

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

锂和铍的 冶金分析

(内部资料)

科学出版社

75.251
248.6

锂和铍的冶金分析

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

1066 94.6 B 7

内 容 简 介

本书叙述了金属锂、金属铍和氧化铍的化学分析、光谱分析和化学光谱分析方法,同时还包括了锂辉石和其他铍中间产品的分析方法。

本书可供科学研究机关和产业部门从事锂、铍分析工作人员参考,也可供有关高等院校和中等专业学校分析化学教学参考之用。

锂 和 铍 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:830×1168 1/32

1966年4月第一次印刷 印张:3 3/16

印数:0001—1,650 字数:80,000

统一书号:13031·2296

本社书号:3477·13—4

定 价: 0.65 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、电子技术及航空等领域的进展,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,我们将日常分析工作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 金属锂的分析	1
§ 1-1 试样溶液的制备	1
§ 1-2 钾和钠的测定	1
§ 1-3 铷和铯的测定	3
§ 1-4 钙的测定	4
I. 溶剂萃取-火焰光度法	4
II. 萤光光度络合滴定法	7
§ 1-5 铁的测定	9
§ 1-6 铝的测定	11
§ 1-7 硅的测定	12
I. 钼蓝直接比色法	12
II. 异戊醇萃取-钼蓝比色法	13
§ 1-8 镁的测定	14
I. 不分离-达旦黄比色法	14
II. 用沉淀法富集-达旦黄比色法	16
§ 1-9 镍的测定	17
§ 1-10 锰的测定	19
§ 1-11 钛的测定	20
§ 1-12 铜的测定	21
§ 1-13 金属锂中杂质的光谱测定	22
§ 1-14 金属锂中痕量杂质的化学光谱测定	24
第二章 锂辉石的分析	29
§ 2-1 氧化锂的测定	29
I. 重量法	29
II. 火焰光度法	30
§ 2-2 氧化钾的测定	32
§ 2-3 氧化钠的测定	33
§ 2-4 二氧化硅的测定	33

I. 盐酸脱水重量法	33
II. 动物胶凝集重量法	35
§ 2-5 氧化铁的测定	36
I. 容量法	36
II. 比色法	37
§ 2-6 氧化铝的测定	38
I. 重量法	38
II. 容量法	40
§ 2-7 氧化钙的测定	42
I. 容量法	42
II. 萤光滴定法	43
第三章 金属铍及氧化铍的分析	44
§ 3-1 硅的测定	44
§ 3-2 铁的测定	45
§ 3-3 铝的测定	47
§ 3-4 钙的测定	49
§ 3-5 镁的测定	50
§ 3-6 铜的测定	52
§ 3-7 镍的测定	53
§ 3-8 铬的测定	54
§ 3-9 锰的测定	55
§ 3-10 钴的测定	56
§ 3-11 磷和砷的测定	58
§ 3-12 钨和钼的测定	61
§ 3-13 钽的测定	64
§ 3-14 硼的测定	65
§ 3-15 锑的测定	67
§ 3-16 钛的测定	69
§ 3-17 镉的测定	71
§ 3-18 铅的测定	73
§ 3-19 钠的测定	74
§ 3-20 游离碳的测定	75
§ 3-21 化合碳的测定	78

§ 3-22 氧化铍中杂质的光谱测定	80
§ 3-23 氧化铍中锂的光谱测定	83
§ 3-24 氧化铍中硼的光谱测定	85
§ 3-25 氧化铍中稀土元素(铈、钐、钕、镨)的化学光谱测定	88
附录 铍生产过程中间物料中的某些元素的测定	92
附录 1 高纯氧化铍生产的中间产物中硼的测定	92
附录 2 铍的快速容量法测定	93
附录 3 游离酸的测定	94

第一章 金属锂的分析

§ 1-1 试样溶液的制备

测定钾、钠、铁、铝、硅、镁、镍等元素的试样溶液(I)的制备

用苯洗净金属锂表面的石蜡油,然后称取 4 克试样,用不锈钢剪刀剪成小块,逐块投入盛有纯水的塑料杯中,塑料杯置于冷水浴中冷却。试样溶解完全后,用提纯过的盐酸中和至刚果红试纸变为蓝色,移入 200 毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

测定钛和锰的试样溶液(II)的制备 用苯洗净金属锂表面的石蜡油,然后称取 1 克试样,用不锈钢剪刀剪成小块,逐块投入盛有纯水的塑料杯内,塑料杯置于冷水浴中冷却。试样溶解完全后,用提纯过的硝酸中和至刚果红试纸变为蓝色,移入 50 毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

§ 1-2 钾和钠的测定

方法要点

用氢氧焰作为激发光源,以附有光电倍增管的火焰分光光度计测定微量的钾和钠。共存元素能引起激发强度的改变,可利用增量法抵销这种影响。主体锂的背景干扰,可在测定波长附近测出背景强度,并从钾或钠的读数中扣除。本方法的灵敏度对钾和钠均为 $1 \times 10^{-4}\%$ 。

试剂与仪器

(1) 盐酸: 一级品,蒸馏提纯。

(2) 纯水: 经两次离子交换后,再在石英蒸馏器中蒸馏提纯。

(3) 钾、钠标准溶液：称取 1.907 克分析纯氯化钾，用纯水溶解后，移入 1 升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，1 毫升相当于 1 毫克钾。称取 2.541 克分析纯氯化钠用纯水溶解后，移入 1 升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，1 毫升相当于 1 毫克钠。

由上述溶液分别稀释配成 1 毫升相当于 10 微克钠或钾的标准溶液。

(4) 压缩氢气。

(5) 压缩氧气。

(6) YM-2 单色器、光电倍增管、直流放大器和灵敏检流计等部件组成的组合火焰分光光度计。

分析步骤

从容量瓶中吸取 5 毫升试样溶液(I) (相当于 0.1 克金属锂) 两份，分别放入干燥的小塑料杯内(取样多少可以根据含量决定)，于其中的一个塑料杯中加入钾标准溶液和钠标准溶液，加入量一般为被测定元素含量的 2 倍左右。用纯水稀释至 10 毫升，用塑料棒搅匀，进行火焰分光光度测定。

火焰光度测定条件

测定钾：波长 770 毫微米，狭缝 0.1 毫米，光电倍增管用 M12QS，工作电压为 900 伏。氢气压和氧气压与测定钠相同。

测定钠：波长 589 毫微米，狭缝 0.05 毫米，光电倍增管用 M12QS，工作电压为 1100 伏，氢气压 40—60 毫米水柱，氧气压 0.8 公斤/厘米²。

计算公式：

$$K \text{ 或 } Na\% = \frac{A \times R_2}{W(R_1 - R_2)} \times 10^{-1}$$

式中， A ——加入钾或钠的量，微克；

R_1 ——加有钾或钠的试样溶液测得的读数；

R_2 ——不加钾或钠的试样溶液测得的读数；

W ——分取的试样溶液相当于试样的重量,克。

[注] 所用自制喷雾灯较一般增加了一层套管,从此管通入经过水洗和棉花过滤的压缩空气,使火焰周围被净化空气所包围。这样可以避免空气中的尘埃在火焰中产生的火星造成的干扰(使读数不稳定和增加背景强度),这种干扰对钠的测定最为严重。

§ 1-3 铷和铯的测定

方法要点

在微酸性溶液或中性溶液中,加入亚硝基钴银钠,使铷或铯生成亚硝基钴盐沉淀。为了使铷或铯沉淀完全,加入钾盐(也生成亚硝基钴盐沉淀)作为载体。沉淀经离心分离并溶于硝酸后,用火焰分光光度法测定铷和铯。载体钾盐的存在能提高铷和铯的火焰光度测定的灵敏度。方法灵敏度为 $5 \times 10^{-4}\%$ 。

试剂与仪器

(1) 硝酸: 蒸馏提纯。

(2) 亚硝基钴银钠溶液(当天配制): 分别称取 1.7 克硝酸银和 4.3 克亚硝基钴钠,各溶于 50 毫升水中,在搅拌下,将硝酸银溶液缓缓加到亚硝酸钴钠溶液中,过滤后使用。

(3) 氯化钾溶液: 1 毫升相当于 2.5 毫克钾。

(4) 铷和铯标准溶液: 称取分析纯氯化铷 1.414 克、分析纯氯化铯 1.267 克,分别用蒸馏水溶解于 1 升容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 毫升相当于 1 毫克铷或铯。以此溶液稀释,配成每毫升相当于 100 微克铷或铯的溶液。

(5) Hilger Uvispek H-700 型分光光度计。

(6) Zeiss-III 型火焰光度计的喷雾装置。自制圆形玻璃灯头,安装在进光狭缝前约 3 厘米处。

(7) 压缩空气。

(8) 压缩乙炔。

分析步骤

称取 2.5 克金属锂试样,用不锈钢剪刀剪成小块,逐块投入盛有 20—30 毫升纯水的塑料杯中。杯外用水冷却。用硝酸(1:1)中和至刚果红试纸变蓝(必须注意只有当金属锂分解完全后,才能用硝酸中和)。将上述溶液移入 100 毫升烧杯内,加热浓缩至 30 毫升左右。加入 2 毫升氯化钾溶液,在搅拌下加入 30 毫升新配制的亚硝基钴银钠溶液至出现浑浊为止。放置 3—4 小时后,离心分离,弃去离心液,将沉淀洗入原烧杯内,加入 1 毫升硝酸(1:1),加热溶解沉淀物,并蒸发至近干。冷却后用少量水将残渣转移至 10 毫升容量瓶内,加入 0.5 毫升硝酸(1:1)和 8 毫升氯化钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀后进行火焰分光光度测定,由工作曲线求出试样中铷或铯的含量。

工作曲线的绘制:吸取含有 0, 20, 40, 60, 80, 100 微克铷(铯)的标准溶液,分别注入 6 个 100 毫升烧杯内,各加入 2 毫升氯化钾溶液,用水稀释至 30 毫升,然后按上述步骤进行沉淀和火焰光度测定,以铷或铯的辐射强度(检流计读数)对其浓度绘制工作曲线。

火焰光度测定条件:波长: $\lambda_{Cs} = 852$ 毫微米; $\lambda_{Rb} = 794$ 毫微米。狭缝 0.2 毫米;光电管:对长波灵敏的。压缩空气压力 0.4 公斤/厘米²。乙炔压力 30 毫米水柱。

§ 1-4 钙 的 测 定

I. 溶剂萃取-火焰光度法

方法要点

试样用水分解后,生成的氢氧化锂可使溶液保持较高的 pH 值,在此溶液用 8-羟基喹啉络合钙,以甲基异丁酮萃取 8-羟基喹啉钙络合物。有机相直接在 422.7 毫微米处进行火焰分光光度

测定,采用增量法计算。钙的增量必须在萃取前加入,因萃取率低于 100%,一并用增量法补偿。

方法灵敏度为 $5 \times 10^{-4}\%$ ¹⁾。

试剂与仪器

(1) 甲醇(或乙醇): 二级品,蒸馏提纯。

(2) 甲基异丁酮: 二级品,蒸馏提纯。

(3) 纯水: 两次离子交换水,再在石英蒸馏器内蒸馏提纯一次。

(4) 萃取试剂: 0.1 克 8-羟基喹啉用 15 毫升甲醇²⁾和 50 毫升甲基异丁酮溶解并混匀。

(5) 钙标准溶液: 称取 2.497 克碳酸钙,加入 20 毫升纯水,以稀盐酸(1:2)溶解后煮沸除去二氧化碳,冷却,移入 1 升容量瓶内,稀释至刻度,摇匀。1 毫升相当于 1 毫克钙。由此溶液稀释成 1 毫升相当于 10 微克钙的溶液,保存在塑料瓶中。

(6) 仪器: 同金属锂中钾、钠的测定(§1-2)。

分析步骤

从石蜡油中取出锂试样,用苯洗去石蜡油,待苯挥发后,称取 0.5 克试样,用不锈钢剪刀剪成块状,逐块投入盛有 40 毫升纯水的 120 毫升广口聚乙烯瓶中,瓶外用水冷却。试样全部溶解后,在粗天平上称重,并加入蒸馏水,使含有 0.5 克锂的溶液重量为 50 克(体积接近 50 毫升)。

分取 5 毫升试样溶液两份,分别放入干的 20 毫升带塞的聚乙烯管内,在其中的一份中加入 0.1 或 0.2 毫升钙标准溶液,即 1 或 2 微克的钙(钙的含量大于 0.002% 时,加 2 微克;钙的含量小于 0.002% 时,加 1 微克),另一份加入 0.1 或 0.2 毫升纯水。然后在

1) 钙含量为 $5 \times 10^{-3}\%$ 时,测定的相对误差为 $\pm 10\%$ 。

2) 在萃取试剂中加入甲醇,要比加入乙醇时灵敏度高(读数约增 1/4)。甲醇或乙醇在萃取时作为助溶剂。

两份中都加入 6.5 毫升萃取剂,剧烈振荡 2 分钟。静置 15 分钟后,吸取 2—3 毫升有机层,放入容积为 3—4 毫升的玻璃杯内,进行火焰分光光度测定^{1),2)}。

测定前 30 分钟,先将火焰分光光度计供电电压稳定,然后按照下述火焰光度测定条件进行测定。分别在测定波长和背景波长读数,必要时依次用丙酮-稀盐酸溶液喷雾洗涤进口毛细管。

火焰光度测定条件

测定波长: 422.7 毫微米,相当于波长转筒上 940° 附近位置(每次测定应用“最大读数法”准确测定此位置)。

背景测定波长: 相当于 930° 位置,与 422.7 毫微米相差约少 1 毫微米。

狭缝宽度: 0.05 毫米。

光电倍增管: M12QS 型。

光电倍增管输入电压(工作电压): 1100 伏。

喷灯高度: 灯头与光轴距离为 30 ± 5 毫米。

氢气和氧气压力: 氧气压力为 0.8 大气压,氢气压力为 20—50 毫米水柱高(随灯头不同而改变,应用“最大读数法”经试验确定)。

溶剂消耗速率为 1.4—1.8 毫升/分钟,由选择喷灯的进液毛细管控制。

计算公式:

$$\text{Ca}\% = \frac{A \times R_2}{W(R_1 - R_2)} \times 10^{-4}$$

式中, A ——加入钙量,微克; R_1 ——加有钙的试液测得的读数³⁾; R_2 ——未加钙的试液测得的读数³⁾; W ——分取的试样溶液

- 1) 有机层内应避免带入任何固体杂质,以免堵塞喷灯毛细管。如有堵塞现象,可用丙酮-稀盐酸洗涤。如不能洗出,应将灯头熄灭,用手指按紧喷灯出口,使氧气压入毛细管内冲出堵塞物。
- 2) 萃取后的有机层放在带塞的聚乙烯管内至少可以保存 1.5 小时,不影响测定结果,但从聚乙烯管内取出有机层后,应在 5 分钟内完成测定。
- 3) R_1 和 R_2 均为在测定波长的读数与在背景波长的读数之差。

中相当于原始试样的重量,克。

如称样量为 0.5 克,试样溶液总体积为 50 毫升,分取的试样溶液为 5 毫升,则上式简化为:

$$\text{Ca}\% = \frac{2 \times A \times R_2}{R_1 - R_2} \times 10^{-3}$$

试剂空白的测定:吸取 6.5 毫升萃取剂两份,放入干的、带塞的聚乙烯管内,于其中的一份加 0.1 毫升钙标准溶液(相当于 1 微克钙),另一份加入 0.1 毫升纯水,分别混匀后,按上述步骤进行测定,计算出试剂内的含钙量,并从试样中钙的测定结果中减去此值。

II. 萤光光度络合滴定法

方法要点

钙黄绿素与钙离子在强碱性溶液中生成的络合物受紫外线照射后,产生黄绿色的萤光,加入 EDTA 后,络合物中的钙与 EDTA 生成更稳定的络合物,使萤光消失,据此可用 EDTA 标准溶液对钙进行萤光滴定。由萤光强度-滴定剂体积的曲线确定滴定终点。

本方法可在一定量锂存在下,直接进行络合滴定,准确快速,灵敏度为 $2 \times 10^{-3}\%$ 。

试剂与仪器

(1) EDTA 标准溶液:储备溶液 0.01M,滴定溶液 0.0005M。

(2) 钙黄绿素: 0.1% 水溶液。称取 10 毫克钙黄绿素,溶于 10 毫升蒸馏水中,移入棕色瓶内备用。此溶液可使用 1 个月。

(3) 三乙醇胺: 10% 水溶液。

(4) 钙标准溶液: 1 毫升相当于 10 微克钙(配制方法见 §1-4, I)。

(5) Hilger Uvispek H-700 型分光光度计及其 H-730 型萤光

测定附加装置¹⁾。

(6) 自制光度滴定装置及有机玻璃液槽。

分析步骤

1. 试样的分解: 从石蜡油中取出金属锂试样, 切成块状, 用苯洗去石蜡油, 待苯挥发后, 称取 0.5 克试样, 剪成小块。将 40 毫升纯水放入 120 毫升广口聚乙烯瓶中, 瓶外用水冷却。将试样逐块投入(待全部溶解后再投入另一块)。分解完毕后, 在粗天平上称重, 并添加蒸馏水, 使含有 0.5 克锂的溶液重量为 50 克(体积接近 50 毫升)。

2. EDTA 滴定度的标定: 吸取 5 毫升试样溶液(含 0.05 克锂, 钙含量最好 $< 0.01\%$) 两份, 分别放于两个液槽内, 于其中的一份中加入 1 毫升钙标准溶液(相当于 10 微克钙), 各加入 1 滴 10% 三乙醇胺溶液, 用蒸馏水稀释至 15 毫升, 加 1 滴 0.1% 钙黄绿素指示剂, 再用蒸馏水稀释至 20 毫升²⁾, 在萤光测定装置上用 0.0005M EDTA 标准溶液滴定。

萤光测定操作程序如下:

i. 稳定仪器, 将试样液槽放入液槽暗箱内, 盖上光度滴定装置, 微量滴定管内吸入 EDTA 标准溶液, 并开劲搅拌器。

ii. 拉挡光板拉杆“S”(关), 平衡暗电流。

iii. 推挡光板拉杆到“A”(开), 平衡透光率为 100%。

iv. 加入一定量的 EDTA 标准溶液, 平衡后, 记录透光率。EDTA 标准溶液加入量开始每次加 0.02 毫升, 得到 4—5 个点后如仍未到达终点, 则 EDTA 标准溶液加入量增加到每次 0.05 毫升。待透光率的变化减少后, 每次加入 0.1—0.2 毫升 EDTA 标准溶液。到终点之后, 大约还要加入 0.2—0.6 毫升 EDTA 标准溶液(此数量由钙的含量决定)。

v. 滴定曲线的绘制: 以透光率为纵坐标, 以 EDTA 标准溶液体积为横

1) H-700 型分光光度计和 H-730 型萤光附加装置的使用方法按仪器说明书操作, 光源滤光片用 0.365 滤光片, 萤光滤光片用“2B”滤光片(如光源用 0.44 滤光片, 萤光滤光片用 520 毫微米干涉滤光片则灵敏度较高)。

2) 在液槽内, 每次加入试剂后, 要用细塑料棒搅拌。

坐标, 绘制曲线。两段直线的交点即为滴定终点。终点附近的 2—3 个点可能不在直线上。

每加入一定量 EDTA 标准溶液, 即记录一次读数。最后绘出读数——体积曲线, 从曲线上分别求出两份溶液的滴定终点。设 V_1 和 V_2 分别为试样溶液和加有 10 微克钙的试样溶液在滴定时消耗的 EDTA 标准溶液的毫升数, 则 EDTA 标准溶液对钙的滴定度(微克/毫升)为

$$T = \frac{10}{V_2 - V_1}$$

3. 试样中钙的测定: 分取 5 毫升试样溶液 (含有 0.05 克锂) 放入液槽内¹⁾, 加 1 滴 10% 三乙醇胺溶液, 用蒸馏水稀释至 15 毫升, 以下按上述标定滴定度的手续操作, 从读数-体积曲线上求得消耗的 EDTA 标准溶液的毫升数, 按下式计算试样中钙的百分含量:

$$\text{Ca}\% = \frac{T \times V}{0.05} \times 10^{-4}$$

式中, T ——EDTA 标准溶液对钙的滴定度, 微克/毫升;

V ——试样溶液所消耗的 EDTA 标准溶液体积, 毫升;

0.05——分取的试样溶液相当于原始试样的重量, 克。

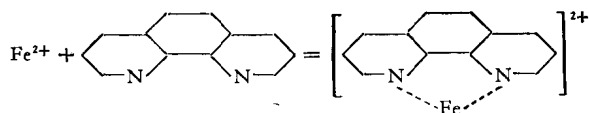
[注] 测定误差: 钙的含量小于 $1 \times 10^{-2}\%$ 时, 绝对误差为 $2 \times 10^{-3}\%$; 钙的含量为 $1 \times 10^{-2}—3 \times 10^{-2}\%$ 时, 绝对误差为 $3 \times 10^{-3}\%$; 钙的含量为 $3 \times 10^{-2}—5 \times 10^{-2}\%$ 时, 绝对误差为 $4 \times 10^{-3}\%$ 。

§1-5 铁的测定

方法要点

二价铁离子与邻菲绕啉反应, 生成橙红色的络合物。反应式如下:

-
- 1) 滴定时, 溶液中钙的含量应小于 30 微克。大于此数时应少取试样, EDTA 标准溶液的滴定度也应另行标定。



络合物的最大吸收峰在 508 毫微米。

三价铁可以用盐酸羟胺还原为二价铁。金属锂中其他元素不干扰铁的测定。

本方法的灵敏度为 $5 \times 10^{-4}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 盐酸羟胺：二级品，10% 水溶液。
- (2) 柠檬酸钾：二级品，25% 水溶液。
- (3) 邻菲绕啉：二级品，0.5% 水溶液。
- (4) 铁标准溶液：称取 0.1 克纯金属铁，以 10 毫升盐酸(1:1) 溶解，移入 1 升容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀，1 毫升相当于 0.1 毫克铁。将此溶液准确稀释 10 倍，1 毫升相当于 10 微克铁。
- (5) 分光光度计。

分析步骤

吸取 5 毫升试样溶液 (I) 放在 25 毫升比色管中，加入 1 毫升 10% 盐酸羟胺溶液，放置半小时后，用 25% 柠檬酸钾溶液调节 pH 至 3.5。加入 1.5 毫升邻菲绕啉溶液，用水稀释至 10 毫升，混匀。1 小时后进行目视比色测定，或用 1 厘米液槽，在波长 508 毫微米处，以显色试剂空白为参比溶液，进行分光光度测定。在工作曲线上查出铁的含量。

工作曲线的绘制：吸取含有 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 15.0, 20.0 微克铁的标准溶液，分别放入一系列 25 毫升比色管中，用水稀释至 5 毫升。加入 1 毫升 10% 盐酸羟胺溶液，放置半小时后，用 25% 柠檬酸钾溶液调节溶液 pH 至 3.5。加入 1.5 毫升邻菲绕啉溶液，用水稀释至 10 毫升，混匀，1 小时后，在分光光度计上测量光密度并绘制工作曲线，或用作目视比色法的标准系列。