

有色金属与稀有金属技术分析 (八)

锆的冶金技术分析

冶金工业部有色金属研究院

内部资料

冶金工业出版社

75.2
3381
8

有色金屬與稀有金屬技術分析 (八)

鋳 的 冶 金 技 術 分 析

冶金工業部有色金屬研究院

冶 金 工 業 出 版 社

有色金屬與稀有金屬技術分析 (八)

鑄的冶金技術分析

冶金工業部有色金屬研究院

編輯：徐敏時 設計：魯芝芳、童煦堯 校對：王坤一

1959年2月第一版 1959年2月北京第一次印刷1,500冊

850×1168 · 3/32 · 37,000字 · 印 張 1 $\frac{12}{32}$ · 定 價 0.16 元

中央民族印刷廠印

本社發行

書 號 1201

冶金工業出版社出版 (地址：北京市灯市口甲45號)

北京市書刊出版業營業許可證出字第093號

有色金屬與稀有金屬技術分析一書共分十一冊出版。第八冊是講述鋇的技術分析的，內容包括：礦石中鋇的測定，冶金生產中的熟料、浸渣、浸液、洗水、母液及半成品鋇氟酸鉀、氧化鋇、鋇粉中鋇及其雜質的測定。

本書可供廠礦分析人員作為實際指導書籍並可供科學研究人員和高等、中等工業學校有關專業的師生參考。

目 錄

I. 鋳英石中鋳及稀土總量的測定	1
§1. 鋳的容量法測定	1
§2. 鋳的焦磷酸鹽重量法測定	5
§3. 鋳的鄰苯二酚紫比色法測定	6
§4. 鋳的茜素磺酸鈉比色法測定	8
§5. 鈰及稀土元素總量的測定	10
II. 氧化鋳、氟鋳酸鉀中鋳及雜質的測定	12
§1. 鋳的容量法測定	12
§2. 硅的鉬藍比色法測定	15
§3. 鈦的過氧化氫比色法測定	16
§4. 鐵的磺基水楊酸比色法測定	17
§5. 鉛的8-羥基喹啉比色法測定	19
§6. 錳的過磷酸鹽比色法測定	21
§7. 磷的磷鉬酸比色法測定	21
§8. 氧化鋳中鉛的極譜測定	22
§9. 氧化鋳中鈮、鎳、鋅的極譜測定	23
III. 冶金中間產品中鋳及雜質的測定	25
§1. 鋳的容量法測定	25
§2. 碳化鋳純度的測定	28
§3. 硅的重量法測定	30
§4. 硅的鉬藍比色法測定	32
§5. 鈦的過氧化氫比色法測定	33
§6. 鐵的磺基水楊酸比色法測定	34
IV. 鋳粉中鋳及雜質的測定	36
§1. 總鋳量、活性鋳的測定	36
§2. 鐵的磺基水楊酸比色法測定	36
§3. 鈦的過氧化氫比色法測定	38
§4. 硅的鉬藍比色法測定	39

1. 鋯英石中鋯及稀土總量的測定

§ 1. 鋯的容量法測定

(特里隆 B 法)

方法要點:

在稀鹽酸 (0.2~0.3N) 溶液中並含有大量硝酸銨的情況下，加入鄰苯二甲酸可將鋯定量沉澱為鄰苯二甲酸鋯。

然後用氫氧化鈉處理鄰苯二甲酸鹽，並轉變為氫氧化鋯，再將氫氧化鋯溶解於熱鹽酸中。

加入定量的乙二胺四醋酸二鈉 (特里隆 B) 標準溶液，使與鋯生成穩定的絡合物，用氫氧化鈉調整 pH 為 4，在乙酸銨存在下 (緩衝劑) 以水楊酸為指示劑，用三氯化鐵標準溶液滴定過量的乙二胺四醋酸二鈉。

大多數元素如鈦、錫、鈷、銻、鐵、鋁、鈹、鎳、鎳及鈰族稀土等，在此條件下生成可溶性的鄰苯二甲酸鹽，因此這些元素可以完全與鋯分離。但是大量的銻存在時影響鄰苯二甲酸鋯沉澱。多量的鈦、錫存在時，因沉澱鋯時酸度很小，因此易水解。當鈦、錫未分離盡時，滴定時會使終點不穩定而引起較大的誤差 (Fe^{3+} 存在可使結果增高)。

只有鋯成兩價陽離子 ZrO^{2+} 狀態存在於溶液中時，鋯才以 1:1 的比例與特里隆 B 結合，而四價陽離子 Zr^{4+} 是與兩個特里隆 B 分子結合的。因此為了得到鋯的準確結果，溶液必須先加熱至沸，使全部鋯成為鋯離子 ZrO^{2+} 狀態。

為了分離礦石中的大部份鈦、鐵、鈷等雜質，礦石先用鹽酸及硝酸處理後，將不溶物 (鋯英石和斜鋯石不被分解) 用過氧化鈉熔融。

需用試劑:

0.1% 甲基紅指示劑，酒精溶液。

鄰苯二甲酸。

過氧化鈉。

鹽酸（比重 1.19）。

硝酸（比重 1.42）。

雙氧水。

氫氧化鋁。

氫氧化鈉。

水楊酸

乙酸鋁。

2% 鹽酸溶液（含有 0.1% 鄰苯二甲酸）。

硝酸鋁，飽和溶液。

三氯化鐵標準液:

稱取 15 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶解於水中，稀釋至 1 立升，搖勻。

標定法:

吸取特里隆 B 標準液 20 毫升置入 300 毫升的錐形瓶中，加水至 50—80 毫升，加入 1 滴甲基紅指示劑，用氫氧化鋁中和至溶液轉變為黃色為止。加入 2 克乙酸鋁及 0.1—0.2 克水楊酸，用三氯化鐵溶液滴定至紅黃色即為終點:

$$T' = \frac{V_T}{V_{Fe}}$$

式中 T' ——1 毫升三氯化鐵相當特里隆 B 標準液的毫升數;

V_T ——吸取特里隆 B 標準溶液的毫升數;

V_{Fe} ——滴定時所消耗的三氯化鐵標準液的毫升數。

特里隆 B 標準溶液 (0.02 或 0.05M):

稱取 7.442 克或 18.605 克特里隆 B ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

溶於煮沸過的蒸餾水中，稀釋至 1 立升。

標定法:

稱取純金屬鋅 3.269 克溶於 20 毫升鹽酸 (1:1) 中，稀釋至 1

立升，此鋅標準液爲 0.05M，1 毫升中含 0.003269 克 Zn。

吸取 10 毫升或 20 毫升鋅標準溶液，置於 300 毫升錐形瓶中，稀釋至 100 毫升，用 1:1 NH_4OH 中和至微氨味，加 10 毫升緩衝劑溶液（67.5 克 NH_4Cl 溶於水中，加入 570 毫升氨水（比重 0.91），以水稀釋至 1 立升），加入埃羅黑 T 指示劑 4 滴，用特里隆 B 標準液滴定至溶液呈天藍色不變爲止。

$$C_r = \frac{C_{Zn} \times V_{Zn}}{V_r},$$

式中 C_r ——特里隆 B 標準溶液的克分子濃度；

V_r ——滴定時所消耗的特里隆 B 標準溶液毫升數；

C_{Zn} ——鋅標準溶液的克分子濃度；

V_{Zn} ——吸取鋅標準溶液的毫升數。

或：

$$T = 0.12322 \times C_{Zn} \times \frac{V_{Zn}}{V_r},$$

式中：T—1 毫升特里隆 B 標準溶液所相當 ZrO_2 的克數。

分析手續：

稱取試料 0.1—0.5 克置於瓷坩堝中（若試料是礦石而且有多量的雜質如 Ca 、鐵、鉍等，可先用 30 毫升鹽酸在砂浴上加熱分解，然後加入 5 毫升硝酸分解，加入 50 毫升水煮沸，加入 5 毫升 30% 雙氧水，用密濾紙過濾，用含有少量雙氧水的稀鹽酸溶液洗滌 4—5 次，將濾紙及不溶物移入瓷坩堝中灰化後進行熔融），加入 8 倍量的過氧化鈉，並攪勻，在噴燈上進行熔融。在一般情況下當熔融物完全透明後，再經 2—4 分鐘即可熔融完全。待熔融物稍冷後，置於 300 毫升燒杯中，用 150—200 毫升水浸取熔融物，洗出坩堝，煮沸 2—5 分鐘，靜置 10 分鐘後用中等密濾紙過濾，用 5% 氫氧化鈉熱溶液洗滌沉澱 5—6 次，用熱鹽酸 (1:1) 溶解沉澱於原燒杯中，並用 5% 鹽酸洗滌濾紙 5—6 次，然後用 10% 氫氧化鈉中和，至沉澱生成後不再溶解，按照每 100 毫升體積加入 5 克氫氧化鈉，煮沸 2—3 分鐘，用快濾紙過濾，用 5%

熱的氫氧化鈉溶液洗滌 5~6 次，用熱鹽酸 (1:1) 溶解沉澱於原燒杯中，加熱至溶液完全透明為止（此時體積不應超過 50 毫升）。加入 30 毫升飽和硝酸銨溶液，用氫氧化銨中和至沉澱開始出現經攪拌不溶為止（也可以加入甲基紅 ● 指示劑由紅變黃為止）。準確地加入 4 毫升濃鹽酸，調整體積為 100 毫升，加熱至沸，在不斷攪拌下加入 100 毫升同樣溫度的 4% 鄰苯二甲酸溶液，此時體積為 200 毫升，酸度為 2% ●，煮沸 2~3 分鐘，在水浴上加熱 1~1.5 小時，靜置 15~30 分鐘，用密濾紙過濾，用含有 0.1% 鄰苯二甲酸的 2% 稀鹽酸熱溶液洗滌燒杯及沉澱 6~8 次，再用水洗滌 1~2 次，然後用熱的 5% 氫氧化鈉溶液洗滌燒杯及沉澱約 8~10 次（至鄰苯二甲酸完全洗淨為止）。用熱鹽酸 (1:1) 溶解沉澱，再用約 5% 稀鹽酸洗滌濾紙 5~6 次，將溶液煮沸後用滴定管加入定量的特里隆 B 標準溶液 ●，加入 1 滴甲基紅指示劑，用氫氧化銨中和至溶液恰恰轉變成黃色為止。加入 2 克乙酸銨及 0.1~0.2 克水楊酸，用三氯化鐵標準溶液滴定至紅黃色即為終點。

計算：

$$\text{ZrO}_2\% = \frac{(A-B) \times C}{G} \times 100,$$

- 式中 A——加入特里隆 B 標準液的毫升數；
 B——滴定時所消耗的三氯化鐵相當於特里隆 B 標準液的毫升數；
 C——特里隆 B 標準液每毫升相當於二氧化鋯的克數；
 G——稱取試料的克數。

註 解

● 根據文獻記載，為了分離鈦、鐵以及其他雜質，可將礦樣先加入硫酸及氫氟酸分解樣品，再加入雙氧水使鈦留在溶液中，酸不溶物為硅酸鈣，但假如礦石中含有斜鋯石，則將有一部份被分解。

● 調整 pH 時甲基紅指示劑不宜加入過多，否則溶液帶深黃色影響滴定終點的辨認，最好只加一滴。

● 根據試驗沉澱時酸度範圍較大，甚至在3%的鹽酸酸度下，磷苯二甲酸還可定量沉澱。

● 加入特里隆B標準液量應當根據樣品含量而定。若加入量過多，會使滴定液的顏色在滴定過程中變得過深，不好看終點，一般過量1%~2%較好。如試樣中含10毫克 ZrO_2 ，則應加0.02M特里隆B 12~15毫升。

§ 2. 銮的焦磷酸鹽重量法測定

方法要點：

在強酸介質中（硫酸或鹽酸） ZrO^{++} 能定量地與磷酸氫二銮生成 $ZrO(H_2PO_4)_2$ ，沉澱。過濾後將此沉澱在高溫下灼燒，使之轉變為焦磷酸銮而測定之。

大多數元素在此條件下，都生成可溶性磷酸鹽，鈦及少量鉍、鉬，可加入過氧化氫，使之成為過鈦酸及過鉬酸等留在溶液中。有錫存在時可在鹽酸蒸乾脫水時，加氫溴酸蒸發而除去。如此可將銮與大多數干擾元素分離，如有稀土元素及鉍大量存在，則需二次沉澱。

需用試劑：

鹽酸（比重1.19）。

硫酸（比重1.84）。

氨水（比重0.90）。

過氧化鈉。

雙氧水：30%。

硝酸銮，10%溶液。

磷酸氫二銮：10%溶液。

分析手續：

秤取0.2~0.5克試料，放入30毫升磁坩堝中，加入7~8克過氧化鈉，在煤氣燈上熔融到透明後再熔融2~3分鐘。冷後於盛有200毫升水的燒杯中浸出，洗出坩堝，煮沸，用密濾紙過濾，用5%碳酸鈉熱溶液洗5~6次，沉澱用HCl(1:1)溶於瓷

蒸發皿中，在水浴上蒸乾，再加1毫升鹽酸（比重1.42）及1毫升氫溴酸，並反覆處理2次，最後加50毫升20%鹽酸，煮沸至可溶性鹽類溶解，用密濾紙過濾，用5%鹽酸洗液洗5~6次，再用水洗2~3次，保存濾液，將沉澱置入鉚坩堝中灰化，用氫氟酸及硫酸處理除去硅，殘渣用2~3克焦硫酸鉀熔融，用5%鹽酸浸出，合併於原濾液中。然後用氨水中和至鹼性，並過量5毫升，煮沸後過濾，用熱水洗4~5次，將沉澱用20%硫酸溶液溶解於原杯中，洗淨濾紙。將溶液稀釋至100~150毫升，調整相當於10%硫酸的酸度，加入5毫升30%雙氧水、30毫升10%磷酸銨二銨溶液。在溫度不高於60°C°的水浴上溫置2小時，用密紙過濾°，用10%硝酸銨洗液洗10次°，沉澱立即放入到已恒重的瓷坩堝中，灰化，燒灼（1000~1050°C°）至恒重。

$$\text{ZrO}_2\% = \frac{W \times 0.4646}{G} \times 100$$

式中 W——焦磷酸銨的克數；

0.4646——焦磷酸銨換算為氧化銨的係數；

G——稱取試料的克數。

註 解

- 礦樣中鈦含量高時，先用鹽酸或王水處理礦樣。
- 溫置磷酸銨沉澱時不得超過60°C°，否則雙氧水分解，使鈦、鋁、鉍等雜質亦被磷酸鹽沉澱。為了避免鈦、鋁、鉍的沉澱，可在過濾前補加5毫升雙氧水。
- 鋁、鉍、鈦、希土元素等含量較高時，要二次沉澱磷酸銨分離之。
- 洗滌磷酸銨時不應超過10次，以免水解為氫氧化銨，使結果偏低。

§ 3. 銨的鄰苯二酚紫比色法測定

方法要點：（適用範圍含量在0.05~2.0%之間）

在稀酸性（pH=5）溶液中，有乙二胺四醋酸二鈉存在時，

銨與鄰苯二酚紫生成穩定的藍紫色絡合物，利用此反應測定礦石中的銨，在有下列含量的干擾元素存在下，不必預先分離而測定。

在 100 毫升中鋁在 5 毫克以下、鐵 20 毫克以下、鈾 20 毫克以下、鈦 2 毫克、鈦 0.2 毫克以下，則無干擾。

需用試劑：

鹽酸（比重 1.19）。

硝酸（比重 1.42）。

過氧化鈉。

碳酸鈉。

氯化銨。

氫氧化銨（比重 0.91）。

雙氧水。

乙二胺四醋酸二鈉。

醋酸鈉。

鄰苯二酚紫 0.05% 溶液。

銨標準液配制：

秤 0.1 克純金屬銨或氯化銨放入鉑坩堝中，加 5 毫升氫氟酸，1 毫升過氯酸，在通風櫥中蒸至濃厚的白煙，取下用 5% 的過氯酸浸出，並用相同濃度的過氯酸稀釋至 1 立升，搖勻，每毫升相當於 0.1 毫克銨，或 0.1 毫克氯化銨。

分析手續：

稱取 0.2 克礦樣置於燒杯中，加入 20 毫升鹽酸（比重 1.19）、10 毫升硝酸（比重 1.42），在砂浴上分解完全後，加 50 毫升水煮沸。用密濾紙過濾，用水洗 5 次，將沉澱置入鉑坩堝中，灰化後與過氧化鈉 6—7 克熔融，用水浸出，加熱煮沸，過濾，用 2% 碳酸鈉洗 10 次，用 30 毫升 2:1 鹽酸將殘渣溶解於原燒杯中，加入 5 克氯化銨，用氫氧化銨中和並過剩 10 毫升，煮沸過濾，沉澱用 30 毫升 2:1 鹽酸溶於原燒杯中。加入 2 毫升 30% 雙氧水以還原鈾，煮沸 10—12 分鐘，將雙氧水破壞，冷後移入 100 毫升的容

量瓶中，用水稀釋到刻度，搖勻。

取出部份溶液，加入 3 毫升 15% 乙二胺四醋酸二鈉，及 1 滴溴化甲酚紫指示劑，用 1:2 鹽酸及 1:2 氫氧化鈣反復中和至指示劑恰轉變為亮黃色。準確加入 30 毫升 50% 醋酸鈉及 3.5 毫升鹽酸，混勻。10 分鐘後，加入 5 毫升 0.05% 鄰苯二酚紫溶液，用水稀釋至刻度，搖勻，1 小時後與同樣方法配制的級差比色。

級差色液配制：取 0, 20, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 500, 600 微克的鉛標準液，按上述手續進行發色。

§ 4. 鉛的茜素磺酸鈉比色法測定

方法要點：

在 0.1~0.2N 鹽酸或過氯酸中，鉛與茜素磺酸鈉生成穩定的紫紅色沉澱色素，它在每毫升中含有 4 微克以內的鉛時，完全符合比耳定律。

在比色時每 100 毫升溶液含 300 微克以內的鈦、100 毫克以內的亞鐵無影響，因此在用氨水分離大多數元素後，將沉澱溶於鹽酸中，高鐵用硫代乙醇酸還原成兩價則無影響。

需用試劑：

過氧化鈉。

氨水（比重 0.90）。

鹽酸（比重 1.19）。

硫代乙醇酸，10% 溶液。

硝酸（比重 1.42）。

茜素磺酸鈉，0.05% 溶液。

分析手續：

稱取 0.5 克試樣置入燒杯中，加入 20 毫升濃鹽酸和 10 毫升濃硝酸，在砂浴上蒸至 5 毫升左右。加水 20 毫升，煮沸後，用密濾紙過濾，用水洗 3~4 次，沉澱在鍍坩堝中灰化，然後與 6~7 克過氧化鈉攪勻，在煤氣燈上熔融至透明後再熔 3 分鐘，冷後，

放在400毫升燒杯中，以水浸出，洗出坩堝，煮沸後過濾，用5%氫氧化鈉熱溶液洗數次，沉澱用1:1鹽酸溶於蒸發皿中，在水浴上蒸干，加2毫升濃鹽酸及氫溴酸後蒸乾，如此反復12次。用20%鹽酸將沉澱溶解，用密濾紙過濾，（保存溶液），沉澱用氫氟酸處理，用焦硫酸鉀熔融，以10%鹽酸溶液浸出後，合併於原濾液中，用氫氧化鉍中和並過量5毫升，煮沸、過濾，用5%氫化鉍熱溶液洗滌5~6次，並再沉澱一次，用5%鹽酸將沉澱溶於100毫升容量瓶中，並稀釋到標線，搖勻。

由容量瓶中取出整分部份溶液（鉛不少20微克），置入100毫升比色管中，以氫氧化鉍中和至有沉澱出現後，再用1:1鹽酸中和至酸性，並過量1.5毫升^{*}，加入0.5毫升10%硫代乙醇酸還原 Fe^{3+} 為 Fe^{2+} ，放置1~2分鐘，使黃色消失後，用水稀釋至90毫升，加入2毫升0.05%茜素磺酸鈉^{*}，並用水^{*}稀釋至刻度，搖勻，放置1小時後，與同樣方法配制的標準級差進行比色。級差按磷苯二酚紫法配制。

計算：

$$\text{ZrO}_2\% = \frac{V \times T \times A}{G \times B} \times 100,$$

式中 V——比色時所相當的鉛標準溶液毫升數；

T——1毫升鉛標準相當 ZrO_2 的克數；

G——稱取試料的克數；

A——試液總體積毫升數；

B——比色時吸取試液的毫升數。

註 解

• 關於酸度問題，許多研究者指出 $\text{pH}=1\sim2$ 較好，增大酸度可消除其他元素的干擾，但降低鉛的靈敏度。

• 提高茜素磺酸鈉的濃度可增大比色範圍。

• 試樣中含有鉍時，可在顯色後補加2毫升鹽酸，以消除干擾。

• 本法適用在0.01~2.0%之間。

§ 5. 鈦及稀土元素總量的測定

方法要點:

在 pH0.25~0.3 的鹽酸或硝酸溶液中加草酸沉澱稀土及鈦，與干擾元素如鉛、鈦、鐵、磷酸根、鋁……等分離，將草酸沉澱物灰化灼燒成氧化物測定之。草酸沉澱時，僅鉛、銀分離較困難。如含量較多，可用硫化氫除去，四價鈾能生成沉澱。鈣較多時在靜置時間較長的情況下能共沉澱，鐵發生微量的吸附。

需用試劑:

過氧化鈉，化學純。

草酸，飽和溶液。

鹽酸，（比重 1.19）。

氫氧化鈉，5% 溶液。

草酸，2% 溶液。

雙氧水，30% 溶液。

分析手續:

稱取試樣 0.5~1.0 克* 放入 30 毫升瓷坩堝中，加入 8~10 克過氧化鈉*，熔融至透明後，再熔融 2 分鐘，在 400 毫升燒杯中加入水 200 毫升，浸出，煮沸，用密濾紙過濾，用 5% 氫氧化鈉的熱溶液洗 7~8 次，將沉澱連濾紙放在原燒杯中，加鹽酸酸化，並過剩 2.5 毫升*，加 100 毫升飽和草酸溶液，加熱近沸，在 60°C 以下靜置 4 小時，用密濾紙過濾，以 2% 草酸溶液（冷）洗數次，沉澱置入瓷坩堝中，於 550~600°C 灰化*。

將沉澱溶於鹽酸中，並過剩 2.5 毫升，同法再用飽和草酸溶液沉澱一次，最後將沉澱置於已恒重的瓷坩堝中，灰化、灼燒（900°C）至恒重。

計算:

$$\Sigma(R.E.)_2O_3 + ThO_2 \% = \frac{W \times 100}{G},$$

式中 W ——稀土氧化物總量與氧化鈦 [$\Sigma(R.E)_2O_3 + ThO_2$] 的總重量;

G ——稱取試樣的克數。

註 解

• 試樣中稀土含量太少時，則應稱 2 克試樣，並在草酸沉澱時靜置過夜，或加入氯化鈣作為聚集劑。

• 四價鈾有干擾，但在用過氧化鈉熔融時即氧化成六價而無干擾。

• 如果是用硝酸調整酸度，則應避免引入鉍鹽，因 NH_4^+ 在硝酸溶液中使稀土草酸鹽及鈦的溶解度增大。

• 第一次灰化草酸沉澱時，應在 $600^\circ C$ 以下進行，因溫度過高稀土氧化物不易被鹽酸溶解。

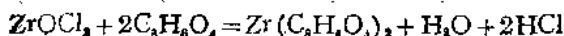
I. 氟化鋯、氟鋯酸鉀中鋯及雜質的測定

§ 1. 鋯的容量法測定

(特里隆 B 法)

方法要點:

在稀鹽酸 (0.2~0.3N) 溶液中，並含有大量的硝酸鉍情況下，加入鄰苯二甲酸，可將鋯定量地沉澱為鄰苯二甲酸鋯。



然後用氫氧化鈉處理鄰苯二甲酸鹽，使轉變為氫氧化鋯，再溶解於熱鹽酸中。

加入定量的乙二胺四醋酸二鈉 (特里隆 B) 標準溶液，使與鋯生成穩定的鋯合物，用氫氧化鈉調整 pH 為 4。在乙酸鈹存在下 (緩衝劑) 以水楊酸為指示劑，用三氯化鐵標準溶液滴定過量的特里隆 B。

大多數元素如鈦、錫、鈷、硅、鉄、鋁、鉍、錳、鎳及鈾族稀土元素等，在此條件下均生成可溶性的鄰苯二甲酸鹽。因此這些元素可以完全與鋯分離。大量的硅存在影響鄰苯二甲酸鋯沉澱，多量的鈦、錫存在時，因沉澱鋯時酸度很小容易被水解，而當鈦、錫未分離淨時，在滴定時會引起終點不穩定，而造成較大的誤差 (Fe^{3+} 存在可使結果增高)。

只有鋯成兩價陽離子 ZrO^{2+} 狀態存在於溶液中時，鋯才以 1:1 的比例與特里隆 B 結合，而四價陽離子 Zr^{4+} 與兩個特里隆 B 分子結合。因此為了得到鋯的準確結果，溶液必須預先加熱至沸，使全部鋯成為鋯鹽離子 ZrO^{2+} 狀態。

為了分離礦石中的大部分鈦、鉄、鈷等雜質，將礦石先用鹽酸及硝酸處理後，將不溶物 (鋯英石、斜鋯石不被分解) 用過氧