

稀有金屬定量分析法

編著者 徐英明

中華書局出版

一九五一年五月初版

大學用書

希有金屬定量分析法 (全一冊)

◎定價人民幣七千元

編著者 徐英明

出版者 上海河南中路二二一號 中華書局股份有限公司

印刷者 上海澳門路四七七號 中華書局上海印刷廠

發行者 三聯·中華·商務·開明·聯營聯合組織 中國圖書發行公司

各地分店
三聯書店
中華書局
商務印書館
開明書店
聯營書店

印翻得不·權作著有

總月編號(15203) 印數1—3,000

希有金屬定量分析法

目 錄

第一章	鹼金屬元素	鋰 鈉 鉀.....5
第二章	鹼土金屬元素	鈹.....12
第三章	土金屬元素	銦 鎳 銻 鉍.....17
第四章	錫屬元素	鈦 鎳 鉛 鈷 銻.....23
第五章	鉍屬元素	銻 鉍.....43
第六章	鉻屬元素	銻 銻 鉍 鎢 鈾.....53
第七章	錳屬元素	銻.....80
第八章	鉑屬元素	鉑 鈳 銻 鈳 銻 銻.....82

希有金屬定量分析法

第一章 鹼金屬元素(The Alkali Metals)

元 素	原 子 量	比 重	融 點	沸 點	氧 化 物
鋰 (Li)	6.94	0.534	180°	1400°	Li_2O ; Li_2O_2
鉀 (Rb)	85.44	1.525	38.5°	696°	Rb_2O ; Rb_2O_2 ; Rb_2O_4
銻 (Cs)	132.81	1.903	26—27°	670°	Cs_2O ; Cs_2O_2 ; Cs_2O_4

注意——普通元素未列入,以後每章所列入表中的皆為希有金屬元素。

第一節 鋰(Lithium)

試樣的分解法:

(一)無機礦物及岩石等的熔解法: 以0.5克磨細的試樣粉末與相等重的氯化銨及三克碳酸鈉混和,放入一白金坩堝中,先以低溫加熱,直至無氨氣再產生為止(約需十五分鐘),把溫度增加,在高溫中繼續加熱熔化一小時,乃放冷,把熔質溶解於熱水中,過濾,剩下的渣滓用熱水洗濯數次,濾液照下法分析鋰。

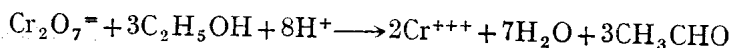
(二)鹽類的溶解法: 可直接把他溶解在熱水中。

鋰同其他元素的分離法:

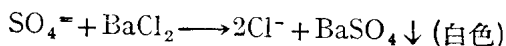
(一)同氧化矽的分離法: 把試液放於白金皿中,加鹽酸使呈酸性,放在蒸氣鍋上蒸發至乾,俟冷後加少量濃鹽酸及蒸餾水把他溶解,氧化矽則成渣滓不溶解,過濾使與母液分離,渣滓再用熱水洗濯,直至濾液試驗無氯化物存在為止。

(二)同鐵,鋁,鉻,鈦,鈾及磷酸的分離法 先把試樣溶液加熱至沸點,加數滴硝酸以氧化內中的鐵,繼則加過量氨水,再加熱至沸點,則以上夾雜之元素都能成氫氧化物沉澱出來,過濾,沉澱物用熱水洗濯,直至無氯化物存在乃止。

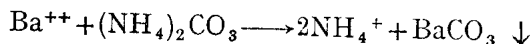
倘若試樣溶液中有鉻酸鹽(Chromate)存在,則預先把他還原成三價鉻鹽(Chromic salt),即加10—15c.c.鹽酸及少量乙醇(Alcohol)至試樣溶液中,加熱至沸騰,然後照上加氨水把他沉澱出來。



(三)同硫酸鹽的分離法: 在加熱後的試樣溶液中加入過量的氯化鉍,加熱沸騰數分鐘,則得硫酸鉍沉澱:



在未過濾前再加過量的氨水及碳酸銨溶液,則得白色碳酸鉍沉澱:



然後過濾,沉澱用清水洗濯,直至無氯化物存在為止。

(四)同鉍,鈣,鋇的分離法: 在試樣溶液中加入少許過量的氨水及碳酸銨溶液,加熱至沸點,俟沉澱完全下沉後過濾,沉澱物用熱水洗濯,洗後將沉澱重溶解在少量稀鹽酸中,再用氨水及碳酸銨把碳酸化合物沉澱出來,過濾,濾液併入第一次的濾液中,把合併的濾液放在白金皿中,蒸發至乾,然後加高溫灼燒,以除去內中的銨鹽,燒後的渣滓俟冷後加少量水和數滴氨水,碳酸銨及草酸銨,再讓他靜置數小時,使溶液中所有的鹼土元素完全沉澱出來,乃過濾,沉澱用熱水洗濯,直至濾液試驗無氯化物存在為止。

鋰的分析法:

(一)此法根據氯化鋰能溶解在戊醇(Amyl alcohol)而氯化鈉及鉀則不能。其法把試樣溶液中的雜質先照分離法把他們分離,將所得濾液蒸發增濃,倒入50c.c.的燒瓶中,加少量戊醇,放在電熱板上加熱,直至內中的水份完全趕去,而溶液的沸點增加至攝氏 132 度(純戊醇的沸點),則所有氯化鈉、鉀和極少量氫氧化鋰分離出來。過濾,把不溶解物用熱的戊醇洗濯數次,所剩下的渣滓加數滴稀鹽酸及水把他溶解,再照上法加戊醇溶出內中未取盡的氯化鋰,然後把二次所得濾液合併,把他蒸發至乾,剩下的渣滓溶解在少量稀硫酸中,倘有黑色碳質物產生,須過濾一次。濾液盛於一已知重量的白金坩堝中,蒸發至乾,然後把溫度慢慢增加,趕去過量的硫酸,最後加高溫灼燒,得硫酸鋰。

$$\text{Li}_2\text{SO}_4 \times 0.1262 = \text{Li}$$

$$\text{Li}_2\text{SO}_4 \times 0.2717 = \text{Li}_2\text{O}$$

$$\text{Li}_2\text{SO}_4 \times 0.7712 = \text{LiCl}$$

(二)當試驗溶液用分離法處理後,把只含氯化鋰的溶液蒸發至乾,再加熱至攝氏 110—130 度,以除去內中的銍鹽,不過加熱時不可把火頭集中一點,以免一部份氯化鋰亦蒸發。燒後放冷,溶解在少量水中,不溶解的碳質物須濾去,濾液直接盛於一已知重量的大白金坩堝中,加鹽酸使濾液呈酸性,放在蒸氣鍋上蒸發至乾,在攝氏 110—130 度間烘乾,然後加熱灼燒,得氯化鋰。

(三)把試樣溶液同少許過量的硫酸一同蒸發至乾,使鋰成硫酸鋰,俟冷後用熱水溶解,過濾,濾去不溶解的碳質物。濾

液盛於一已知重量的白金皿中,再加少量硫酸,然後蒸發至乾,再加熱灼燒,直至無蒸烟產生爲止,俟冷後秤得硫酸鋰重量。

(四)此法根據氯化鋰能溶解在乙醇和乙醚的混合溶液中,而氯化鈉和鉀則不能。把試樣照溶解法及分離法處理後,使試樣只含鹼金屬的氯化物溶液,然後把他蒸發至乾,再灼燒以除去內中的氫及有機物,把蒸乾的氯化物溶解在極少量水中,加一滴濃鹽酸及20c.c.無水乙醇(加乙醇時不可沿燒杯邊倒入,須由中間倒入),得氯化鈉和鉀沉澱,另再照前述加法,加60c.c.乙醚,加時須常拌攪,加後讓其靜置五分鐘,使沉澱完全沉下,用一已知重量的坩堝過濾,沉澱用一份乙醇五份乙醚的混合溶液洗濯,濾液盛於一燒杯中,在蒸氣鍋上蒸發至乾,剩下的渣滓溶解於無水乙醇中,略加熱,再加50c.c.乙醚及一滴濃鹽酸,加時須常拌攪,加後讓其靜止半小時,俟沉澱下沉後(通常只有很少沉澱產生,大部份都在第一次沉澱出來),把沉澱移入第一次用的過濾坩堝中,濾液盛於一燒杯中,沉澱用乙醇及乙醚的混合液洗濯,洗後把他烘乾灼燒,燒時須把坩堝常轉動,不使火頭集中一點,燒後放冷,秤得的重量爲氯化鉀和氯化鈉的總重,把上面所得的濾液蒸發至乾,剩下的渣滓用乙醚、水及硫酸溶解,溶液盛入一已知重量的白金皿中,蒸發至乾,再慢慢加高溫灼燒,燒後放冷,秤得重量爲硫酸鋰。

第二節 鉷和鉯(Rubidium and Cesium)

試樣的分解法: 可照第一節中鋰的溶解法處理。

銣和銣同其他元素的分離法:

(一)銣銣同鐵、鋁、鉻、鈦、硫酸鹽、鎂及鹼土金屬的分離法和第一節中銣的分離法相同。

(二)同銣的分離法: 試樣經第一分離法後,只剩銣、銣和銣的氯化物或硝酸鹽把試樣溶液蒸發至乾,溶解在100 c.c. 1:3的硝酸中,加熱至近沸點,加過量20%的9-磷鉬酸(9-Phosphomolybdic acid),約每克混合氧化物需50 c.c. 9-磷鉬酸,加時須常拌攪,然後放在蒸氣鍋上加熱,溫度保持在攝氏40—60度間約一小時,再讓他在室內溫度中靜置一小時,乃過濾,沉澱用1%硝酸鈉溶液洗濯,沉澱即為銣和銣的鉬酸鹽,銣則在濾液中。

同銣的分離法: 把上面所得的銣和銣的鉬酸鹽溶解在少量5%氫氧化鈉溶液中,通硫化氫,加熱至沸點,加硝酸使成酸性,再加熱沸騰,使沉澱都凝結下沉,過濾,洗濯後沉澱可拋棄,倘銣未完全分離,可把濾液沸騰,趕去內中的硫化氫,加少許過量溴水,再把溶液沸騰,以氧化內中被還原的銣,再通硫化氫,把他沉澱出來,過濾,濾液同第一次的合併,蒸發使容積減至20 c.c.,加60 c.c. 95%乙醇,過量氯鉑酸(Chloroplatinic acid)及數c.c. 乙醚俟沉澱下沉後,過濾,用80%乙醇洗濯,沉澱中含銣和銣的氯鉑酸鹽及極少量磷酸鈉,此對於分析銣和銣時無妨害,可不必除去。

同銣的分離法: 可把沉澱溶解在少量水中,加三滴水化肼(Hydrazine hydrate),則銣能被沉澱出來,過濾,洗濯,濾液加數滴王水(Aqua regia),把溶液沸騰,趕去過量的肼,最後濾液中含銣和銣的氯化物及少量磷酸鈉,可照下述分析法定

內中的鈷和鉍.

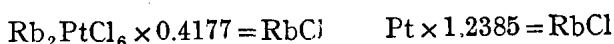
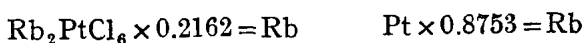
9-磷鉬酸的配製：把 12-磷鉬酸 (Dodeca-phosphomolybdic acid) 加熱至 300—350 度，直至溶液由橘黃色完全變成綠色。俟冷後加水溶解，把溶液加少量溴水，氧化此綠色溶液，然後慢慢蒸發，則產生黃色稜形結晶，即 9-磷鉬酸 ($P_2O_5 \cdot 18MoO_3 \cdot 24-30H_2O$) 過濾，結晶溶解在蒸餾水中，使成 20% 溶液。

(三)同鉀的另一分離法：取試樣溶液先照上法把一部份混雜物分離，只餘下鹼金屬元素。在試液中加過量硝酸，蒸發至乾，使內中氯化物都變成硝酸鹽。加極少量水溶解，再加硝酸鉍鈉 (Sodium bismuth nitrate) 溶液，加時須常拌攪。加畢讓其靜置一天(瓶須蓋緊)，用古氏坩堝 (Gooch crucible) 過濾，沉澱用 5c.c. 1:1 水和丙酮 (Acetone) 的混合溶液洗滌。洗後再單用丙酮洗滌，洗畢在攝氏 100 度間烘乾，用熱水把他洗入燒杯中，然後加過量鹽酸，蒸發至乾，以趕去硝酸鹽及亞硝酸鹽。燒乾的渣滓溶解在含少量鹽酸的水溶液中，通硫化氫，令鉍成硫化物沉澱出來。過濾，濾液加熱沸騰，以趕去過剩的硫化氫。冷後再分析內中的鈷及鉍。

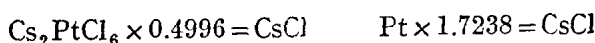
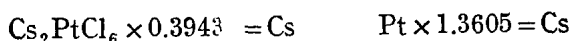
鈷和鉍的分離法及分析法：鈷和鉍很難完全分離，下述二方法較為適用：

(一)矽鎢酸法 (Silico-tungstic acid method)：把只含氯化鈷和氯化鉍的試樣溶液蒸發至容積為數 c.c. 時，乃加少量濃鹽酸，再繼續蒸發至乾，以趕去內中的硝酸。俟冷後再加 75c.c. 的 6N 鹽酸，把渣滓溶解，加 0.5—1 克溶解在數 c.c. 水中的矽鎢酸，加後讓其靜置十二小時，過濾，沉澱用 6N 鹽酸洗滌，濾液可照上述分離法(二)用氯鉍酸把鈷變成氯鉍酸鈷沉澱出來而定。

鉀量內中過剩的矽鎢酸對此法無妨害故可不必除去。



由上面所得的沉澱內含鉀，可將其溶解在少量 5% 氫氧化鈉溶液中，加硝酸使略呈酸性，并冲淡至 200c.c.，然後加過量 10% 硝酸亞汞 (Mercurous nitrate) 溶液，則得矽鎢酸亞汞 (Mercurous silico-tungstate) 沉澱，過濾，用 1% 硝酸亞汞洗滌，洗後濾液加少量王水，加熱沸騰，使汞完全氧化成二價汞，然後亦可照上面分離法(二)用氯鉀酸把鉀變成氯鉀酸鉀。



(二)氯化銻—三氯化鐵法 (Antimony chloride—Ferric chloride method) 先照分離法中用氯鉀酸法得鉀，鉀的氯鉀酸鹽總重，沉澱溶解在熱水中，把內中的鉀照分離法(二)除去，蒸發至乾，得混合氯化物，加相等重量的三氯化鐵水溶液，及相當量濃醋酸(一克混合氯化物約需 50c.c. 濃醋酸)，加熱至沸騰，加相當容積 30% 三氯化銻的濃醋酸溶液，所得沉澱其大概成份為 $4\text{CsCl}_4 \cdot \text{SbCl}_3 \cdot \text{FeCl}_3$ ，讓其靜置十二小時，過濾，用 5% 酸性三氯化銻溶液洗滌，洗後把沉澱溶解在少量鹽酸中，加水冲淡至溶液濃度為每 100c.c. 溶液含 3c.c. 鹽酸，通硫化氫使銻成硫化銻沉澱出來，過濾，濾液加熱沸騰，趕去過剩的硫化氫，加數 c.c. 硝酸氧化內中的鐵，再加氨水使他沉澱出來，過濾，濾液蒸發至乾，慢慢的燒以趕去銨鹽，最後照上法使鉀變成氯鉀酸鉀，以定鉀量。 $\text{CsPtCl}_6 \times 0.3943 = \text{Cs}$

第二章 鹼土金屬元素

(Metals of the Alkaline Earth)

元 素	原 子 量	比 重	融 點	沸 點	氧 化 物
鈹(Be)	9.02	1.842	大約280°	—	BeO
鐳(Ra)	225.97	—	700°	—	

鐳的分析須用特別儀器,故未列入本章。

鈹(Beryllium or Glucinum)

鈹同其他元素的分離法:

(一)同硫化氫組(Hydrogen sulfide group)中各元素的分離法: 把試樣溶液中砷素先除去,然後在這酸性溶液中通硫化氫,把硫化氫組元素沉澱出來,過濾,濾液加熱沸騰,以趕去過剩的硫化氫,加硝酸或過氧化氫以氧化內中的鐵,加過量氫氧化鈉,則鐵(鈦,鋯)沉澱出來,過濾,濾液加硝酸使呈酸性,再加氫氧化銨使呈鹼性,則鈹和鋁沉澱出來,過濾,沉澱溶解在少量酸溶液中,用稀氫氧化銨溶液中和,加碳酸氫鈉(約使溶液含10%碳酸氫鈉),略加熱,則得氫氧化鋁沉澱,過濾,濾液加水沖淡,加熱至沸,則得氫氧化鈹沉澱,倘有 PO_4 存在,可在酸溶液中加鉬酸銨,使成磷鉬酸銨沉澱,過濾,再拿濾液定鈹量。

(二)同鐵,鈦,鋯,鉻,及希土金屬等的分離法: 先於試樣溶液加酸,使呈酸性,加熱,加硝酸起氧化作用,然後加過量氫氧化鈉,加熱沸騰,則鈹,鋁,鉍(Germanium),釩,磷仍在溶液中,其餘都沉澱出來,過濾,濾液用鹽酸中和,加固體碳酸氫鈉(使溶液

中約含10%碳酸氫鈉),加熱至沸點,把所產生的沉澱過濾,洗滌,濾液則用於分析鉍。

鉍的分析法:

(甲)倘試樣溶液為含約0.1克氧化鉍的酸性溶液,則可照下法分析: 在試樣溶液中加碳酸鈉,直至溶液呈渾濁狀,加鹽酸使澄清,加熱至攝氏70度,用長玻璃管通空氣入溶液,同時加 50c.c. 6% 亞硝酸鉍,拌攪,再加 20c.c. 甲醇(Methyl alcohol). 空氣的通入,是幫助趕去溶液起作用時所產生的一氧化氮和二氧化氮. 甲醇的加入,是用以除去內中的亞硝酸(Nitrous acid),使成亞硝酸甲酯(Methyl nitrite):



加碳酸鈉中和,則沉澱產生,可即過濾,用 2% 醋酸鉍洗滌,烘乾後灼燒成氧化鉍。

(乙)試樣溶液內如含矽素及硫化氫組中的元素,可照分離法,把他們除去. 濾液加熱沸騰,趕去過剩的硫化氫,加硝酸以氧化內中的鐵. 然後加少許過量氫氧化鉍,加熱沸騰,使氫氧化物凝結下沉. 過濾,用 2% 醋酸鉍洗滌,所得沉澱溶解在鹽酸中. 加硝酸或純過氧化氫,使溶液起氧化作用. 過量的酸溶液加氨水中和,然後加碳酸氫鈉(每 100c.c. 溶液約需 10 克碳酸氫鈉),加熱沸騰約一分鐘,放冷後過濾. 渣滓用熱的 10% 碳酸氫鈉洗滌. 此時氫氧化鐵和鋁為沉澱,而鉍則在濾液中. 沉澱溶解在少量鹽酸中,再加碳酸鈉把他沉澱出來,以提取沉澱中未提淨的鉍. 濾液同第一次的濾液合併,加濃鹽酸中和,加熱沸騰,以趕去二氧化碳(倘有二氧化碳存在,則以後加氨水時產生碳酸鉍,會把鉍溶解). 加少許過量氨水,加熱沸騰,

則得氫氧化鉍沉澱。過濾，沉澱用 2% 醋酸鉍洗滌，烘乾，灼燒得氧化鉍。

$$\text{BeO} \times 0.3605 = \text{Be}$$

(丙)倘試樣溶液為酸性硫酸鹽或硝酸鹽，可先加 5 克磷酸氫二鉍 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Secondary acid ammonium phosphate)，20 克硝酸鉍，及 30c.c. 冷的醋酸鉍飽和溶液，加熱至沸騰，所產生的沉澱加少量 6N 硝酸溶解，然後由滴定管中以每分鐘五、六滴的速度加入 1.5N 氫氧化鉍，直至磷酸鉍鉍完全沉澱出來為止，加氨水使溶液呈鹼性；俟沉澱下沉後，過濾，洗滌，烘乾，灼燒。

(丁)稱取重約一克的試樣於 250c.c. 燒杯中，加 20c.c. 鹽酸把他溶解，通硫化氫，將所產生的硫化物沉澱濾去，用水洗滌，濾液加熱沸騰，以趕去硫化氫，再蒸發至溶液開始有結晶產生，俟冷後加相等容量的乙醚 (Ether)，在此混合溶液中通乾燥氯化氫氣體約一小時，通氯化氫時溶液須放在冷水中，以免乙醚蒸發，然後在古氏坩堝 (Gooch crucible) 中過濾，倘濾液呈渾濁狀，可再過濾一次，用含氯化氫的 1:1 乙醚和鹽酸 (比重 1.19) 混合液洗滌，沉澱即氯化鋁，溶解在少量熱水中，再照上法用氯化氫把他沉澱出來，過濾，濾液併入第一次的濾液中，蒸發至較小容積，加 5c.c. 1:3 硫酸，再蒸發至產生蒸煙為止，放冷後溶解在少量水中，過濾，以濾去氧化矽，濾液中加二滴樹脂質酸 (Rosolic acid) 指示劑，用氫氧化鉍中和，加熱至沸騰，然後過濾，再用略含氨性的 1% 氯化鉍溶液洗滌，再溶解在 1:2 的熱鹽酸中，以甲基紅 (Methyl red) 為指示劑，用氫氧化鉍中和，再加鹽酸使剛呈酸性，加熱至攝氏 60 度，加過量的喹啉酚

[8] (8-Hydroxyquinoline ) , 再加醋酸鉍, 直至鐵, 鋁, 鈦等全

沉澱出來, 另再多加 25c.c., 倘喹啉酚加得足夠, 則俟沉澱下沉後母液為黃色, 乃過濾, 將沉澱用冷水洗滌四次, 濾液加熱至攝氏 60 度, 用甲基橙做指示劑, 加氫氧化鉍使呈鹼性, 再多加 2c.c., 俟冷後過濾, 用 1% 醋酸鉍洗濯三四次, 烘乾, 灼燒, 最後在攝氏 1000 度時灼燒一小時, 至重量不變為止, 由所得氧化鉍的重量計算試樣內鉍的百分數:

$$\frac{\text{沉澱氧化鉍重} \times \frac{\text{Be}}{\text{BeO}}}{\text{試樣重}} \times 100 = \% \text{ 鉍.}$$

(戊)鞣酸法 (Tannic acid method): 把約含氧化鉍 0.1 克的酸性試樣溶液沖稀至 300 到 400c.c., 加 20—30 克硝酸鉍, 加熱至沸騰, 加鞣酸 (Tannic acid) (每一分子氧化鉍需要十分子鞣酸) 拌攪, 另加氫氧化鉍, 直至再無沉澱產生為止, 過濾, 洗濯, 沉澱溶解在少量鹽酸或硫酸中, 再照上法使他沉澱出來, 在攝氏 110 度時烘乾, 連濾紙放入磁質坩堝中, 加數滴硝酸, 灼燒至重量不變, 秤出氧化鉍的重量.

此法可用於定少量的鉍, 不過不能有其他雜質存在, 倘有, 須照下法先把他分離:

(一)三氧化二鐵: 在中和性試樣溶液中加入 30 克醋酸鉍和 20 克硝酸鉍, 沖淡至 100c.c., 加 1.5c.c. 50% 醋酸, 加熱至沸騰, 拌攪, 加 10% 鞣質溶液, 直至鐵完全沉澱出來, 鞣質很可能把一部份氧化鐵還原, 故在加鞣質以前先加數滴 3% 過氧化氫, 將所產生的沉澱過濾, 用熱水洗濯, 沉澱重溶解在熱的稀硫酸中, 再照上法使鐵沉澱出來, 濾液可加氫氧化鉍, 使鉍成

氫氧化鉍.

(二)鉻: 同鉍和鐵的分離法一樣.

(三)鈦: 在酸性試樣溶液中加氫氧化鉍,直至有沉澱產生,加十克醋酸鉍,20克硝酸鉍和 25c.c.80% 醋酸,加熱到沸點,加過量鞣質,沸騰少時,過濾,則同鉍完全分離,濾液可定鉍量.

(四)鋯(Zirconium): 同鈦和鉍的分離法相同,不過所得沉澱爲白色.

(五)釷(Thorium): 他同鉍的分離法亦和鈦一樣,不過所用的醋酸爲2.5%,須經過二次沉澱,其顏色爲白色.

(六)鈾: 他同鉍的分離法同鐵相同,不過每 100c.c. 溶液中須含 2.5c.c.的80% 醋酸,沉澱只要一次,即可完全同鉍分離.

第三章 土金屬元素(Elements of Earth Metal)

元 素	原 子 量	比 重	融 點	沸 點	氧 化 物
鈦(Sc)	45.1				Sc_2O_3
鐳(Ga)	69.72	5.9	30.1°	900°	Ga_2O_3
銦(In)	114.76	7.4	155°	1200°	In_2O_3
鉍(Tl)	204.39	11.8	290°	1600°	$\text{Tl}_2\text{O}, \text{Tl}_2\text{O}_3$

釷和鐳至今未有一單獨的分析方法,故未列入。

第一節 鈦(Scandium)

試樣的分解法: 含鈦的礦石可用鹽酸或硫酸把他分解,或用焦硫酸鈉(Sodium pyrosulfate)在一起熔化。倘礦石中含鈦(Titanium),鉭(Tantalum)和鈳(Columbium),可把磨細的礦石加40%氫氟酸(Hydrofluoric acid),俟其作用完全後,放在蒸氣鍋上蒸發至乾,所剩下的渣滓溶解在熱水中,過濾,把不溶解的渣滓溶解在濃硫酸中。

鈦的定量分析法: 由分解法所得的試樣溶液通硫化氫,把存在試樣溶液中的重金屬元素沉澱出來,過濾,濾液加熱沸騰,以趕去過剩的硫化氫,乃加硝酸,再加少許過量的氨水,即有沉澱產生,過濾,沉澱用2%硝酸鉍溶液洗滌,洗後溶解在少量1:1硝酸中,所得溶液(約50c.c.)略加熱,加20c.c.草酸(Oxalic acid)飽和溶液,加時須常拌攪,讓其靜置半天,然後過濾,沉澱用稀草酸溶液洗滌,洗後再讓其溶解在硝酸中(濃硝酸),然後加鹽酸,蒸發二次,使內中的硝酸鹽變成氯化物,蒸發後的渣滓溶解在200c.c.熱水中,加10克硫代硫酸鈉(Sodium