

分析化学手册

〔美〕 J.A.迪安 主编



科学出版社

www.sciencep.com

第 3 章 重量及容量分析

3.1 无机重量分析	3.3
表 3.1 水的离子积常数	3.3
表 3.2 溶度积	3.3
表 3.3 能被普通分析试剂沉淀的元素	3.9
表 3.4 元素的重量分离方法和重量测定法概要	3.11
表 3.5 加热温度、称量形式的组成及重量因子	3.19
表 3.6 8-羟基喹啉金属盐	3.21
3.2 水介质中的酸碱滴定	3.22
3.2.1 基准物	3.22
表 3.7 恒沸盐酸溶液的组成	3.22
表 3.8 盐酸溶液的密度及组成	3.23
表 3.9 水溶液中酸碱滴定的基准物	3.24
3.2.2 指示剂	3.24
表 3.10 水溶液酸-碱滴定的指示剂及其变色的 pH 范围	3.24
表 3.11 酸碱滴定中的混合指示剂	3.27
表 3.12 酸碱滴定中的荧光指示剂	3.28
3.2.3 酸的平衡常数	3.30
图 3.1 解离基团的 pK_a 范围	3.30
表 3.13 酸在不同温度水溶液中的平衡常数	3.31
3.2.4 水溶液酸碱滴定的滴定曲线和精度	3.36
3.2.5 溶液 pH 值的近似计算	3.40
3.2.6 给定 pH 下各种形体的浓度	3.41
3.2.7 酸碱滴定中的容量因子	3.41
表 3.14 酸碱滴定容量因子	3.41
3.3 非水介质中的酸碱滴定	3.44
3.3.1 溶剂	3.44
表 3.15 普通酸碱溶剂的性质	3.45
图 3.2 非水溶剂中的大致电势范围	3.46
图 3.3 某些溶剂的质子自递范围及其与一些酸的内在强度之关系	3.46
3.3.2 试剂的制备及标定	3.48

3.3.3 酸碱物质在非水介质中的酸碱性	3.49
表 3.16 非水体系中各种酸及指示剂的 pK_a	3.49
表 3.17 非水介质中的滴定方法	3.51
3.3.4 非水体系酸碱滴定曲线	3.52
3.4 沉淀滴定	3.53
3.4.1 沉淀滴定的滴定曲线和精度	3.53
图 3.4 沉淀滴定 $X + R = XR$ 的滴定曲线	3.54
3.4.2 应用	3.55
表 3.18 沉淀滴定的标准溶液	3.55
表 3.19 沉淀滴定指示剂	3.56
表 3.20 基于沉淀反应的滴定方法	3.57
3.5 氧化还原滴定	3.59
3.5.1 氧化还原滴定的滴定曲线和精度	3.59
表 3.21 25℃ 时部分半反应的电势	3.61
3.5.2 氧化还原滴定中的指示剂	3.63
表 3.22 部分氧化还原滴定指示剂	3.63
3.5.3 氧化还原滴定标准溶液	3.65
表 3.23 常用氧化还原滴定反应方程式	3.66
表 3.24 氧化还原滴定法测定元素的步骤和当量	3.70
表 3.25 氧化还原反应中的容量滴定因子	3.78
3.6 络合滴定	3.82
3.6.1 络合滴定的类型	3.82
3.6.2 金属离子指示剂	3.84
表 3.26 部分金属离子指示剂的性质和应用	3.85
3.6.3 乙二胺四乙酸	3.86
表 3.27 α_4 随 pH 的变化	3.86
表 3.28 25℃、离子强度接近于 0 时 EDTA 络合物的形成常数	3.87
图 3.5 EDTA 滴定各种金属离子的最小 pH	3.88
表 3.29 20℃、离子强度为 0.1 时氨络合物的累积形成常数	3.89
3.6.4 滴定曲线	3.89
图 3.6 EDTA 滴定 $Ni(II)$ 的滴定曲线	3.90
3.6.5 络合滴定的选择性	3.91
表 3.30 EDTA 滴定时的一些掩蔽和解蔽试剂	3.92
3.6.6 标准溶液的配制	3.93
表 3.31 EDTA 滴定分析示例	3.94
表 3.32 EDTA 间接滴定法测定阴离子	3.98
参考文献	3.100

3.1 无机重量分析

表 3.1 水的离子积常数

表 3.1 给出以摩尔制表示的 pK_w 值. K_w 为水的离子活度积常数. 数据引自: W. L. Marshall and E. U. Franck, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, **10**:295 (1981).

温度/℃	pK_w	温度/℃	pK_w	温度/℃	pK_w
0	14.938	45	13.405	95	12.345
5	14.727	50	13.275	100	12.264
10	14.528	55	13.152	125	11.911
15	14.340	60	13.034	150	11.637
18	14.233	65	12.921	175	11.431
20	14.163	70	12.814	200	11.288
25	13.995	75	12.711	225	11.207
30	13.836	80	12.613	250	11.192
35	13.685	85	12.520	275	11.251
40	13.542	90	12.431	300	11.406

表 3.2 溶度积

表 3.2 中数据参考了 18~25℃ 间不同温度下的值并主要汇编自: Bjerrum, Schwarzenbach and Sillen, *Stability Constants of Metal Complexes*, Part II, Chemical Society, London, 1958.

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
铜			$Ba(BrO_3)_2$	5.50	3.2×10^{-6}
$Ac(OH)_3$	15	1×10^{-15}	$BaCO_3$	8.29	5.1×10^{-9}
铝			$BaCO_3 + CO_2 +$	4.35	4.5×10^{-5}
$AlAsO_4$	15.8	1.6×10^{-16}	$H_2O \rightarrow Ba^{2+} +$		
铜铁试剂盐, AlL_3	18.64	2.3×10^{-19}	$2HCO_3^-$		
$Al(OH)_3$ 无定型	32.9	1.3×10^{-33}	$BaCrO_4$	9.93	1.2×10^{-10}
$AlPO_4$	18.24	6.3×10^{-19}	$Ba_2[Fe(CN)_6] \cdot 6H_2O$	7.5	3.2×10^{-8}
8-羟基喹啉盐, AlL_3	29.00	1.00×10^{-29}	BaF_2	5.98	1.0×10^{-6}
Al_2S_3	6.7	2×10^{-7}	$BaSiF_6$	6	1×10^{-6}
Al_2Se_3	24.4	4×10^{-25}	$Ba(IO_3)_2 \cdot 2H_2O$	8.82	1.5×10^{-9}
镉			$Ba(OH)_2$	2.3	5×10^{-3}
$Am(OH)_3$	19.57	2.7×10^{-20}	$Ba(MnO_4)_2$	9.61	2.5×10^{-10}
$Am(OH)_4$	56	1×10^{-56}	$BaMoO_4$	7.40	4.0×10^{-8}
铈			$Ba(NbO_3)_2$	16.50	3.2×10^{-17}
$NH_4UO_2AsO_4$	23.77	1.7×10^{-24}	$Ba(NO_3)_2$	2.35	4.5×10^{-3}
砷			BaC_2O_4	6.79	1.6×10^{-7}
$As_2S_3 + 4H_2O \rightarrow$	21.68	2.1×10^{-22}	$BaC_2O_4 \cdot H_2O$	7.64	2.3×10^{-8}
$2HASO_2 + 3H_2S$			$BaHPO_4$	6.5	3.2×10^{-7}
钡			$Ba_3(PO_4)_2$	22.47	3.4×10^{-23}
$Be_3(AsO_4)_2$	50.11	8.0×10^{-51}	$Ba_2P_2O_7$	10.5	3.2×10^{-11}

续表

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
钡			钙		
BaHPO ₃ ·0.5H ₂ O	3	1×10^{-3}	CaCO ₃	8.54	2.8×10^{-9}
8-羟基喹啉盐, BaL ₂	8.3	5.0×10^{-9}	CaCO ₃ 方解石	8.35	4.5×10^{-9}
Ba(ReO ₄) ₂	1.28	5.2×10^{-2}	CaCO ₃ 文石	8.22	6.0×10^{-9}
BaSeO ₄	7.46	3.5×10^{-8}	CaCrO ₄	3.15	7.1×10^{-4}
BaSO ₄	9.96	1.1×10^{-10}	CaF ₂	8.28	5.3×10^{-9}
BaSO ₃	6.1	8×10^{-7}	Ca[SiF ₆]	3.09	8.1×10^{-4}
BaS ₂ O ₃	4.79	1.6×10^{-5}	Ca(OH) ₂	5.26	5.5×10^{-6}
铍			Ca(IO ₃) ₂ ·6H ₂ O	6.15	7.1×10^{-7}
BeCO ₃ ·4H ₂ O	3	1×10^{-3}	Ca[Mg(CO ₃) ₂]白云石	11	1×10^{-11}
Be(OH) ₂ 无定型	21.8	1.6×10^{-22}	CaMoO ₄	7.38	4.2×10^{-8}
Be(OH) ₂ + OH ⁻ → HBeO ₂ ⁻ + H ₂ O	2.50	3.2×10^{-3}	Ca(NbO ₃) ₂	17.06	8.7×10^{-18}
BeMoO ₄	1.5	3.2×10^{-2}	CaC ₂ O ₄ ·H ₂ O	8.4	4×10^{-9}
Be(NbO ₃) ₂	15.92	1.2×10^{-16}	CaHPO ₄	7.0	1×10^{-7}
铋			Ca ₃ (PO ₄) ₂	28.70	2.0×10^{-29}
BiAsO ₄	9.36	4.4×10^{-10}	8-羟基喹啉盐, CaL ₂	11.12	7.6×10^{-12}
铜铁试剂盐	27.22	6.0×10^{-28}	CaSeO ₄	3.09	8.1×10^{-4}
Bi(OH) ₃	30.4	4×10^{-31}	CaSeO ₃	5.53	8.0×10^{-6}
BiI ₃	18.09	8.1×10^{-19}	CaSiO ₃	7.60	2.5×10^{-8}
BiPO ₄	22.89	1.3×10^{-23}	CaSO ₄	5.04	9.1×10^{-6}
Bi ₂ S ₃	97	1×10^{-97}	CaSO ₃	7.17	6.8×10^{-8}
BiOBr	6.52	3.0×10^{-7}	酒石酸盐二水合物	6.11	7.7×10^{-7}
BiOCl	30.75	1.8×10^{-31}	CaWO ₄	8.06	8.7×10^{-9}
BiCOH	9.4	4×10^{-10}	铈		
BiO(NO ₂)	6.31	4.9×10^{-7}	CeF ₃	15.1	8×10^{-16}
BiO(NO ₃)	2.55	2.82×10^{-3}	Ce(IO ₃) ₃	9.50	3.2×10^{-10}
BiOSCN	6.80	1.6×10^{-7}	Ce(IO ₃) ₄	16.3	5×10^{-17}
镉			Ce(OH) ₃	19.8	1.6×10^{-20}
邻氨基苯甲酸盐, CdL ₂	8.27	5.4×10^{-9}	Ce(OH) ₄	47.7	2×10^{-48}
Cd ₃ (AsO ₄) ₂	32.66	2.2×10^{-33}	Ce ₂ (C ₂ O ₄) ₃ ·9H ₂ O	25.5	3.2×10^{-26}
[Cd(NH ₃) ₆](BF ₄) ₂	5.7	2×10^{-6}	CePO ₄	23	1×10^{-23}
苯甲酸盐·2H ₂ O	2.7	2×10^{-3}	Ce ₂ (SeO ₃) ₃	24.43	3.7×10^{-25}
Cd(BO ₂) ₂	8.64	2.3×10^{-9}	Ce ₂ S ₃	10.22	6.0×10^{-11}
CdCO ₃	11.28	5.2×10^{-12}	(III)酒石酸盐	19.0	1×10^{-19}
Cd(CN) ₂	8.0	1.0×10^{-8}	铯		
Cd ₂ [Fe(CN) ₆]	16.49	3.2×10^{-17}	CsBrO ₃	1.7	5×10^{-2}
Cd(OH) ₂ 新鲜	13.6	2.5×10^{-14}	CsClO ₃	1.4	4×10^{-2}
CdC ₂ O ₄ ·3H ₂ O	7.04	9.1×10^{-8}	Cs ₂ [PtCl ₆]	7.5	3.2×10^{-8}
Cd ₃ (PO ₄) ₂	32.6	2.5×10^{-33}	Cs ₃ [Co(NO ₂) ₆]	15.24	5.7×10^{-16}
喹哪啶盐, CdL ₂	12.3	5.0×10^{-13}	Cs[BF ₄]	4.7	5×10^{-5}
CdS	26.1	8.0×10^{-27}	Cs ₂ [PtF ₆]	5.62	2.4×10^{-6}
CdWO ₄	5.7	2×10^{-6}	Cs ₂ [SiF ₆]	4.90	1.3×10^{-5}
钙			CsClO ₄	2.4	4×10^{-3}
Ca ₃ (AsO ₄) ₂	18.17	6.8×10^{-19}	CsClO ₄	2.36	4.3×10^{-3}
乙酸盐·3H ₂ O	2.4	4×10^{-3}	CsMnO ₄	4.08	8.2×10^{-5}
苯甲酸盐·3H ₂ O	2.4	4×10^{-3}	CsReO ₄	3.40	4.0×10^{-4}

续表

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
铬(II)			铜(II)		
$Cr(OH)_2$	15.7	2×10^{-16}	Cu_2O_4	7.64	2.3×10^{-8}
铬(III)			$Cu_3(PO_4)_2$	36.9	1.3×10^{-37}
$CrAsO_4$	20.11	7.7×10^{-21}	$Cu_2P_2O_7$	15.08	8.3×10^{-16}
CrF_3	10.18	6.6×10^{-11}	喹啉盐, CuL_2	16.8	1.6×10^{-17}
$Cr(NH_3)_6(BF_4)_3$	4.21	6.2×10^{-5}	8-羟基喹啉盐, CuL_2	29.7	2.0×10^{-30}
$Cr(OH)_3$	30.2	6.3×10^{-31}	红氨酸盐	15.12	7.67×10^{-16}
$Cr(NH_3)_6(ReO_4)_3$	11.11	7.7×10^{-12}	CuS	35.2	6.3×10^{-36}
$CrPO_4 \cdot 4H_2O$ 绿, 紫	22.62	2.4×10^{-23}	$CuSeO_3$	7.68	2.1×10^{-8}
	17.00	1.0×10^{-17}	镧		
钴			$Dy_2(CrO_4)_3 \cdot 10H_2O$	8	1×10^{-8}
邻氨基苯甲酸盐, CoL_2	9.68	2.1×10^{-10}	$Dy(OH)_3$	21.85	1.4×10^{-22}
$Co_3(AsO_4)_2$	28.12	7.6×10^{-29}	铒		
$CoCO_3$	12.84	1.4×10^{-13}	$Er(OH)_3$	23.39	4.1×10^{-24}
$Co_2[Fe(CN)_6]$	14.74	1.8×10^{-15}	铕		
$Co(NH_3)_6[BF_4]_2$	5.4	4×10^{-6}	$Eu(OH)_3$	23.05	8.9×10^{-24}
$Co(OH)_2$ 新制	14.8	1.6×10^{-15}	钆		
$Co(OH)_3$	43.8	1.6×10^{-44}	$Gd(HCO_3)_3$	1.7	2×10^{-2}
$Co(IO_3)_2$	4.0	1.0×10^{-4}	$Gd(OH)_3$	22.74	1.8×10^{-23}
喹啉盐, CoL_2	10.8	1.6×10^{-11}	镓		
$Co[Hg(SCN)_4]$	5.82	1.5×10^{-6}	$Ga_4[Fe(CN)_6]_3$	33.82	1.5×10^{-34}
α - CoS	20.4	4.0×10^{-21}	$Ga(OH)_3$	35.15	7.0×10^{-36}
β - CoS	24.7	2.0×10^{-25}	8-羟基喹啉盐, GaL_3	40.8	1.6×10^{-41}
8-羟基喹啉盐, CoL_2	24.8	1.6×10^{-25}	锆		
$CoHPO_4$	6.7	2×10^{-7}	GeO_2	57.0	1.0×10^{-57}
$CO_3(PO_4)_2$	34.7	2×10^{-35}	金(I)		
$CoSeO_3$	6.8	1.6×10^{-7}	$AuCl$	12.7	2.0×10^{-13}
铜(I)			AuI	22.8	1.6×10^{-23}
CuN_3	8.31	4.9×10^{-9}	金(III)		
$Cu[B(C_6H_5)_4]$			$AuCl_3$	24.5	3.2×10^{-25}
四苯基硼酸盐	8.0	1×10^{-8}	$Au(OH)_3$	45.26	5.5×10^{-46}
$CuBr$	8.28	5.3×10^{-9}	AuI_3	46	1×10^{-46}
$CuCl$	5.92	1.2×10^{-6}	$Au_2(C_2O_4)_3$	10	1×10^{-10}
$CuCN$	19.49	3.2×10^{-20}	铪		
CuI	11.96	1.1×10^{-12}	$Hf(OH)_3$	25.4	4.0×10^{-26}
$CuOH$	14.0	1×10^{-14}	铈		
Cu_2S	47.6	2.5×10^{-48}	$Ho(OH)_3$	22.3	5.0×10^{-23}
$CuSCN$	14.32	4.8×10^{-15}	铟		
铜(II)			$In_4[Fe(CN)_6]_3$	43.72	1.9×10^{-44}
邻氨基苯甲酸盐, CuL_2	13.22	6.0×10^{-14}	$In(OH)_3$	33.2	6.3×10^{-34}
$Cu_3(AsO_4)_2$	35.12	7.6×10^{-36}	8-羟基喹啉盐, InL_3	31.34	4.6×10^{-32}
$Cu(N_3)_2$	9.2	6.3×10^{-10}	In_2S_3	73.24	5.7×10^{-74}
$CuCO_3$	9.86	1.4×10^{-10}	$In_2(SeO_3)_3$	32.6	4.0×10^{-33}
$CuCrO_4$	5.44	3.6×10^{-6}	铁(II)		
$Cu_2[Fe(CN)_6]$	15.89	1.3×10^{-16}	$FeCO_3$	10.50	3.2×10^{-11}
$Cu(IO_3)_2$	7.13	7.4×10^{-8}	$Fe(OH)_2$	15.1	8.0×10^{-16}
$Cu(OH)_2$	19.66	2.2×10^{-20}			

续表

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
铁(II)			铅		
$FeC_2O_4 \cdot 2H_2O$	6.5	3.2×10^{-7}	$PbHPO_3$	6.24	5.8×10^{-7}
FeS	17.2	6.3×10^{-18}	喹啉酸盐, PbL_2	10.6	2.5×10^{-11}
铁(III)			$PbSeO_4$	6.84	1.4×10^{-7}
$FeAsO_4$	20.24	5.7×10^{-21}	$PbSeO_3$	11.5	3.2×10^{-12}
$Fe_4[Fe(CN)_6]_3$	40.52	3.3×10^{-41}	$PbSO_4$	7.79	1.6×10^{-8}
$Fe(OH)_3$	37.4	4×10^{-38}	PbS	27.9	8.0×10^{-28}
$FePO_4$	21.89	1.3×10^{-22}	$Pb(SCN)_2$	4.70	2.0×10^{-5}
喹啉酸盐, FeL_3	16.9	1.3×10^{-17}	PbS_2O_3	6.40	4.0×10^{-7}
$Fe_2(SeO_3)_3$	30.7	2.0×10^{-31}	$PbWO_4$	6.35	4.5×10^{-7}
镧			铅(IV)		
$La(BrO_3)_3 \cdot 9H_2O$	2.5	3.2×10^{-3}	$Pb(OH)_4$	65.5	3.2×10^{-66}
LaF_3	16.2	7×10^{-17}	铯		
$La(OH)_3$	18.7	2.0×10^{-19}	Li_2CO_3	1.60	2.5×10^{-2}
$La(IO_3)_3$	11.21	6.1×10^{-12}	LiF	2.42	3.8×10^{-3}
$La_2(MoO_4)_3$	20.4	4×10^{-21}	Li_3PO_4	8.5	3.2×10^{-9}
$La_2(C_2O_4)_3 \cdot 9H_2O$	26.60	2.5×10^{-27}	$LiUO_2AsO_4$	18.82	1.5×10^{-19}
$LaPO_4$	22.43	3.7×10^{-23}	镨		
La_2S_3	12.70	2.0×10^{-13}	$Lu(OH)_3$	23.72	1.9×10^{-24}
$La_2(WO_4)_3 \cdot 3H_2O$	3.90	1.3×10^{-4}	铕		
铅			$MgNH_4PO_4$	12.6	2.5×10^{-13}
乙酸盐	2.75	1.8×10^{-3}	$Mg_3(AsO_4)_2$	19.68	2.1×10^{-20}
邻氨基苯甲酸盐, PbL_2	9.81	1.6×10^{-10}	$MgCO_3$	7.46	3.5×10^{-8}
$Pb_3(AsO_4)_2$	35.39	4.0×10^{-36}	$MgCO_3 \cdot 3H_2O$	4.67	2.1×10^{-5}
$Pb(N_3)_2$	8.59	2.5×10^{-9}	MgF_2	8.19	6.5×10^{-9}
$Pb(BO_2)_2$	10.78	1.6×10^{-11}	$Mg(OH)_2$	10.74	1.8×10^{-11}
$PbBr_2$	4.41	4.0×10^{-5}	$Mg(IO_3)_2 \cdot 4H_2O$	2.5	3.2×10^{-3}
$Pb(BrO_3)_2$	1.70	2.0×10^{-2}	$Mg(NbO_3)_2$	16.64	2.3×10^{-17}
$PbCO_3$	13.13	7.4×10^{-14}	$Mg_3(PO_4)_2$	23~27	10^{-23} to 10^{-27}
$PbCl_2$	4.79	1.6×10^{-5}	8-羟基喹啉盐, MgL_2	15.4	4.0×10^{-16}
$PbClF$	8.62	2.4×10^{-9}	$MgSeO_3$	4.89	1.3×10^{-5}
$PbCrO_4$	12.55	2.8×10^{-13}	$MgSO_3$	2.5	3.2×10^{-3}
$Pb(ClO_2)_2$	8.4	4×10^{-9}	铈		
$Pb_2[Fe(CN)_6]$	14.46	3.5×10^{-15}	邻氨基苯甲酸盐, MnL_2	6.28	5.3×10^{-7}
PbF_2	7.57	2.7×10^{-8}	$Mn_3(AsO_4)_2$	28.72	1.9×10^{-29}
$PbFl$	8.07	8.5×10^{-9}	$MnCO_3$	10.74	1.8×10^{-11}
$Pb(OH)_2$	14.93	1.2×10^{-15}	$Mn_2[Fe(CN)_6]$	12.10	8.0×10^{-13}
$PbOHBr$	14.70	2.0×10^{-15}	$Mn(OH)_2$	12.72	1.9×10^{-13}
$PbOHCl$	13.7	2×10^{-14}	$MnC_2O_4 \cdot 2H_2O$	14.96	1.1×10^{-15}
$PbOHNO_3$	3.55	2.8×10^{-4}	8-羟基喹啉盐, MnL_2	21.7	2.0×10^{-22}
PbI_2	8.15	7.1×10^{-9}	$MgSeO_3$	6.9	1.3×10^{-7}
$Pb(IO_3)_2$	12.49	3.2×10^{-13}	MnS 无定型, 结晶型	9.6	2.5×10^{-10}
$PbMoO_4$	13.0	1.0×10^{-13}		12.6	2.5×10^{-13}
$Pb(NbO_3)_2$	16.62	2.4×10^{-17}	汞(I)		
PbC_2O_4	9.32	4.8×10^{-10}	$Hg_2(N_3)_2$	9.15	7.1×10^{-10}
$PbHPO_4$	9.90	1.3×10^{-10}	Hg_2Br_2	22.24	5.6×10^{-23}
$Pb_3(PO_4)_2$	42.10	8.0×10^{-43}	Hg_2CO_3	16.05	8.9×10^{-17}

续表

物 质	pK _{sp}	K _{sp}	物 质	pK _{sp}	K _{sp}
汞(I)			镍		
Hg ₂ (CN) ₂	39.3	5×10^{-40}	β -NiS	24.0	1.0×10^{-24}
Hg ₂ Cl ₂	17.88	1.3×10^{-18}	γ -NiS	25.7	2.0×10^{-26}
Hg ₂ CrO ₄	8.70	2.0×10^{-9}	钯		
(Hg ₂) ₃ [Fe(CN) ₆] ₂	20.07	8.5×10^{-21}	Pd(OH) ₂	31.0	1.0×10^{-31}
Hg ₂ (OH) ₂	23.7	2.0×10^{-24}	Pd(OH) ₄	70.2	6.3×10^{-71}
Hg ₂ (IO ₃) ₂	13.71	2.0×10^{-14}	喹哪啶盐, PdL ₂	12.9	1.3×10^{-13}
Hg ₂ I ₂	28.35	4.5×10^{-29}	铂		
Hg ₂ C ₂ O ₄	12.7	2.0×10^{-13}	PtBr ₄	40.5	3.2×10^{-41}
Hg ₂ HPO ₄	12.40	4.0×10^{-13}	Pt(OH) ₂	35	1×10^{-35}
喹哪啶盐, Hg ₂ L ₂	17.9	1.3×10^{-18}	铈		
Hg ₂ SeO ₃	14.2	8.4×10^{-15}	PuO ₂ CO ₃	12.77	1.7×10^{-13}
Hg ₂ SO ₄	6.13	7.4×10^{-7}	PuF ₃	15.6	2.5×10^{-16}
Hg ₂ SO ₃	27.0	1.0×10^{-27}	PuF ₄	19.2	6.3×10^{-20}
Hg ₂ S	47.0	1.0×10^{-47}	Pu(OH) ₃	19.7	2.0×10^{-20}
Hg ₂ (SCN) ₂	19.7	2.0×10^{-20}	Pu(OH) ₄	55	1×10^{-55}
Hg ₂ WO ₄	16.96	1.1×10^{-17}	PuO ₂ (OH)	9.3	5×10^{-10}
汞(II)			PuO ₂ (OH) ₂	24.7	2×10^{-25}
Hg(OH) ₂	25.52	3.0×10^{-26}	Pu(IO ₃) ₄	12.3	5×10^{-13}
Hg(IO ₃) ₂	12.5	3.2×10^{-13}	Pu(HPO ₄) ₂ · xH ₂ O	27.7	2×10^{-28}
1,10-菲咯啉盐	24.70	2.0×10^{-25}	钋		
喹哪啶盐, HgL ₂	16.8	1.6×10^{-17}	PoS	28.26	5.5×10^{-29}
HgSeO ₃	13.82	1.5×10^{-14}	钾		
HgS 红	52.4	4×10^{-53}	K ₂ [PdCl ₆]	5.22	6.0×10^{-6}
HgS 黑	51.8	1.6×10^{-52}	K ₂ [PtCl ₆]	4.96	1.1×10^{-5}
铈			K ₂ [PtBr ₆]	4.2	6.3×10^{-5}
Nd(OH) ₃	21.49	3.2×10^{-22}	K ₂ [PtF ₆]	4.54	2.9×10^{-5}
铈			K ₂ SiF ₆	6.06	8.7×10^{-7}
NpO ₂ (OH) ₂	21.6	2.5×10^{-22}	K ₂ ZrF ₆	3.3	5×10^{-4}
镍			KIO ₄	3.08	8.3×10^{-4}
[Ni(NH ₃) ₆][ReO ₄] ₂	3.29	5.1×10^{-4}	K ₂ Na[Co(NO ₂) ₆] · H ₂ O	10.66	2.2×10^{-11}
邻氨基苯甲酸盐, NiL ₂	9.09	8.1×10^{-10}	K[B(C ₆ H ₅) ₄]	7.65	2.25×10^{-8}
Ni ₃ (AsO ₄) ₂	25.51	3.1×10^{-26}	KUO ₂ AsO ₄	22.60	2.5×10^{-23}
NiCO ₃	8.18	6.6×10^{-9}	K ₄ [UO ₂ (CO ₃) ₃]	4.2	6.3×10^{-5}
Ni ₂ (CN) ₄ → Ni ²⁺ +	8.77	1.7×10^{-9}	镧		
Ni(CN) ₄ ²⁻			Pr(OH) ₃	21.17	6.8×10^{-22}
Ni ₂ [Fe(CN) ₆]	14.89	1.3×10^{-15}	钐		
[Ni(N ₂ H ₄) ₃]SO ₄	13.15	7.1×10^{-14}	Pm(OH) ₃	21	1×10^{-21}
Ni(OH) ₂ 新制	14.7	2.0×10^{-15}	镨		
Ni(IO ₃) ₂	7.85	1.4×10^{-8}	Ra(IO ₃) ₂	9.06	8.7×10^{-10}
NiC ₂ O ₄	9.4	4×10^{-10}	RaSO ₄	10.37	4.2×10^{-11}
Ni ₃ (PO ₄) ₂	30.3	5×10^{-31}	铈		
Ni ₂ P ₂ O ₇	12.77	1.7×10^{-13}	Rh(OH) ₃	23	1×10^{-23}
8-羟基喹啉盐, NiL ₂	26.1	8×10^{-27}	铷		
喹哪啶盐, NiL ₂	10.1	8×10^{-11}	Rb ₃ [Co(NO ₂) ₆]	14.83	1.5×10^{-15}
NiSeO ₃	5.0	1.0×10^{-5}	Rb ₂ [PtCl ₆]	7.2	6.3×10^{-8}
α -NiS	18.5	3.2×10^{-19}	Rb ₂ [PtF ₆]	6.12	7.7×10^{-7}

续表

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
铷			钠		
$Rb_2[SiF_6]$	6.3	5.0×10^{-7}	$Na[Sb(OH)_6]$	7.4	4.0×10^{-8}
$RbClO_4$	2.60	2.5×10^{-3}	Na_3AlF_6	9.36	4.0×10^{-10}
$RbIO_4$	3.26	5.5×10^{-4}	$NaK_2[Co(NO_2)_6]$	10.66	2.2×10^{-11}
铊			$Na(NH_4)_2[Co(NO_2)_6]$	11.4	4×10^{-12}
$Tl(OH)_3$	36	1×10^{-36}	$NaUO_2AsO_4$	21.87	1.3×10^{-22}
钐			铈		
$Sm(OH)_3$	22.08	8.3×10^{-23}	$Sr_3(AsO_4)_2$	18.09	8.1×10^{-19}
铈			$SrCO_3$	9.96	1.1×10^{-10}
ScF_3	17.37	4.2×10^{-18}	$SrCrO_4$	4.65	2.2×10^{-5}
$Sc(OH)_3$	30.1	8.0×10^{-31}	SrF_2	8.61	2.5×10^{-9}
银			$Sr(IO_3)_2$	6.48	3.3×10^{-7}
AgN_3	8.54	2.8×10^{-9}	$SrMoO_4$	6.7	2×10^{-7}
Ag_3AsO_4	22.0	1.0×10^{-22}	$Sr(NbO_3)_2$	17.38	4.2×10^{-18}
$AgBrO_3$	4.28	5.3×10^{-5}	$SrC_2O_4 \cdot H_2O$	6.80	1.6×10^{-7}
$AgBr$	12.30	5.0×10^{-13}	$Sr_3(PO_4)_2$	27.39	4.0×10^{-28}
Ag_2CO_3	11.09	8.1×10^{-12}	8-羟基喹啉盐, SrL_2	9.3	5×10^{-10}
$AgClO_2$	3.7	2.0×10^{-4}	$SrSeO_3$	5.74	1.8×10^{-6}
$AgCl$	9.75	1.8×10^{-10}	$SrSeO_4$	3.09	8.1×10^{-4}
Ag_2CrO_4	11.95	1.1×10^{-12}	$SrSO_3$	7.4	4×10^{-8}
$Ag_3[Co(NO_2)_6]$	20.07	8.5×10^{-21}	$SrSO_4$	6.49	3.2×10^{-7}
胍氮二银, Ag_2CN_2	10.14	7.2×10^{-11}	$SrWO_4$	9.77	1.7×10^{-10}
$AgOCN$	6.64	2.3×10^{-7}	铽		
$AgCN$	15.92	1.2×10^{-16}	$Tb(OH)_3$	21.70	2.0×10^{-22}
$Ag_2Cr_2O_7$	6.70	2.0×10^{-7}	碲		
二胍氮银, $AgN(CN)_2$	8.85	1.4×10^{-9}	$Te(OH)_4$	53.52	3.0×10^{-54}
$Ag_4[Fe(CN)_6]$	40.81	1.6×10^{-41}	铊(I)		
$AgOH$	7.71	2.0×10^{-8}	TlN_3	3.66	2.2×10^{-4}
$Ag_2N_2O_2$	18.89	1.3×10^{-19}	$TlBr$	5.47	3.4×10^{-6}
$AgIO_3$	7.52	3.0×10^{-8}	$TlBrO_3$	4.07	8.5×10^{-5}
AgI	16.08	8.3×10^{-17}	$Tl_2[PtCl_6]$	11.4	4.0×10^{-12}
Ag_2MoO_4	11.55	2.8×10^{-12}	$TlCl$	3.76	1.7×10^{-4}
$AgNO_2$	3.22	6.0×10^{-4}	Tl_2CrO_4	12.00	1.0×10^{-12}
$Ag_2C_2O_4$	10.46	3.4×10^{-11}	$Tl_4[Fe(CN)_6] \cdot 2H_2O$	9.3	5×10^{-10}
Ag_3PO_4	15.84	1.4×10^{-16}	$TlIO_3$	5.51	3.1×10^{-6}
喹哪啶盐, AgL	17.9	1.3×10^{-18}	TlI	7.19	6.5×10^{-8}
$AgReO_4$	4.10	8.0×10^{-5}	$Tl_2C_2O_4$	3.7	2×10^{-4}
Ag_2SeO_3	15.00	1.0×10^{-15}	Tl_2SeO_3	38.7	2×10^{-39}
Ag_2SeO_4	7.25	5.7×10^{-8}	Tl_2SeO_4	4.00	1.0×10^{-4}
$AgSeCN$	15.40	4.0×10^{-16}	Tl_2S	20.3	5.0×10^{-21}
Ag_2SO_4	4.84	1.4×10^{-5}	$TlSCN$	3.77	1.7×10^{-4}
Ag_2SO_3	13.82	1.5×10^{-14}	铊(II)		
Ag_2S	49.2	6.3×10^{-50}	$Tl(OH)_3$	45.20	6.3×10^{-46}
$AgSCN$	12.00	1.0×10^{-12}	8-羟基喹啉盐, TlL_3	32.4	4.0×10^{-33}
$AgVO_3$	6.3	5×10^{-7}	铊		
Ag_2WO_4	11.26	5.5×10^{-12}	$ThF_4 \cdot 4H_2O + 2H^+ \rightarrow$	7.23	5.9×10^{-6}
			$ThF_2^+ + 2HF + 4H_2O$		

续表

物 质	pK_{sp}	K_{sp}	物 质	pK_{sp}	K_{sp}
钍			钒		
Th(OH) ₄	44.4	4.0×10^{-45}	VO(OH) ₂	22.13	5.9×10^{-23}
Th(C ₂ O ₄) ₂	22	1×10^{-22}	(VO) ₃ PO ₄	24.1	8×10^{-25}
Th ₃ (PO ₄) ₄	78.6	2.5×10^{-79}	铈		
Th(HPO ₄) ₂	20	1×10^{-20}	Yt(OH) ₃	23.6	2.5×10^{-24}
Th(IO ₃) ₄	14.6	2.5×10^{-15}	铀		
铕			YF ₃	12.14	6.6×10^{-13}
Tm(OH) ₃	23.48	3.3×10^{-24}	Y(OH) ₃	22.1	8.0×10^{-23}
锡			Y ₂ (C ₂ O ₄) ₃	28.28	5.3×10^{-29}
Sn(OH) ₂	27.85	1.4×10^{-28}	铟		
Sn(OH) ₄	56	1×10^{-56}	邻氨基苯甲酸盐, ZnL ₂	9.23	5.9×10^{-10}
SnS	25.0	1.0×10^{-25}	Zn ₃ (AsO ₄) ₂	27.89	1.3×10^{-28}
钛			Zn(BO ₂) ₂ ·H ₂ O	10.18	6.6×10^{-11}
Ti(OH) ₃	40	1×10^{-40}	ZnCO ₃	10.84	1.4×10^{-11}
TiO(OH) ₂	29	1×10^{-29}	Zn ₂ [Fe(CN) ₆]	15.39	4.0×10^{-16}
铈			Zn(IO ₃) ₂	7.7	2.0×10^{-8}
UO ₂ HAsO ₄	10.50	3.2×10^{-11}	Zn(OH) ₂	16.92	1.2×10^{-17}
UO ₂ CO ₃	11.73	1.8×10^{-12}	ZnC ₂ O ₄	7.56	2.7×10^{-8}
(UO ₂) ₂ [Fe(CN) ₆]	13.15	7.1×10^{-14}	Zn ₃ (PO ₄) ₂	32.04	9.0×10^{-33}
UF ₄ ·2.5H ₂ O	21.24	5.7×10^{-22}	喹啉盐, ZnL ₂	13.8	1.6×10^{-14}
UO ₂ (OH) ₂	21.95	1.1×10^{-22}	8-羟基喹啉盐, ZnL ₂	24.3	5.0×10^{-25}
UO ₂ (IO ₃) ₂ ·H ₂ O	7.5	3.2×10^{-8}	ZnSeO ₃	6.59	2.6×10^{-7}
UO ₂ C ₂ O ₄ ·3H ₂ O	3.7	2×10^{-4}	α-ZnS	23.8	1.6×10^{-24}
(UO ₂) ₃ (PO ₄) ₂	46.7	2.0×10^{-47}	β-ZnS	21.6	2.5×10^{-22}
UO ₂ HPO ₄	10.67	2.1×10^{-11}	Zn[Hg(SCN) ₄]	6.66	2.2×10^{-7}
UO ₂ SO ₃	8.59	2.6×10^{-9}	锆		
UO ₂ (SCN) ₂	3.4	4×10^{-4}	ZrO(OH) ₂	48.2	6.3×10^{-49}
			Zr ₃ (PO ₄) ₄	132	1×10^{-132}

资料来源: J. A. Dean, ed., *Lange's Handbook of Chemistry*, 14th ed., McGraw-Hill, New York, 1992.

表 3.3 能被普通分析试剂沉淀的元素

表 3.3 包括了重量分析中最常用的试剂。列出的被沉淀元素并不一定穷尽。沉淀剂常用的溶剂在其名字或分子式后用括号标出。当元素或基团以斜体字标出时,表示用相应的沉淀剂可定量测定该元素。

试 剂	条 件	被沉淀的物质
氨, NH ₃ (水)	预先除去酸式亚硫酸盐、B 及 F	Al, Au, Be, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, In, Ir, La, Nb, Ni, Os, P, Pb, rare earths, Sc, Si, Sn, Ta, Th, Ti, U, V, Y, Zn, Zr
多硫化铵, (NH ₄) ₂ S _x (水)	预先除去酸式亚硫酸盐、(NH ₄) ₂ S, B 及 F	Co, Mn, Ni, Si, Ti, V, W, Zn
邻氨基苯甲酸, NH ₂ C ₆ H ₄ COOH(水)	1%水溶液 (pH6); Cu 于 pH2.9 从其他元素中分离出来	Ag, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Zn
α-苯偶姻肟, C ₆ H ₅ CHOHC(=NOH)C ₆ H ₅	(a) 强酸介质	(a) Cr(VI), Mo(VI), Nb, Pd(II), Ta(V), V(V), W(VI)
(1%~2%乙醇溶液)	(b) 氨性酒石酸盐介质	(b) 同(a)

续表

试 剂	条 件	被沉淀的物质
联苯胺, $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ (乙醇), 0.1mol/L HCl N-苯甲酰苯基羟胺(水)	类似铜铁灵(q.v.) Cu, Fe(III)及Al化合物可直接 称重; Ti化合物必须灼烧成氧化 物后称重	Cd, Fe(III), IO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , W(VI) 见铜铁灵
辛可宁, $\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{O}_2$, 6mol/L HCl 铜铁灵		Ir, Mo, Pt, W
$\text{C}_6\text{H}_5\text{N}(\text{NO})\text{ONH}_4$ (水)	在强酸介质中能同时沉淀多种 高价金属离子. 沉淀灼烧成金 属氧化物	Al, Bi, Cu, Fe, Ga, La, Mo, Nb, Pd, rare earths, Sb, Sn, Ta, Th, Ti, Tl, U, V, W, Zr
1,2-环乙二肟	比二甲基乙二肟水溶性好, 但更 不易与金属螯合物发生共沉淀	见丁二酮肟
磷酸氢二铵 (NH_4) ₂ HPO ₄ (水)	(a)酸性介质 (b)含有草酸盐或酒石酸盐的氨 性介质	(a)Bi, Co, Hf, In, Ti, Zn, Zr (b)Au, Ba, Be, Ca, Hg, In, La, Mg, Mn, Pb, rare earths, Sr, Th, U, Zr
二甲基乙二肟 [$\text{CH}_3\text{C}(\text{NOH})_2$] (乙醇)	(a)稀 HCl 或 H_2SO_4 介质 (b)pH 8 左右的氨性酒石酸介 质. 本身为称量形	(a) Au, Pd, Se (b) Ni (Co 和 Fe 量大时亦可沉淀)
胍, N_2H_4 (水)		Ag, Au, Cu, Hg, Ir, Os, Pd, Pt, Rh, Ru, Se, Te
硫化氢, H_2S	(a) 0.2~0.5mol/L H^+ (b) 预先除去酸性硫化物的氨 性溶液	(a)Ag, As, Au, Bi, Cd, Cu, Ge, Hg, In, Ir, Mo, Os, Pb, Pd, Pt, Re, Rh, Ru, Sb, Se, Sn, Te, Ti, V, W, Zn (b)Co, Fe, Ga, In, Mn, Ni, Ti, U, V, Zn, Ce, Fe, Sn, Th, Ti, Zr
4-羟基苯基砷酸, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{AsO}(\text{OH})_2$ (水)	稀酸溶液	
8-羟基喹啉(噶星), $\text{C}_9\text{H}_6\text{NOH}$ (乙醇)	(a) HOAc-OAc ⁻ 缓冲 (b)氨性溶液	(a)Ag, Al, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Hg, In, La, Mn, Mo, Nb, Ni, Pb, Pd, rare earths, Sb, Ta, Th, Ti, U, V, W, Zn, Zr (b):(a)中除 Ag 以外的所有元素及 Ba, Be, Ca, Mg, Sn, Sr
2-巯基苯并噻唑 $\text{C}_6\text{H}_4(\text{SCN})\text{SH}$ (乙酸溶液)	除 Cu 要求稀酸溶液外, 其余均 为氨性溶液	Ag, Au, Bi, Cd, Cu, Hg, Ir, Pb, Pt, Rh, Tl
硝酸灵 $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{N}_4$ (5% 乙酸)	稀 H_2SO_4 介质	B, ClO_3^- , ClO_4^- , NO_3^- , ReO_4^- , W
1-亚硝基-2-萘酚, $\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})\text{OH}$ (非常稀的碱)	选择性沉淀 Co; 酸溶液 沉淀灼烧至 Co_3O_4	Ag, Au, B, Co, Cr, Cu, Fe, Mo, Pd, Ti, V, W, Zr
草酸, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (水)	稀酸溶液	Ag, Au, Cu, Hg, La, Ni, Pb, rare earths, Sc, Th, U(IV), W, Zr
苯胂酸, $\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}(\text{OH})_2$ (水)	在酸性溶液中选择性沉淀四价 金属离子 称量形为二氧化物	Bi, Ce(IV), Fe, Hf, Mg, Sn, Ta, Th, Ti, U (IV), W, Zr
苯基海硫因酸, $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}=\text{C}(\text{NH}_2)\text{SCH}_2\text{COOH}$ (水或乙醇)		Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Sb

续表

试 剂	条 件	被沉淀的物质
苦酮酸, $C_{10}H_7O_5N_4H$ (水)	中性溶液	Ca, Mg, Pb, Th
丙肿酸, $C_3H_5AsO(OH)_2$ (水)	最适合于 W: 见苯肿酸	
吡啶加硫氰酸	稀酸溶液	Ag, Cd, Cu, Mn, Ni
喹啉酸, C_9H_6NCOOH (水)	稀酸溶液	Ag, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mo, Ni, Pb, Pd, Pt (II), U, W, Zn
水杨醛肟, $C_7H_5(OH)NOH$ (乙醇)	稀酸溶液	Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mg, Mn, Ni, Pb, Pd, V, Zn
硝酸银, $AgNO_3$ (水)	(a) 稀 HNO_3 溶液 (b) 醋酸缓冲, pH5~7	(a) Br^- , Cl^- , I^- , SCN^- (b) As(V), CN^- , OCN^- , IO_3^- , Mo(VI), N_3^- , S^{2-} , V(V)
四苯基硼酸钠, $NaB(C_6H_5)_4$ (水)	稀 HNO_3 , pH 2 的 HOAc 溶液或 pH 6.5 的 EDTA 溶液, 可选择 性地同时沉淀碱金属 K 等元素.	Cs, K, NH_4^+ , Rb
单宁酸(鞣酸), (水) $C_{14}H_{10}O_6$	作为带负电荷的絮状胶体, 可沉 淀带正电荷的含水氧化物溶胶 特别要注意酸性溶液中的 W, 以 及 Ta(来自含 Nb 的酸性草酸介 质)	Al, Be, Cr, Ga, Ge, Nb, Sb, Sn, Ta, Th, Ti, U, V, W, Zr
酒石酸, $HOOC(CHOH)_2COOH$ (水)		Ca, K, Mg, Sc, Sr, Ta
氯化四苯基砷, (水) $(C_6H_5)_4AsCl$	Tl 和 Re 的称量形分别为 $(C_6H_5)_4AsTlCl_4$ 和 $(C_6H_5)_4AsReO_4$	Re, Tl
N-巯基乙酰基- β -萘胺 $C_{10}H_7NHCOCH_2SH$ (乙醇)	(a) 酸溶液 (b) 含酒石酸盐的碳酸盐介质 (c) 含酒石酸盐及氧化物的碳酸 盐介质 (d) 含酒石酸盐及氧化物的强 碱介质	(a) Ag, As, Au, Bi, Cu, Hg, Os, Pb, Pd, Rh, Ru, Sb, Sn, Tl (b) Au, Cd, Cu, Hg(II), Tl(I) (c) Au, Bi, Pb, Sb, Sn, Tl (d) Tl

表 3.4 元素的重量分离方法和重量测定法概要

表 3.4 按元素字母顺序排列. 公认的“标准”方法一般均收录于内. 但方法中涉及到的更详细的操作步骤请参考教科书或综述(尤其是 Analytical Chemistry 一年两次的综述)引用的文献. 均匀沉淀法请参考 L. Gordon, M. L. Salutsky and H. H. Willard, *Precipitation from Homogeneous Solution*, Wiley, New, York, 1959.

元 素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
Ag	(1) 70℃, 1% 的 HNO_3 溶液, 加入 HCl 并于暗处静置数小时. 滤坩过滤, 0.06% 的 HNO_3 洗涤. 加入 NH_3 及 β -羟基乙酸乙酯可形成均匀沉淀 (2) 0.1N HNO_3 溶液, 加热至 80℃, 以每 10mg 金属 10 mL 的量加入 1% 巯基萘剂乙醇溶液, 趁热用滤纸过滤, 热水洗涤. 灼烧至金属 Ag, 或溶解于 HNO_3 中再按(1)程序操作	绝大部分金属 Pb 及 Tl	Cu(I), Hg(I), Tl(I) 见巯基萘剂	AgCl Ag 或 AgCl

续表

元素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
Al	(1) 沸腾, 含有琥珀酸的微酸性溶液 (pH 3.1~3.5), 加入尿素至 pH 5~6. 立即用滤纸过滤, 沉淀用 1% 的琥珀酸洗涤并灼烧至 Al_2O_3. 如果有 Cu 存在, 用 H_2NOH 还原. 如果有 Fe 存在, 用 $(\text{NH}_4)_2\text{HSO}_3$ 还原并加入苯肼 (2) 沸腾含有 NH_4OAc 的 0.05% HCl 溶液, 加入 10 倍过量的 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. 加入纸浆并用滤纸过滤; 沉淀用 5% NH_4OAc 热溶液洗涤 (3) 50~60℃ 中性溶液, 加入 5% 8-羟基喹啉溶液 (用 4mol/L HOAc 配制), 然后加入 NH_4OAc 并煮沸 1 min. 滤纸过滤; 冷水洗涤 (4) pH 3.5~4.0, NH_4OAc 存在的情况下, 加入苯甲酸铵并加热至 80℃. 沉淀用 HCl 溶解, 滴加 NH_3 至溴酚蓝变色. 灼烧成 Al_2O_3	碱金属及碱土金属, Cd, Co, Cu (I), Fe (II), Mg, Mn, Ni Ca, Fe (II), Mn As, B, Be, F^-, Mo, Nb, PO_4^{3-}, Ta, V (V), U; 以及 Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Sn, Zn (有 NH_3, CN^- 及 EDTA 存在) Ca, Co, Mg, Mn, Ni, Zn	Bi, Cr (III), Cu, Fe (III), Hg (II), Pb, Th, Ti, Zn, Zr Bi, Cd, Co, Cu, Fe (III), Hg, Ni, Th, Ti, Zn, Zr Fe (III)	Al_2O_3 AlPO_4 $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$ Al_2O_3
As	(1) 15~20℃, 含有 As (III) 的 9mol/L HCl 溶液, 加入 H_2S 或硫代乙酸胺并加热至沸腾. 滤纸过滤, 依次用冷的为 H_2S 饱和的 8mol/L HCl, 乙醇, CS_2 及乙醇洗涤 (2) AsCl_3 蒸馏法 (q. v.) (3) 冰浴冷却的 As (V) 溶液, 加入 NH_4Cl, MgCl_2 及 NH_3 至弱碱性. 然后加入浓氨水. (a) 滤纸过滤, 用 1% 的冷氨水洗涤, 灼烧. (b) 依次用乙醇和乙醚洗涤, 真空干燥器中干燥	碱金属及碱土金属, Mg Sb, Sn 及所有其他金属	Bi, Cd, Cu, Ge, Hg (II), Mo, Pb, Re, Sb, Se, Sn, Te 及 Pt 族金属 Ge 磷酸盐, 所有重金属及有机物	通常采用容量法 容量法 (a) $\text{Mg}_2\text{As}_2\text{O}_7$ (b) $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Au	热的 2mol/L HCl 溶液, 加入 5% 对苯二酚溶液, 保温 2h. 滤纸过滤并用热水洗涤. 灼烧至金属	Pt 族金属, Cu, Ni, Sn, Zn	HNO_3 , 碱土金属, Pb, Se, Te	金属 Au
Ba	(1) 缓慢地将 H_2SO_4 加至沸腾的溶液中, 并加入乙醇或丙酮以降低 BaSO_4 的溶解度. 精细滤纸或滤纸过滤, 冷水 (或乙醇) 洗涤. 将二甲基硫酸盐加至沸腾的溶液中生成均匀沉淀 (2) 极稀的 HOAc 之沸腾溶液, 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$. 冷却. 滤纸过滤; 0.5% NH_4OAc 溶液洗涤. BaCrO_4 用 HCl 溶解后再沉淀. 乙醇可降低溶解度. 均匀沉淀法: 将 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 及尿素加至沸腾的溶液中	大部分金属 Ca, Sr	Ca, Pb, Sr	BaSO_4 BaCrO_4 或容量法
Be	含有 NH_4Cl 及 EDTA 的沸腾溶液, 加入适量的氨水 (注意不要过量). 沉淀 $\text{Be}(\text{OH})_2$ 用滤纸过滤; 2% 热 NH_4NO_3 洗涤. 灼烧成 BeO . 于含 P_2O_5 的干燥器中冷却后立即称重	Al, Ba, Bi, Ca, Cd, Cr (III), Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb, Sr, Zn	Al, Cr (III), Fe, Ti	BeO
Bi	(1) 中性、沸腾 (硝酸盐或高氯酸盐) 溶液, 加入少量稀盐酸. 沉淀 BiOCl 用滤纸过滤, 然后依次用热水和乙醇洗涤	大部分金属	Ag, As, Sb, Sn	BiOCl

续表

元素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
Bi	(2)冷却的 1mol/L Na_2CO_3 溶液(含酒石酸盐及氰化物),加入 4 倍过量的 1% 硫茚剂乙醇溶液。加热至沸腾并搅拌至沉淀结晶。待溶液冷却后,用倾析法以水洗涤沉淀,并将沉淀转移至烧结的玻璃滤坩,用 10% 的乙醇洗涤, 105℃ 干燥 (3)沸腾的稀 HNO_3 溶液,加入 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 。滤坩过滤;微酸性的 2% NH_4NO_3 热溶液洗涤	Ag, Al, As, Cd, Cr (III), Co, Cu, Fe, Hg, Ni, Pd, Pt, Ti, V, Zn	Au, Pb, Sb (III), Sn (IV), Tl (III)	$\text{Bi}(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NOS})_3$
Br^-	沸腾的稀 HNO_3 溶液,加入 AgNO_3 。滤坩过滤;用含有几滴 HNO_3 的水洗涤。避光	Ag, Al, Cd, Cu, Hg, Zn	As (V), Sb, Sn, Ti, Zr Cl^- , CN^- , SCN^- , I^- , S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	BiPO_4 AgBr
Ca	沸腾、微酸性溶液,加入 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 并用 NH_3 (或尿素)缓慢中和以形成 CaC_2O_4 。也可以往沸腾溶液中加入二甲基草酸盐	碱金属, Mg	所有其他金属	CaCO_3
Cd	(1)冷却的 3mol/L H_2SO_4 溶液,加入硫代乙酰胺(或 H_2S)。滤纸过滤。通常再沉淀是必要的。微酸性 H_2SO_4 溶液洗涤 (2)弱酸性溶液,加入 3% 喹啉啉钠溶液。加入 2mol/L NaOH 至 pH4~5。细孔滤坩倾析法过滤,冷水洗涤, 125℃ 干燥	Al, 碱金属和碱土金属, Co, Fe, Mn, Ni, Zn 碱金属和碱土金属	As, Au, Bi, Cu, Ge, Hg, Mo, Pt 族金属, Pb, Re, Sb, Se, Sn, Te 其他所有的金属	灼烧至 CdSO_4 $\text{Cd}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{NO}_2)_2$
Ce	(1)加入 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 。滤纸过滤, 1% $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 洗涤 (2)含有 Ce (III) 及碘酸盐的沸腾溶液,加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 或 KBrO_3 。碘酸钾(IV)过滤后灼烧成 CeO_2	Ti, Zr 稀土元素	稀土元素, Th Th, Ti, Zr	灼烧至 CeO_2 CeO_2
Cl^-	沸腾、微酸性 HNO_3 溶液,加入 AgNO_3 。滤坩过滤; 0.5% 的 HNO_3 洗涤		Br^- , I^- , CN^- , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$, $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, S^{2-} , SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	AgCl
Co	(1)沸腾、微酸性溶液,加入 7% 的 1-亚硝基-2-萘酚 HOAc 溶液。滤坩过滤;依次用热的 33% HOAc 溶液及热水洗涤。均匀沉淀法;往沸腾的微酸性溶液中加入 KNO_2 和 2-萘酚 (2)50mL 溶液 ($\text{Co} \leq 175\text{mg}$),加入 5mL HOAc 并加热至沸腾,加入 30mL 50% NaNO_2 (95℃),静置 1h,多孔滤坩过滤。依次用 100mL 2% NaNO_2 , 5 份 10 mL 80% 乙醇及 1 份丙酮洗涤。 110℃ 干燥	Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Hg, Mg, Mn, Ni, Pb, 磷酸盐, 稀土元素, Sb, Sr, Zn	Ag, Bi, Cr (III), Cu, Fe, Sn (IV), Ti, U (VI), V (V), W (VI), Zr	灼烧至 CoSO_4 或 Co_3O_4 $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$
Cr	(1)均匀沉淀法:Cr (III) 的醋酸缓冲溶液,加入 Pb (II) 和 KBrO_3 ,加热沸腾至沉淀完全 (2)以 CrO_2Cl_2 的形式挥发	Ba, Bi, Hg (I, II) 大部分金属	NH_4 Fe, Os, Ru, Sb, Sn	PbCrO_4 容量法
Cu	(1)以 Cu 的形式电沉积(见 14.6 节) (2)微酸性 HCl 或 H_2SO_4 溶液,加入 NH_4HSO_3 和稍过量的 NH_4SCN 。滤坩过滤;CuSCN 依次用冷却并含有少量 NH_4HSO_3 的 1% NH_4SCN 溶液以及 20% 的乙醇洗涤 (3)pH2.6~3.1 的溶液,加入水杨醛肟。滤坩过滤;冷水洗涤	Cd, Pb, Zn 大部分金属;如果 Bi, Sb, Sn 存在,需加入酒石酸盐 大部分金属	Ag, As, Bi, Hg, Sb, Sn Ag, Hg (I), Pb, 贵金属, Se, Te	Cu CuSCN, CuO 或容量法 $\text{Cu}(\text{C}_7\text{H}_6\text{NO}_2)_2$ 或容量法

续表

元素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
Cu	(4)加入氨水至生成深蓝色的四氨合铜离子,加热使沸腾。加入酒石酸盐及2%的 α -苯偶姻胍乙醇溶液。细孔滤坩过滤;依次用1%热氨水及热乙醇洗涤 (5)沸腾的 H_2SO_4 溶液(pH2.5),加入过量25%的喹啉啶酸。滤坩过滤;热水洗涤 (6)80℃ 0.1mol/L的 HNO_3 溶液,加入1%的巯基乙醇溶液。趁热滤坩过滤;热水洗涤	Al, Cd, Co, Fe, Ni, Pb, Zn 碱金属及碱土金属 Al, Cd, Cr(III), Co, Fe(II), Mn, Ni, Pb, Tl, Zn	 Fe, Zn 其他所有金属	$Cu(C_{13}H_{11}NO_2)_2$ 或容量法 $Cu(C_{10}H_6NO_2)_2 \cdot H_2O$ $Cu(C_{12}H_{10}NOS)_2 \cdot H_2O$
F^-	中性溶液,依次加入1mL HCl, 0.3g NaCl, Pb(NO_3) ₂ 及5g NaOAc。滤坩过滤;依次用饱和PbClF溶液及少量水洗涤			PbClF
Fe	(1)碱性甲酸盐或苯甲酸盐方法:含有甲酸或苯甲酸的沸腾溶液,加入尿素至pH5。加入 H_2O_2 至几乎所有生成的Fe(II)均被再度氧化。滤纸过滤。灼烧沉淀 (2)0℃强酸性溶液,加入5%铜铁灵水溶液。加入纸浆并过滤;依次用含有0.15%的铜铁灵溶液(用3.5% HCl配制)、9% NH_3 溶液及水洗涤。灼烧沉淀	Ba, Ca, Co, Cu, Mg, Mn, Ni, Sr, Zn Al, Co, Cr, Mn, Ni, Zn及磷酸盐	Al, As, Au, Bi, Ge, Hg, Mo, Pb 铂族金属, Re, Sb, Se, Sn, Te Sn, Ti, Zr	Fe_2O_3 Fe_2O_3
Ga	(1)用乙醚从HCl溶液中萃取 (2)沸腾、微酸性 H_2SO_4 溶液,加入 NH_3 (或尿素)。加入纸浆并过滤。2%的 NH_4NO_3 洗涤	大部分金属	Au(III), Fe(III)	Ga_2O_3
Ge	蒸馏及乙醚萃取后,以40mL水反萃,加入20mL 25%的 NH_4NO_3 , 20mL 2%的 $(NH_4)_2MoO_4$ 及3mL HNO_3 。澄清液中加入10mL 0.25%的辛可宁。静置几小时。瓷多孔滤坩过滤,2.5% NH_4NO_3 及0.1mol/L HNO_3 洗涤。150℃干燥			$(C_{19}H_{22}ON_2)_4N_4-GeMo_{12}O_{40}$; Ge:0.0239
Hg	(1)含有酒石酸盐的氨性溶液中加入联氨,或很强的HCl溶液中加入 $SnCl_2$ 将金属Hg还原出来。滤坩过滤;依次用丙酮和乙醚洗涤(使Hg凝结成滴) (2)80℃ 0.1mol/L的 HNO_3 溶液,加入3倍过量的1%巯基乙醇溶液。趁热滤坩过滤;热水洗涤	大部分常见金属 Al, Cd, Cr(III), Co, Fe(II), Mn, Ni, Pb, Tl, Zn	Ag, Au, Cu, Pt $Cl^- (< 0.1mol/L)$ 其他金属	Hg $Hg(C_{12}H_{10}NOS)_2$
I^-	氨性溶液中加入 $AgNO_3$, HNO_3 酸化。滤坩过滤;依次用1%的 HNO_3 和水洗涤		Cl^- , Br^-	AgI
In	加入 NH_4NO_3 , 并加氨水调节至pH 5~6。加入纸浆;微氨性的 NH_4NO_3 洗涤		Al, Fe, Ti, Zr	In_2O_3
Ir	含有 $KBrO_3$ 的稀酸溶液,加入 $NaHCO_3$ 至pH6。氧化物用滤纸过滤;1%的 $(NH_4)_2SO_4$ 洗涤	Pt(IV)		IrO_2
K	(1)氯化物溶液加热蒸发至只剩下足够润湿沉淀的 $HClO_4$ 。 $KClO_4$ 以外的可溶性高氯酸盐以乙酸乙酯萃取除去。滤纸过滤;乙酸乙酯洗涤。沉淀用热水溶解后再沉淀。滤坩过滤 (2)氯化物溶液加入 H_2PtCl_6 并加热蒸发至糖浆状。冷却,加入25mL 80%乙醇。滤坩过滤;80%的乙醇洗涤至滤液无色	Al, Ca, Na, Li Al, 碱土金属, Fe, Li, Na, 硼酸盐, 磷酸盐, 硫酸盐	Cs, Rb, NH_4^+ , $Tl(I)$, SO_4^{2-} NH_4^+ , Rb, Cs, 大部分重金属	$KClO_4$ K_2PtCl_6

续表

元素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
K	(3) 加入小体积的 HIO_4 , 然后于 0°C 加入更多体积的乙醇-乙酸乙酯(1:1)混合液. 滤竭过滤; 乙醇-乙酸乙酯于 0°C 洗涤 (4) 以 HNO_3 或 HOAc 酸化溶液至 pH 2, 加入 3% 四苯基硼酸钠水溶液. 温度始终维持在 20°C . 滤竭过滤; 冷水洗涤. 100°C 干燥	Al, Ca(不含 SO_4^{2-}), Co, Li, Mg, Ni, Na, Zn 大部分金属	Cr, Cs, Fe, Mn, NH_4^+ , Rb NH_4^+ , Rb, Cs, Ag, Hg(II), Ti(I)	KIO_4 或容量法 $\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$
La(及稀土元素)	微酸性溶液加 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 使之沉淀. 滤纸过滤; 1% 的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 洗涤. 均匀沉淀法则加入二甲基草酸盐并加热至沸腾	Al, Be, Fe, Nb, Ta, Ti, Zr	Th	La_2O_3 , R_2O_3
Li	用 1-辛醇萃取干渣中的 LiCl	Na		Li_2SO_4
Mg	(1) 微酸性溶液, 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 使呈碱性. 过滤并用冷却的 10% NH_4NO_3 洗涤 (2) 沸腾的 NH_4OAc 溶液, 加入 2% 8-羟基喹啉溶液(用 2mol/L HOAc 配制). 使呈碱性. 滤竭过滤; 热水洗涤	Na, NH_4^+ , K 碱金属	其他所有金属 其他所有金属	将 MgNH_4PO_4 灼烧成 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 容量法
Mn	(1) 沸腾的浓 HNO_3 溶液, 加入 Na BrO_3 或 NaClO_3 . 滤竭过滤; MnO_2 灼烧成 Mn_3O_4 (2) 微酸性溶液, 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 使呈碱性. 过滤并用冷却的 10% NH_4NO_3 溶液洗涤	大部分金属 碱金属	Cl^- , 大量的 SO_4^{2-} , 有机物 所有重金属	Mn_3O_4 或容量法 $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$
Mo	(1) 沸腾的乙酸缓冲溶液(pH4), 加入 $\text{Pb}(\text{OAc})_2$. 滤纸过滤; 2% 的热 NH_4OAc 溶液洗涤 (2) $5\sim 10^\circ\text{C}$ 、5% 的硫酸溶液, 加入 2~5 倍计算量的 α -苯偶姻(2% 的乙醇溶液). 加入溴水. 滤纸用酸化并冷却的 0.1% α -苯偶姻溶液洗涤. 灼烧成 MoO_3	Co, Cu, Hg, Mg, Mn, Ni, Zn $\text{Cr}(\text{III})$, Fe, V(IV)	As, Cr(IV), FePO_4^{3-} , Sb, Si, Sn, SO_4^{2-} , Ti, V, W(IV) $\text{Cr}(\text{IV})$, Pd, Ta, V(V), W	PbMoO_4 MoO_3
N(为 NO_3^- 形式)	微酸性(H_2SO_4 或 HOAc)热溶液, 加入硝基乙酸, 然后冷却至 0°C . 滤竭用冷却的硝基乙酸溶液洗涤. 110°C 干燥	氯化物, 硫酸盐	Br^- , I^- , SCN^- , ClO_4^- , Cr(VI), NO_2^- , W(VI)	硝酸灵之硝酸盐 $\text{C}_{20}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{HNO}_3$
Na	5mL 样品, 加入 15mL 预先用钠盐饱和的 30% 乙酸双氧铀(2+)镁(或铈). 沉淀及洗涤液温度恒定在 $20 \pm 1^\circ\text{C}$. 滤竭依次用试剂溶液, 沉淀饱和的 95% 乙醇及乙醚洗涤	NH_4^+ , K, Rb, Cs, Ca, Sr, Ba, Mg, Al, Cr(III), Fe(III)	Li, 磷酸盐	$\text{NaMg}(\text{UO}_2)_3(\text{OAc})_9 \cdot 6.5\text{H}_2\text{O}$
Nb	(1) 在硅酸盐分析及钢铁成分分析中, 加入苯腙酸浓缩 Nb 和 Ta, 于二氧化硅坩埚中灼烧 (2) 稀无机酸溶液, 加入铜铁灵及 HBO_3 形成氟的络合物			Nb_2O_3 Nb_2O_3
Ni	含酒石酸盐的微酸性溶液, 于 $60\sim 80^\circ\text{C}$ 下加入 1% 的丁二酮肟乙醇溶液, 使呈碱性(pH8). 滤竭过滤并以冷水洗涤. 均匀沉淀法: pH7.1 的热溶液, 加入丁二酮和羟胺	Bi (pH > 11), Fe(II), Co, Cu(I), 大部分金属,	Fe(III) 和 Co 同时存在, Pd, Pt	丁二酮肟镍
Os	(1) 以 OsO_4 形式蒸馏 (2) 沸腾的酸性溶液, 加入 NaHCO_3 至 pH4. 沉淀(水合氧化物)过滤后依次用 1% 的 NH_4Cl 及乙醇洗涤. 沉淀于 H_2 的氛围中灼烧	所有金属	Ru	金属 Os
$\text{P}(\text{RQ}^{3-})$	(1) 中性或微酸性溶液, 加入 MgCl_2 及 NH_4Cl , 使溶液呈碱性. 滤纸以冷却的 1.5% 氨水洗涤 (2) NH_4NO_3 含量为 5%~15% 的热 HNO_3 溶液(80°C), 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$. 滤竭用冷却的 HNO_3 (1:50) 洗涤	Na, K Al, Fe, 大部分金属	所有重金属, SiO_2 , Cl^- , SO_4^{2-} , As(V)	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ $(\text{NH}_4)_3 \cdot [\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$

续表

元 素	分离、沉淀及过滤条件	必要分离	主要干扰	称量形
Pb	(1) 溶液蒸发至生成浓厚的 H_2SO_4 烟雾; 稀释使 H_2SO_4 浓度为 8%. 滤坩用预先以 PbSO_4 饱和的 6% H_2SO_4 洗涤 (2) 沸腾、微酸性 HNO_3 溶液, 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$. 加 NH_3 中和后再以 HNO_3 酸化. 2% 的 NH_4NO_3 洗涤滤坩 (3) 均匀沉淀法: 乙酸缓冲液, 加入 $\text{Cr}(\text{III})$ 及 KBrO_3 并加热至沸腾 (4) 沸腾的体系中加入二甲基硫酸盐或氨基磺酸 (5) 与 Bi 的硫茺剂方法类似, 但采用 50% 的丙酮洗涤	许多金属; As, Sn 及 Sb(HF 存在下) $\text{Co}, \text{Mn}, \text{Ni}, \text{Zn}$ $\text{Ba}, \text{Bi}, \text{Hg}(\text{I}, \text{II})$ 许多金属, As, Sb, 及 Sn(若 HF 存在) $\text{Ag}, \text{Al}, \text{As}, \text{Cd}, \text{Cr}(\text{III}), \text{Co}, \text{Cu}, \text{Fe}(\text{II}), \text{Ni}, \text{Ti}(\text{IV}), \text{Zn}$	$\text{Ba}, \text{Ca}, \text{Sr}$ 碱土金属, Cd, Cu Ag, NH_4^+ $\text{Ba}, \text{Ca}, \text{Sr}$ < 4% Cl^- 或 1% 硫酸盐, Au, Pb, Sb(III), Sn(IV), Ti	PbSO_4 PbMoO_4 PbCrO_4 PbSO_4 $\text{Pb}(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NOS})_2$
Pd	极热的微酸性 HCl 溶液, 加入丁二酮肟(1% 的乙醇溶液), 静置 1h. 热水洗涤. 均匀沉淀法则加入糠醛及羟胺并煮沸使糠醛胥钨沉淀	Ir, Ni, Os, Rh, Ru 及大部分金属	Au, Pt	丁二酮肟钨或糠醛胥钨
Pt	溶液蒸发至糖浆状, 然后稀释到 100mL. 加入 NaOAc 及甲酸(或 2% 的 HPH_2O_2). pH 应为 6. 保持沸腾数小时. 滤纸过滤; 灼烧沉淀		其他铂族金属及 Au	金属 Pt
Rb	同钾		氯化物	容量法
Re	(1) 以 Re_2O_7 的形式挥发 (2) NaCl 浓度为 0.5mol/L 的热酸溶液, 加入 1% 的 $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{AsCl}$ 溶液. 冰水洗涤滤坩 (3) 50mL 样品, 加入 1mL 2mol/L H_2SO_4 . 加热至 80℃ 并加入硝酸灵乙酸盐溶液. 冰浴中冷却并搅拌 2h. 滤坩过滤并以 0.3% 的硝酸灵乙酸盐溶液洗涤. 110℃ 干燥 2~3h	乳酸盐, 草酸盐, 琥珀酸盐	$\text{ClO}_4^-, \text{I}^-, \text{NO}_3^-$ $\text{NO}_2^-, \text{NO}_3^-, \text{Br}^-, \text{Cl}^-, \text{ClO}_3^-, \text{ClO}_4^-, \text{I}^-$ $\text{Cr}(\text{VI}), \text{SCN}^-, \text{W}(\text{VI})$	高铼酸四苯基砷 高铼酸硝酸灵 $\text{C}_{20}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{HReO}_4$
Rh	加入过量的 2% 硫茺剂醋酸溶液. 加热至沸腾. 沉淀经过滤后用 HOAc 洗涤			
Ru	(1) 以 RuO_4 的形式蒸馏 (2) 0.2~0.5mol/L HCl 溶液, 加入过量的 2% 硫茺剂乙醇溶液. 煮沸至沉淀凝集, 滤纸过滤, 热水洗涤. 在氢气焰中灼烧至金属 Ru	大部分金属 必须先进行蒸馏	Os	金属 Ru
S(SO_4^{2-})	(1) 见 Ba (2) 弱酸性介质(pH3), 加入联苯胺盐酸盐(8g/L)并于 0℃ 反应 30min. 用滤纸抽滤法过滤; 80% 的乙醇洗涤	$\text{Al}, \text{Co}, \text{Cr}(\text{III}), \text{Cu}, \text{Fe}, \text{Mn}, \text{Ni}, \text{Zn}$	SCN^- 与 Ag, Cu, Zn 共存; W(VI)	容量法
Sb	(1) 蒸馏 SbCl_3 (见 2.4.2 节) (2) 电沉积出金属(见 14.6 节) (3) 同硫茺剂法沉淀 Bi	大部分金属 $\text{Co}(\text{III}), \text{Cr}(\text{III}), \text{Co}, \text{Fe}(\text{II}), \text{Ti}(\text{IV})$	Ge, As 碱土金属, As, Au, Bi, Cd, Hg, Pb, Th	容量法 $\text{Sb}(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NOS})_3$
Sc	加入 100mL 20% 的酒石酸铵, 加热到 95℃, 滴加氨水至过量. 过滤, 2% 的酒石酸铵洗涤	稀土元素, Al, Fe, Th, Ti, Zr	Y	
SCN	(1) 稀 HNO_3 溶液, 加入 0.1mol/L 的 AgNO_3 . 滤坩过滤, 依次用水和乙醇洗涤		卤化物, CN^-	AgSCN