

有色金属与稀有金属技术分析 (十)

稀散金属冶金技术分析

冶金工业部有色金属研究院

冶金工业出版社

71

75.2
3381
10

有色金屬與稀有金屬技術分析 (十)

稀散金屬冶金技術分析

冶金工業部有色金屬研究院

內部資料

冶金工業出版社

有色金属与稀有金属技术分析(十)

稀散金属冶金技术分析

冶金工业部有色金属研究院

编辑: 徐敏时 设计: 鲁芝芳、范煦菴 校对: 马泰安

1959年4月第一版

1959年4月北京第一次印刷1,500册

850×1168·1/32·40,000字·印 张 1²⁰/₃₂·定 价 0.22 元

北京五三工厂印刷

本社发行

统一书号 15062·1219

冶金工业出版社出版(地址: 北京市灯市口甲45号)

北京市书刊出版业营业许可证用字第093号

有色金屬與稀有金屬技術分析一書共分十一冊出版。

第十冊專門講述稀散金屬的技術分析方法，包括銻、鎳、銻、鉍、碲、銻的分析方法。

本書除供廠礦分析工作者作為實用指導書籍之外，還可供科學研究工作者和高等、中等工業學校師生參考。

目 錄

§ 1. 鋅礦及鋅氧粉中銅的測定	1
§ 2. 鉍的結晶紫比色法測定	4
§ 3. 銅、鉛鋅礦中硒碲的測定	7
(1) 硒及碲的比色法測定	7
(2) 硒的 3,3'-二氨基聯苯胺比色法測定	11
(3) 硒的硫代硫酸鈉容量法測定	13
(4) 碲的碘量法測定	15
§ 4. 金屬硒中鉛的比色測定	16
§ 5. 金屬硒中汞的比色測定	19
§ 6. 金屬碲中銀的比色測定	20
§ 7. 礦石及冶金產品中鎳的測定	23
(1) 樟腦酸重量法	23
(2) 羅丹明 B 比色法	26
§ 8. 金屬鎳中鐵的比色測定	29
§ 9. 金屬鎳中鋅的比色測定	31
§ 10. 鎳的氯化四苯肼比色測定	33
§ 11. 金屬鎳中錳的比色測定	34
§ 12. 礦石中鎳的苯肼酮比色法測定	35
§ 13. 煙塵中鎳的苯肼酮比色法測定	37
§ 14. 氨水中鎳的測定	39
(1) 蒸餾分離 GeCl_4 後苯肼酮比色法測定	39
(2) 不蒸餾分離的苯肼酮比色法測定	40

§ 15. 煤中鎘的苯胍酮比色法測定.....	41
§ 16. 焦油中鎘的測定.....	42
(1) 蒸餾分離後苯胍酮比色法.....	42
(2) 有機抽取分離後苯胍酮比色法.....	43
§ 17. 金屬鎘及氧化鎘中的雜質分析.....	44
(1) 鐵的硫氰化銨比色法測定.....	44
(2) 銅的二苯硫卡貝松比色法測定.....	46
(3) 鎘的結晶紫比色法測定.....	47

§ 1. 鋅礦及鋅氧粉中鋇的測定

方法要點:

溴化鋇在 4.5N 氫溴酸中可被乙醚提取，與其他元素分離。在 pH4.6~4.9 時，鋇與 8-羥基喹啉在四氯化碳或三氯甲烷中呈現黃綠色，可進行比色測定。

本方法適用一般鋅礦及鋅氧粉中鋇的測定。

干擾元素：能在 4.5N 氫溴酸中被乙醚提取，同時又與 8-羥基喹啉顯色而干擾測定的元素有鐵、鎂、鉍及鉍。大量的鉍（彩鉍鉛礦）可用過氧化氫將鉍氧化到高价後，再用鐵為聚集劑，在氨性溶液中使鉍與鐵成共沉澱。又因為在鹽酸溶液中鐵、鎂、鉍及鉍都可被乙醚提取。所以在含鋇的 6N 鹽酸溶液中用乙醚提取二次，以上四干擾元素即可除去。

需用試劑:

硝酸（比重 1.42）。

硫酸（比重 1.84）。

鹽酸（比重 1.19, 6N 及 1N）。

氫溴酸（7N 及 4.5N）。

氯化鋁。

三氯化鐵，0.5N 溶液。

氫氧化鋁（比重 0.90）。

過氧化氫，30% 溶液。

硫代硫酸鈉。

無水乙醚：

將不含醇的無水乙醚用 4.5N 氫溴酸飽和（飽和用過的氫溴酸保留以後再用），在操作中所用乙醚全部用此試劑。

甲基橙，0.05% 溶液。

硫脲，10% 溶液。

鹽酸羥氨，20% 溶液。

醋酸鈉，1M 溶液。

0.2% 8- 羧基喹啉四氫化碳溶液。

鋼標準溶液：

稱取 0.1000 克高純度金屬鋼放入 250 毫升燒杯中，加入 60 毫升 2:1 鹽酸，在熱水（70—80°C）中加熱溶解，冷卻，移入 1 立升容量瓶中，用水沖稀到刻度。1 毫升含鋼 0.1 毫克。

分析手續：

試料的處理：

稱取 0.5—2 克試料放入 200 毫升燒杯中，加入 10—15 毫升鹽酸及 8—10 毫升硝酸，在水浴上加熱到試料完全分解，洗淨表面皿，並濃縮溶液體積到 1—2 毫升，冷卻，加入 5 毫升硫酸，在砂浴上蒸發，冒出白煙，到近干，冷卻後，加入 20 毫升熱水，煮沸，冷卻，過濾。用冷水洗滌 7—8 次，濾去沉澱，向濾液中加入 15—20 克氯化銨^①，加熱到 60—70°C，用氫氧化銨中和到 pH=8.5，煮沸 1 分鐘，以中等密度濾紙過濾，用 5% 氯化銨及 1% 氫氧化銨熱溶液洗滌 7—8 次，必要時再沉澱一次。用熱氫溴酸將氫氧化鐵等的沉澱溶解於小燒杯中，用熱水洗淨濾紙到沒有黃色。溶液在水浴上濃縮蒸乾，並用氫溴酸及幾滴溴水處理，再蒸乾 2—3 次，每次 3—4 毫升。

提取分離：

向蒸乾的小燒杯中加入 6—7 毫升 4.5N 氫溴酸，溫熱使殘渣溶解，冷卻，分小份加入硫代硫酸鈉至紅色消失為止^②。將溶液移入一號 50 毫升分液漏斗中，用 4.5N 氫溴酸洗杯 4 次，每次 2 毫升。向漏斗中加入同體積乙醚，振盪 1—1.5 分鐘^③，靜置，將下面水層放入二號 50 毫升分液漏斗中，並加入同體積乙醚，如上述再提取一次。下面水層放掉，將二次提取的乙醚層合併一號分液漏斗中，加入 5—7 毫升用乙醚飽和過的氫溴酸（即飽和乙醚用的），振盪 30 秒鐘，水層放入二號分液漏斗，加入同體積乙醚提取一次，水層不要，乙醚層都併入一號分液漏斗中，加入 10 毫升

6 N 鹽酸及 1 毫升過氧化氫，振盪 1 分鐘，靜置片刻（最少 5 分鐘），再振盪 1 次。下面鹽酸層放入 50 毫升小燒杯中④，乙醚層再用 6 N 鹽酸及過氧化氫振盪一次。將鹽酸溶液合併，蓋以表面皿，在水浴蒸發乙醚及過氧化氫，並洗淨表皿，溶液在水浴上濃縮到 0.5 毫升⑤。

比色：

向上面的小燒杯中加入 1 滴甲基橙，用 1:1 氨水中中和到黃色，加入 1 毫升 1 N 鹽酸、1 毫升硫脲、1 毫升鹽酸羥氨和 1 毫升 1 M 醋酸鈉。每加入一種試劑要混勻。調整 pH=3.8~3.9，將溶液移入 25 毫升比色管中，加入 5 毫升 8-羥基喹啉四氯化碳溶液，振盪 1 分鐘，分層後進行比色。

級差的配製：

向一排比色管中由微量滴定管滴入 0、5 微克、10 微克、20 微克、30 微克……等鈾的標準溶液，加入 1 滴甲基橙，用氨水中中和到黃色，加入 1 毫升 1 N 鹽酸，1 毫升硫脲，1 毫升鹽酸羥氨，1 毫升醋酸鈉及 5 毫升 8-羥基喹啉四氯化碳溶液。調整 pH=3.8~3.9，振盪 1 分鐘，靜置，分層後進行比色。

註 解

① 如試料中含鐵量少，需加入適當量的三氯化鐵，使鈾沉澱完全。

② 硫代硫酸鈉的用量不可過多，只將鐵的顏色還原掉即可，否則析出大量的單體硫會降低鈾的提取率。

③ 振盪時間按室溫表規定：10°C 左右，振盪 1.5 分鐘；20°C 左右，振盪 1 分鐘；30°C 左右需要 40 秒鐘。

④ 如試料中鐵、鎳、鉍等含量高，將 6 N 鹽酸溶液放入 100 毫升分液漏斗中，加入 1 毫升過氧化氫及同體積的普通乙醚，提取一次或兩次以除去。

⑤ 在蒸發時，有碳時可加入硫酸及硝酸除去碳，再蒸到近干，加入 1 毫升水及 1 滴甲基橙，進行比色。

⑥ 其他含鈾試料的處理：

a. 粗鈾鹽：

稱取 0.1~2 克試料，溶解於鹽酸及硝酸中，蒸發至近干，用鹽酸及

氫溴酸的混合液蒸乾 3~4 次除去錫，最後加入硫酸。

6. 錫鹽沉澱：

稱取 0.5~1 克試料，溶於鹽酸及硝酸中，待試料分解完全後，蒸至近干，再用鹽酸氫溴酸混合液蒸乾 3~4 次除去錫，再加入硫酸。

B 錫砂及鉍沉澱：

稱取 0.5~1 克試料置於鎢坩堝中，加入 8 倍的過氧化鈉熔融，用熱水浸出，並用鹽酸溶解，再用氨水中和到 $\text{pH}=8.5$ ，將鐵與銅沉澱。

§ 2. 鈦的結晶紫比色法測定

方法要點：

溴化鈦在 1N 氫溴酸中可被乙醚定量提取與其他元素分離。分離後的鈦在 6N 鹽酸溶液中用亞硝酸鈉氧化成高價。再於 10% 鹽酸溶液中加入結晶紫和甲苯，鈦與結晶紫在甲苯層中呈現紫藍色，顏色深度與鈦含量成正比，在 0.5~40 微克時符合比耳定律。

干擾元素：本方法的干擾元素有鎢和金，因為鎢和金與結晶紫在甲苯層中也呈現藍紫色，靈敏度與鈦一樣，干擾很大。不過鎢在這個酸度不被乙醚所提取，而金與鈦同時進入乙醚層中，為了分離金，將含有金和鈦的乙醚層放在水浴上蒸乾，並與氫溴酸蒸乾 2~3 次，再用 1N 氫溴酸溶解，進行乙酸提取。試料含銅量高於百分之十時結果降低，含鐵量高於百分之十時結果增高，比色前可加入 1 毫升 6N 磷酸作抑制劑。

本方法適於測定鉛礦及煙道灰中的鈦，靈敏度在 10 毫升甲苯層中可測出 0.5~40 微克 Ti。

需用試劑：

鹽酸：比重 1.19，1:1 的及 10% 的溶液。

硝酸（比重 1.42）。

硫酸比重 1.84 及 1:1 溶液。

氫溴酸（40% HBr，200 毫升中含有 1 毫升溴素）。

氫溴酸（1N，1研中含有2毫升溴素）。

氫溴酸（1N，用乙醚飽和的，即飽和乙醚所用的）。

乙醚（分析純，無醇，無水，用1N氫溴酸飽和過，操作中
所用乙醚全用此乙醚。

亞硝酸鈉，10%溶液。

結晶紫，0.02%溶液。

甲苯（化學純）。

鉍標準溶液：

溶液甲：稱取0.1000克高純度金屬鉍放入250毫升燒杯中，加入50毫升1:1硝酸，在水浴上（70°C左右）加熱溶解，冷卻，移入1立升容量瓶中，用水稀至刻度，1毫升含0.1毫克鉍。

溶液乙：取溶液甲100毫升，放入另一個1立升容量瓶中，用水沖稀至刻度，1毫升含0.01毫克鉍。

分析手續：

稱取試料0.1~2克（根據鉍的含量）放入200毫升的燒杯中，加入15毫升鹽酸，在水浴上加熱15~20分鐘，並蓋表面皿。再加入8~10毫升硝酸，繼續在水浴上加熱到試料完全溶解①。洗去表面皿，在水浴上蒸乾，與1:1鹽酸蒸乾2~3次，每次3~4毫升，向蒸乾的燒杯中加入20毫升10%鹽酸，加熱到70~80°C，冷卻，用脫脂棉過濾，除去大量的氯化鉛。濾液在水浴上蒸發到近乾②，然後用含溴的氫溴酸處理，蒸乾2~3次③，每次用3~4毫升氫溴酸。

向蒸乾的燒杯中加入6~7毫升1N氫溴酸，溫熱，使鹽類溶解（如有少量溴化鉛可不去管它）。冷卻，移入一號50毫升分液漏斗中，用1N氫溴酸洗滌4次，每次2毫升（總體積約為15毫升左右）。向漏斗裡加入同體積乙醚④，將塞子塞好，振盪0.5~1.5分鐘⑤，靜置2~3分鐘，將下面水層放入二號50毫升分液漏斗中，加入同體積乙醚，按操作再提取一次，水層放掉，乙醚層併入一號分液漏斗中，加入6~7毫升用乙醚飽和過的氫溴酸，振

邊20秒鐘，下面水層放入二號分液漏斗中，並加入 6—7 毫升乙醚，振盪30秒鐘，放去水層，將兩個分液漏斗中的乙醚合併於100毫升高壁燒杯中，用水洗淨漏斗。在熱水浴上蒸去乙醚^⑤（乙醚可通過冷凝管來回收），加入 3 毫升 1:1 硫酸，於低溫砂浴上蒸去水份，再於高溫處蒸發硫酸。當冒濃厚白煙時，蓋以表面皿，慢慢滴入濃硝酸以氧化有機物。到硝酸煙消失後，冷卻，洗淨表面皿及杯壁，再於砂浴上蒸發到完全乾燥^⑥。

比色^⑦：

向蒸乾的燒杯中加入 3 毫升 6 N 鹽酸，溫熱，使鹽類完全溶解。冷卻後，加入 0.2 毫升亞硝酸鈉^⑧，5 分鐘後^⑨移入50毫升分液漏斗中，用水洗 4 次，並將溶液稀釋到17~18毫升^⑩，加入 3 毫升結晶紫溶液及10毫升甲苯^⑪，振盪 1 分鐘，靜置，放掉水層，甲苯層放入25毫升的乾燥的比色管中與標準級差進行比色。

配製級差溶液：

由微量滴管中放出 1 微克，5 微克，10 微克，15 微克……40 微克鉍的標準溶液於50毫升小燒杯中，在水浴上蒸乾^⑫，向燒杯中加入 3 毫升 6 N 鹽酸及 0.2 毫升亞硝酸鈉，5 分鐘後移入50毫升分液漏斗中，用盡量少量水洗淨燒杯，並稀釋到 17 毫升^⑬，加入 3 毫升結晶紫及10毫升甲苯，振盪 1 分鐘，放掉水層，甲苯層放入25毫升乾燥的比色管中進行比色。

註 解

- ① 如試料難溶解，可加入數滴過氧化氫。
- ② 如殘留的酸過多，當加入氫氰酸時，作用劇烈，容易濺出。
- ③ 每次必須完全蒸乾，使鹽酸、硝酸徹底除去，全部鉍轉化成溴化物。
- ④ 乙醚的體積可稍比水層大一些，一方面提取完全，一方面損失率減少。
- ⑤ 須根據室溫的情況，如在 10°C 以下要振盪 1.5 分鐘；20°C 左右可振盪 1 分鐘；如為30°C 振盪40秒鐘已够，並隨時用冷水冷卻。
- ⑥ 乙醚的沸點為 34.97°C，所以在熱水浴上即可蒸發。

⑦ 杯壁上的硫酸也要洗下來蒸乾，因為在比色時溶液的酸度對顯色有很大的影響。

⑧ 比色的試劑溶液全用滴定管加入。

⑨ 亞硝酸鈉在這裡用作鉈的氧化劑，在6N鹽酸中，將鉈氧化成 $TiCl_3$ ，與結晶紫在半苯層中顯藍紫色。但過多的氧化劑使顯色不正常，結果偏低。

⑩ 氧化時間要嚴格控制，時間少於5分鐘時，怕鉈氧化不完全，同時氧化劑過濃影響比色。時間超過5分鐘（30分鐘以上），顯色轉紅，無法比較。

⑪ 比色時的酸度應為8—10%鹽酸溶液，高於10%時，部份結晶紫被破壞結果低。低於8%時，顯色偏紅。

⑫ 加入結晶紫後應馬上加入甲苯，立刻振盪，否則結晶紫在酸性及含有氧化劑的溶液中被破壞，結果偏低。

如鉈含量超過50微克，將甲苯提取後的水層放入另外一個分液漏斗中，加入1毫升結晶紫及10毫升甲苯，再行提取，直到甲苯層呈淡藍色時為止。

⑬ 為了取得一定的酸度，所以先把標準溶液在水浴上蒸乾。

⑭ 標準溶液體積可稀釋到15毫升，因為沒有游離酸存在。

參 考 文 獻

Современные Методы Анализа в Металлургии (1955, Стр. 146).

§ 3. 銅、鉛鋅礦中硒碲的測定

(1) 硒及碲的比色法測定

方法要點:

硒在9N鹽酸溶液中可被還原為元素硒析出來，碲則留在溶液中，因此可以分離硒，分離去硒後再在4N鹽酸酸度中還原，則碲也能還原為元素狀態析出，本法即採用不同酸度下分別還原而分離，以分別還原出來的元素狀態的硒、碲的懸浮液與同樣處理所得的級差進行比色，元素硒在溶液中為紅褐色，碲則為黑

色。

硒、碲溶於硝酸中，故對一般銅鉛鋅礦可用酸溶（硅含量高者則可用鹼溶）。不溶物過濾除去，某些重金屬影響測定結果，故必須進行分離，主要干擾元素有 Sb、Bi、As、Pb、Au、Ag、Cu，本法採用還原，加聚集劑並生成複離子等方法，使硒、碲與大部份雜質分離。在鹼性溶液中（ $\text{pH}=8\sim 9$ ）以 30—50 倍於硒、碲的鐵量，使硒、碲與鐵共沉澱下來與銅等元素分離，並以酒石酸除去鎢、鉍等元素之干擾。如上述干擾元素含量不多對測定無干擾，但上述干擾元素含量多時必須另行處理，見附註。在第一次含量沉澱前的各項操作手續大部份都可除去。

需用試劑：

硝酸：比重 1.42、1:1 溶液。

鹽酸：比重 1.19、1:1、1:9 溶液。

氫氧化鐵（比重 0.91）。

二氯化錫 25% 溶液（用濃鹽酸配製）。

阿拉伯膠，0.1% 溶液。

酒石酸。

三氯化鐵或硝酸鐵。

氯化銨，3% 溶液（氨水鹼化過的）。

硅藻土。

飽和 SO_2 的 9N 鹽酸溶液。

硒及碲標準溶液：

稱取金屬硒（或碲）0.05 克加入 10 毫升濃鹽酸及 3—4 滴濃硝酸，於水浴上加熱使之溶解，然後移入 100 毫升的容量瓶中，以水稀釋至標線，則每毫升含硒（或碲）0.05 毫克。

分析手續：

硒的比色測定

稱取試樣 1—10 克（依礦樣中硒碲含量而定）放入 500—1000 毫升的錐形瓶中，加入 100 毫升 1:1 硝酸，在砂浴上加熱分解（如樣品不易分解，可再加 50 毫升 1:1 硝酸）。當樣品分解完後加入 50

毫升水，煮沸，過濾，用硝酸酸化的熱水洗滌5—6次，於濾液中加1—2克三氯化鐵（或硝酸鐵，鐵量估計為硒確量的30—50倍），加熱，以氨水沉澱，使 $\text{pH}=8-9$ 範圍，煮沸數分鐘，以快濾紙過濾，以氨水微鹼化過的3%氯化銨熱溶液洗5—6次（如銅多，應重複處理一次），用鹽酸（1:1）將沉澱溶解於原燒杯中，用熱水洗濾紙，加入鹽酸使其濃度按容積計為30—40%，加入2克酒石酸，加入二氯化錫溶液，當鐵還原後再多加1—2毫升，於 60°C 保持半小時（或於室溫處置4小時）過濾，以鹽酸（1:9）洗7—8次，將沉澱移入小燒杯中，加10毫升濃鹽酸和3—4滴 HNO_3 ，在水浴上溫熱使之溶解（如金含量較多，此時需用比重1.25硝酸溶解，過濾，蒸乾，再以鹽酸溶解）。溶解後加30毫升水、90毫升鹽酸、0.5克硅藻土、2克鹽酸羥氨和70毫升被二氧化硫飽和的鹽酸（9N）溶液，在 30°C 時放置半小時（或室溫4小時），以古氏坩堝（或用普通濾紙加少許紙漿）過濾，以鹽酸（1:1）洗5—6次，再用冷水洗6—7次，以洗去二氧化硫。濾液留作測定碲，將沉澱同濾紙放入小燒杯中，於盛有硒沉澱及濾紙的小燒杯中，加入10毫升濃鹽酸①和3—4滴硝酸，過濾於50毫升比色管中（如含量高，可轉入容量瓶中，取出整分部分），用少量水洗十餘次至體積約為45毫升，加入2毫升阿拉伯膠溶液和3—5滴二氯化錫溶液，以水稀釋至標線，經25分鐘後比色。

標準級差的配製：取0.0、1.0、2.0、3.0、……毫升硒的標準液，放入50毫升的比色管中，加入10毫升濃鹽酸和3—4滴硝酸，加水至約45毫升和2毫升阿拉伯膠溶液、3—5滴二氯化錫，以水稀釋至標線，25分鐘後比色。

計算：

$$\text{Se}\% = \frac{V \times A \times 0.00005}{G \times B} \times 100,$$

式中 V ——比色時所相當硒標準液的毫升數；

0.00005——1毫升硒標準液中含硒的克數；

G ——稱取試料的克數；

A——試液總體積的毫升數；

B——比色時吸取整分部份溶液的毫升數。

碲的比色測定

將上述分離碲沉澱以後的濾液加水稀釋，加熱煮沸以除盡二硫化硫，然後調節酸度約為4N，加熱至60°C，加入4毫升15%二氯化錫（於20%鹽酸中），將碲還原為金屬碲沉澱，放置半小時，過濾，用4N鹽酸洗滌沉澱數次，最後用蒸餾水洗2次，用10毫升濃鹽酸①及3—4滴硝酸溶解沉澱，然後移入50毫升比色管中（如碲的含量高，可移入容量瓶中，取整分部份溶液），然後加水至約45毫升，加入2毫升阿拉伯膠溶液及3—5滴二氯化錫溶液，以水稀釋至標綫，搖勻，經25分鐘後比色。

標準級差的配製：於同樣的50毫升比色管中各加入碲標準溶液0.0、1.0、2.0、3.0……毫升，加10毫升濃鹽酸和3—4滴濃硝酸，加水至約45毫升，加入2毫升阿拉伯膠溶液及3—5滴二氯化錫溶液，以水稀釋至標綫，搖勻。此配製手續須與試液同時進行，經25分鐘後比色。

計算：

$$Te\% = \frac{V \times A \times 0.00005}{G \times B} \times 100,$$

式中 V——比色時所相當碲標準液的毫升數；

0.00005——1毫升碲標準液中含碲的克數；

G——稱取試料的克數；

A——試液的總體積毫升數；

B——比色時吸取整分部份溶液的毫升數。

註 解

① 碲碲的比色也可以在醋酸溶液中進行，其法如下：

將碲（碲）溶液置入100毫升小燒杯中，以水稀至50—60毫升，以小片石蕊試紙為指示劑，用氨水中和，滴加醋酸至呈酸性反應，並多加6滴，加6毫升20%酒石酸鉀鉍溶液、8毫升0.5%阿拉伯膠、6滴25%二氯化錫溶液和20%鹽酸（新配製的）。

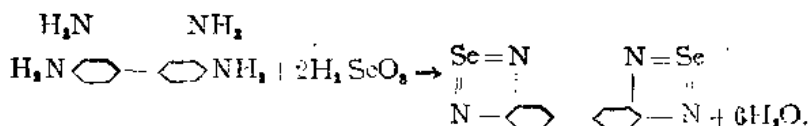
將溶液放置 5—10 分鐘，以氫水中和，再放置 10 分鐘後，向其中加入醋酸至呈酸性反應（仍以石蕊試紙為指示劑），並多加入 2 毫升，將溶液移入 100 毫升比色管中，以水稀釋至標線，即可與同時配製的級差溶液比色。

(2) 硒的 3,3'-二氨基聯苯胺比色法測定

方法要點：

四價硒與二氨基聯苯胺 (3,3'-diamino benzidine) 在 pH=2.3 時生成黃色化合物。定量測得是在 pH=5 以上時進行的，該化合物可以溶解在甲苯中，普通離子不與二胺基聯苯胺發生作用，一些有色的鹽也不干擾。如有多價金屬，可加 EDTA 加以抑制，還原劑和強氧化劑必須除去。

本方法採用鐵作聚集劑在 pH=8—9 時使四價硒與鐵共沉澱下來，可與大部份銅等分離，然後再在 30% 鹽酸溶液中將硒沉澱成元素狀態，再一次與部份雜質分離，並加酒石酸除去鉍等元素，在此條件下碲與硒共同沉澱出來，礦石中與硒伴生微量碲並不干擾硒的測定。本方法靈敏度很大，可以測出 0.5 微克硒，反應式如下：



需用試劑：

硝酸，比重 1.42 化學純。

鹽酸，比重 1.19 化學純。

甲酸，2.5M 溶液。

氫氧化鉍：7M 溶液。

酒石酸：化學純。

硝酸鐵：化學純。

二氨基聯苯胺溶液 0.5% 水溶液，放於冰箱中。

乙二胺四醋酸二鈉溶液：0.1M 水溶液。