机层放入另一分液漏斗中, 用蒸馏水洗涤有机层两次, 然后将有机层移入试剂瓶中, 用氯仿稀释至 1 升.

(7) 酚红指示剂: 0.1% 水溶液.

(8) 氯仿: 一级品, 重蒸馏.

(9) 盐酸羟胺: 一级品, 10% 水溶液.

(10) 饱和溴水.

(11) 丁二酮肟(镍试剂): 1% 酒精溶液.

(12) 铜标准溶液: 将 0.3929 克硫酸铜 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中, 加入 10 毫升浓盐酸, 在容量瓶中用水稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克铜. 用 0.1N 盐酸将此溶液稀释 10 倍, 1 毫升相当于 10 微克铜.

(13) 镍标准溶液: 将 0.4784 克硫酸镍 $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中, 加入 10 毫升浓盐酸, 在容量瓶中用水稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克镍. 用 0.1N 盐酸将此溶液稀释至 10 倍, 1 毫升相当于 10 微克镍.

(14) 光电比色计.

分析步骤

按测定铁的步骤 (§ 1-2) 制备试样溶液. 或从测定铁时制备好的试样溶液中分取部分溶液用来测定铜和镍.

1. 铜的测定 从容量瓶中分取 10—25 毫升试样溶液, 放入 100 毫升分液漏斗中, 加入 10—25 毫升 10% 酒石酸钾钠溶液¹⁾, 用氨水 (1:1) 中和到 pH 5, 准确加入 5 毫升二乙基二硫代氨基甲酸

1) 加入酒石酸钾钠溶液的量, 以将溶液中和至所需 pH 后钛不水解析出, 且无酸性酒石酸盐析出为宜.

铅氯仿溶液,剧烈振荡2分钟,静置后将有机层移入干燥的比色管中,在光电比色计上用蓝色滤光片(波长530毫微米)、2厘米液槽测量光密度,从工作曲线上求得铜的含量。

每批试样分析以同样手续作试剂空白试验。

工作曲线的绘制:将0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0毫升铜标准溶液(1毫升相当于10微克铜),分别放入100毫升分液漏斗中,均加入1毫升10%酒石酸钾钠溶液¹⁾,以水稀释至约30毫升,调节酸度至pH 5,按照上述手续萃取铜和测量光密度。以光密度对铜浓度作图。

2. 镍的测定 在上述萃取铜之后的水层溶液中,添加10毫升酒石酸钾钠溶液,加入1毫升10%盐酸羟胺溶液²⁾,1滴酚红指示剂,用氨水(1:1)中和至指示剂变为红色。加入5毫升1%丁二酮肟溶液,摇匀,5分钟后加入10毫升氯仿,振荡2分钟,静置后将有机层放入50毫升烧杯中。用10毫升氯仿再萃取一次。合并有机层后,在水浴上蒸干。将烧杯置于电炉上用硝酸和硫酸(也可用硫酸和双氧水)彻底破坏有机物,并蒸至近干。冷却后加入2—3毫升水,加热使盐类完全溶解。冷却,移入带磨口塞的25毫升比色管中,加入1毫升10%酒石酸钾钠溶液,0.5毫升饱和溴水,摇匀后放置10分钟。用氨水(1:1)中和到溶液的颜色褪去,再过量2毫升。加入1毫升1%丁二酮肟溶液,用水稀释至10毫升,摇匀,15分钟后,在光电比色计上用蓝色滤光片(波长420毫微米)、2厘米液槽测量光密度,从工作曲线上求得镍的含量。

以同样手续做试剂空白试验。

标准曲线的绘制:将0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0毫升镍标准溶液(1毫升相当于10微克镍)放入带磨口塞的25毫升比色管中,加入1毫升10%酒石酸钾钠溶液,用水稀释至约5毫升。加入0.5毫升饱和溴水,摇匀后放置10分钟。用氨水中和到溶液颜色

1) 在调节酸度时,试剂空白溶液中可能有固体酒石酸盐析出,但不影响结果。

2) 加入盐酸羟胺是为了防止锰在氨性介质中被空气氧化到四价。四价锰也与丁二酮肟反应并被氯仿萃取。

褪去并过量 2 毫升。按照上述手续显色和测量光密度。以镍浓度对光密度作图。

§ 1-4 铬的测定

方法要点

在热的硫酸溶液中,在催化剂银离子存在下,用过硫酸铵将铬氧化到六价,然后用二苯卡巴肼作显色剂比色测定铬(反应产物为紫红色)。七价锰干扰测定,可加入盐酸将其还原到二价加以消除。铁的含量不超过铬的 15 倍时,可加入 EDTA 消除其干扰¹⁾。方法灵敏度为 $2 \times 10^{-3}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸: 二级品。
- (2) 硝酸: 二级品。
- (3) 硫酸: 二级品。浓的和 2N 溶液。
- (4) 过硫酸铵: 二级品, 20% 水溶液, 用时配制。
- (5) 高锰酸钾: 1% 水溶液。
- (6) 硝酸银: 1% 水溶液。
- (7) 盐酸: 1:9。
- (8) 二苯卡巴肼: 0.25% 溶液。将 0.25 克试剂溶于丙酮与水的混合物(1:1)中。
- (9) 铬标准溶液: 称取 0.3734 克铬酸钾 K_2CrO_4 (预先在 105°C 烘 1 小时) 溶于水中, 移入 1 升容量瓶中, 稀释至刻度, 1 毫升相当于 0.1 毫克铬。取部分此溶液, 用水准确稀释 10 倍, 1 毫升相当于 10 微克铬。

1) 大量铁的存在会使显色后的溶液带黄褐色, 并使铬的测定结果偏低。加入 EDTA 溶液(使 EDTA 的最终浓度为 0.001 M), 可消除不高于铬的 15 倍量铁的干扰。若不加 EDTA, 铁的允许存在量是铬量的 2.5 倍。金属钛中铁的含量通常不足以影响铬的测定。一般不必加入 EDTA。

(10) 光电比色计。

分析步骤

按测定铁的步骤 (§ 1-2) 制备试样溶液。或从测定铁时制备好的试样溶液中,分取部分溶液用来测定铬。

从容量瓶中分取 5 毫升试样溶液,放入 50 毫升烧杯中,加入 2 毫升 1% 硝酸银溶液,4 毫升 20% 过硫酸铵溶液,煮沸。若无高锰酸根的玫瑰红色出现,滴入 1% 高锰酸钾溶液至出现玫瑰红色,继续煮沸 10 分钟。然后加入 5 毫升盐酸(1:9),若加热 5 分钟后玫瑰红色不消失,再补加 3—5 毫升盐酸(1:9)。再煮沸 10 分钟,至高锰酸根的颜色完全褪去,并使氯化银凝聚。冷却后将溶液移入 25 毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 2—3 小时或过夜,使溶液澄清。

用移液管吸取 5 毫升上部的清液,放入带磨口塞的 25 毫升比色管中,用水稀释至约 8 毫升,加入 0.5 毫升 0.25% 二苯卡巴肼溶液,用水稀释至 10 毫升¹⁾,摇匀,在光电比色计上用绿色滤光片(波长 530 毫微米)、2 厘米液槽测量光密度²⁾。从工作曲线上求得铬的含量。或用目视比色法测定。与分析试样的同时做试剂空白试验。

工作曲线的绘制:在一系列带磨口塞的 25 毫升比色管中,分别加入 0.00, 0.02, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 毫升铬标准溶液(1 毫升相当于 10 微克铬),加入 1 毫升 2N 硫酸,用水稀释至约 8 毫升,加入 0.5 毫升 0.25% 二苯卡巴肼溶液,用水稀释至 10 毫升,摇匀,按上述条件测量光密度。以光密度对铬浓度作图。

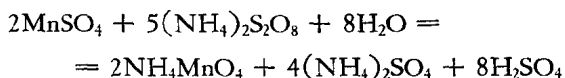
1) 显色时溶液的适宜酸度是 0.2 N。若酸度过高,溶液颜色不稳定。

2) 若在显色后的溶液中加入 1 克氯化钠,用 5 毫升异戊醇将有色反应产物萃取到有机相比色,可提高灵敏度。

§ 1-5 錳的測定

方法要点

在硫酸(1:9)溶液中,有催化劑銀離子存在下,用过硫酸銨將錳氧化為紫紅色的高錳酸根,根據溶液顏色的深度比色測定錳的含量。反應如下:



本方法的靈敏度為 $2 \times 10^{-3}\%$, 相對誤差為 $\pm 15\%$ 。

試劑與儀器

- (1) 氫氟酸: 二級品。
- (2) 硫酸: 二級品。
- (3) 硝酸: 二級品。
- (4) 過硫酸銨: 10% 水溶液, 用時新鮮配制。
- (5) 硝酸銀: 1% 溶液。1 克硝酸銀溶於 100 毫升 5% 硝酸中。
- (6) 錳標準溶液: 稱取 0.1 克高純金屬錳(預先用稀酸洗淨表面氧化物)溶於 10 毫升硫酸(1:3)中, 在容量瓶中稀釋至 1 升, 1 毫升相當於 0.1 毫克錳。將此溶液的整分部分用硫酸(1:9)準確稀釋 10 倍, 1 毫升相當於 10 微克錳。
- (7) 光电比色計。

分析步骤

按照測定鐵的步驟 (§ 1-2) 制备試樣溶液。或從測定鐵時制备好的試樣溶液中分取部分溶液用來測定錳。

從容量瓶中分取 5 毫升試樣溶液置於帶磨口塞的 25 毫升比色管中, 加入 2 滴 1% 硝酸銀溶液和 1 毫升 10% 過硫酸銨溶液, 用

硫酸(1:9)将溶液稀释至 10 毫升¹⁾, 摇匀, 在沸水浴中加热 5 分钟, 冷却后在光电比色计上用绿色滤光片 (波长 545 毫微米)、2 厘米液槽测量光密度, 从工作曲线求得锰的含量。或用目视比色法测定。以同样手续做试剂空白试验。

工作曲线的绘制: 在一系列带磨口塞的 25 毫升比色管中, 分别加入 0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 毫升锰标准溶液 (1 毫升相当于 10 微克锰), 用硫酸(1:9)稀释至约 5 毫升, 加入 2 滴 1% 硝酸银溶液和 1 毫升 10% 过硫酸铵溶液, 用硫酸(1:9)稀释至 10 毫升, 摇匀, 在沸水浴中放置 5 分钟, 冷却。按上述条件测量光密度, 以光密度对锰浓度作图。

§ 1-6 鎂的測定

方法要点

在 10% 硫酸溶液中用铜铁试剂的氯仿溶液萃取分离钛, 镁留在水相中。破坏水相中的有机物之后, 在碱性溶液中用达旦黄色测定镁。显色时在碱性溶液中能形成氢氧化物沉淀的元素, 如 Cr(III), Ni(II), Mn(II) 等, 由于吸附达旦黄而使颜色强度减弱。铝的存在也使颜色强度减弱。上述干扰元素, 大部分可在显色前以 8-羟基喹啉络合物和二乙基二硫代氨基甲酸络合物形式, 以氯仿萃取分离。铬则以 CrO_2Cl_2 形式驱除。铜、镍等重金属用氰化钾掩蔽。方法灵敏度为 $1 \times 10^{-3}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸: 一级品。
- (2) 硝酸: 一级品, 重蒸馏。
- (3) 硫酸: 一级品。

1) 溶液的酸度不应过高, 加入的过硫酸铵亦不宜过多, 否则溶液将呈深棕色 (深棕色物质的组成目前尚不清楚), 妨碍测定。

(4) 铜铁试剂的氯仿溶液¹⁾: 将 9 克铜铁试剂(二级品)溶于 100 毫升冷水中, 过滤, 得到 9% 铜铁试剂溶液。在 200 毫升分液漏斗中加入 80 毫升 1.5 N 硫酸, 40 毫升 9% 铜铁试剂水溶液, 80 毫升氯仿(重蒸馏), 振荡 1—2 分钟, 弃去水层, 有机层备用²⁾。

(5) 盐酸: 一级品。

(6) 高氯酸: 二级品, 减压蒸馏提纯。

(7) 醋酸缓冲溶液: 29 毫升 0.2M 醋酸和 171 毫升 0.2M 醋酸钠溶液混合。用氢氧化钠溶液或盐酸调整溶液酸度至 pH 5.4。

(8) 8-羟基喹啉: 0.5% 氯仿溶液。

(9) 氯仿: 重蒸馏。

(10) 二乙基二硫代氨基甲酸钠: 二级品。

(11) 盐酸羟胺: 二级品, 10% 水溶液。

(12) 氰化钾: 二级品, 10% 水溶液。

(13) 达旦黄: 0.05% 水溶液。

(14) 氢氧化钠: 10% 水溶液。

(15) 镁标准溶液: 称取 0.1 克金属镁(预先用稀酸洗净表面)溶于 10 毫升盐酸(1:3)中, 在容量瓶中稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克镁。取部分溶液用水稀释 10 倍, 1 毫升相当于 10 微克镁。

(16) 光电比色计。

分析步骤

按测定铁的步骤 (§ 1-2) 制备试样溶液, 或从测定铁时制备好的试样溶液中, 分取部分溶液用来测定镁。

从容量瓶中分取 10 毫升试样溶液放入 100 毫升分液漏斗中, 加入 20 毫升铜铁试剂的氯仿溶液, 剧烈振荡 2 分钟, 静置后放出并弃去有机相, 再以同样手续重复萃取, 直至把钛萃取完全³⁾。用

1) 铜铁试剂的氯仿溶液不稳定, 应在制备后立即使用。室温较高时, 所用的铜铁试剂水溶液、稀硫酸和氯仿应预置于冰浴中冷却。

2) 铜铁试剂经过这样处理之后, 其中可能含有的镁即转移到硫酸溶液中。

3) 可在水相中加入 1—2 滴铜铁试剂水溶液检查。有钛存在时, 生成黄色的沉淀。