

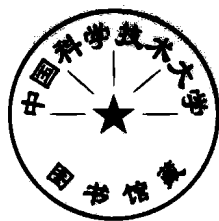
冶金工业部科技情报产品标准研究所編

钛的冶金分析

中国工业出版社

钛 的 冶 金 分 析

冶金工业部科技情报产品标准研究所編



中 国 工 业 出 版 社

修訂版前言

在伟大领袖毛主席“中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平”的光辉指示照耀下，我国的原子能、半导体、电子技术及空间技术等现代科学技术正在迅速地发展。随着这些现代科学技术的发展，对稀有金属及半导体材料的分析工作提出了更高的要求。

为适应稀有金属及半导体材料工业发展的需要，于1966年我們编写并由科学出版社出版了《鈮和鈿的冶金分析》、《鋰和鉍的冶金分析》、《钛的冶金分析》、《鋳和鉛的冶金分析》、《稀有金属合金和有色金属合金的分析》和《半导体材料的分析》六种书。自这套书出版以来，稀有金属工业战线上广大革命工人和革命技术人员提出了许多宝贵意见，并要求重印其中已售缺的书。为了满足冶金工业战线广大冶金分析工作者的要求，我們遵照毛主席关于“要認真總結經驗”的伟大教导，对这套书进行了修订。在修订过程中，对叛徒、內奸、工贼刘少奇及其冶金工业系统的代理人竭力鼓吹的“洋奴哲学”、“爬行主义”等修正主义黑货进行了彻底批判，删去了书中受刘贼推行的反革命修正主义科技路线流毒影响的部分内容，补充了稀有金属工业战线上广大革命工人在毛主席“独立自主、自力更生”伟大方针指引下，在稀有金属及半导体材料分析方面积累的丰富经验。修订后仍分六册出版。其中《鋰和鉍的冶金分析》、《稀有金属合金和有色金属合金的分析》、《半导体材料和高纯金属的分析》（原版名为《半导体材料的分析》）增补了三分之一的内容。其他三本的某些章、节也进行了修改和补充。书中所介绍的分析方法，使用的试剂、仪器和材料，都是从立足国内出发的。

由于我們活学活用毛主席著作不够，水平有限，书中会存在不少缺点错误，希望同志们提出批评指正。

編者 1970年11月

目 录

第一章 金属钛的分析	1
§ 1-1 概述	1
§ 1-2 铁的测定	2
§ 1-3 铜和镍的测定	3
§ 1-4 铬的测定	6
§ 1-5 锰的测定	7
§ 1-6 镁的测定	9
§ 1-7 钒的测定	11
§ 1-8 磷的测定	12
§ 1-9 硅的测定	14
§ 1-10 氟的测定	15
§ 1-11 硫的测定	16
§ 1-12 锌的测定 (原子吸收分光光度法)	18
§ 1-13 钙、钾和钠的测定	20
§ 1-14 金属钛及四氯化钛中杂质的光谱测定	22
§ 1-15 碳的测定— I. 气体容量法— II. 氢氧化钡容量法	25
§ 1-16 氢和氧的测定 (真空熔化微压法)	29
§ 1-17 氮的测定	32
§ 1-18 钛的测定	35
第二章 四氯化钛的分析	38
§ 2-1 概述	38
§ 2-2 铁的测定	38
§ 2-3 钒的测定— I. 钒酸比色法— II. 催化比色法	40
§ 2-4 硅的测定	45
§ 2-5 铝的测定	47
§ 2-6 铜和镍的测定	50

§ 2-7	鉻的測定	50
§ 2-8	錳的測定	51
§ 2-9	鎂的測定	52
§ 2-10	鈉的測定	52
§ 2-11	游离氯的測定	54
§ 2-12	硫的測定	56
§ 2-13	鉍、錫、鉛、銻、鎘的光譜測定	57
第三章 熔盐的分析		61
§ 3-1	概述	61
§ 3-2	鉄的測定	61
§ 3-3	鋁的測定—I. EDTA 滴定法—II. 鋁試剂比色法	63
§ 3-4	鈦的測定	66
§ 3-5	氯的測定	67
§ 3-6	鈉的測定	69
第四章 电解质的分析		71
§ 4-1	概述	71
§ 4-2	总鈦量的測定	71
§ 4-3	二价鈦和三价鈦的測定	72
§ 4-4	鉄的測定	74
§ 4-5	鉻的測定	75
§ 4-6	錳的測定	75
第五章 高鈦渣的分析		77
§ 5-1	概述	77
§ 5-2	鈦的測定	77
§ 5-3	鉄的測定	78
§ 5-4	二氧化硅的測定—I. 碱熔法—II. 焦硫酸鉀分解法	79
§ 5-5	氧化铝的測定	81
§ 5-6	鈣和鎂的測定	83
§ 5-7	錳的測定	84
§ 5-8	鈾的測定—I. 磷鉬钒酸比色法—II. 二苯胺磺酸鈉比色法	85
§ 5-9	鈾、釷和稀土的測定	88

第一章 金属鈦的分析

§ 1-1 概 述

金属鈦是鈦的冶金工艺过程的最終产品，需作較全面的分析以確定其产品的质量。本章中所述金属鈦中各元素的測定方法，灵敏度見表 1。

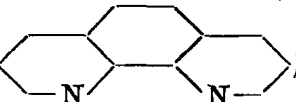
表 1 金属鈦中各元素測定方法的灵敏度

元素	方 法	灵 敏 度 %	元素	方 法	灵 敏 度 %
Fe	邻菲繞啉比色	2.5×10^{-3}	Be	光譜分析法	5×10^{-5}
	光譜分析法	5×10^{-4}	Co	光譜分析法	5×10^{-5}
Cu	銅試剂比色	2×10^{-4}	Sb	光譜分析法	3×10^{-4}
	光譜分析法	5×10^{-5}	Pb	光譜分析法	5×10^{-5}
Ni	鎳試剂比色	2×10^{-4}	Sn	光譜分析法	5×10^{-5}
	光譜分析法	8×10^{-5}	Bi	光譜分析法	5×10^{-5}
Cr	二苯卡巴肼比色	2×10^{-3}	Ba	光譜分析法	3×10^{-3}
	光譜分析法	1×10^{-4}	Al	光譜分析法	4×10^{-4}
Mn	高錳酸盐法比色	2×10^{-3}	Ca	光譜分析法	1×10^{-3}
	光譜分析法	5×10^{-5}	Nb	光譜分析法	1×10^{-3}
Mg	达旦黄比色	1×10^{-3}	Cd	光譜分析法	3×10^{-4}
	光譜分析法	6×10^{-4}	C	气体容量法	5×10^{-2}
V	钒酸法比色	5×10^{-3}		氢氧化鋁容量法	3×10^{-3}
	光譜分析法	3×10^{-4}	H	真空熔化微压法	5×10^{-4}
P	鉬蓝法比色	5×10^{-4}	O	真空熔化微压法	2×10^{-3}
Si	鉬蓝法比色	2×10^{-3}	N	容量法	1×10^{-2}
Cl	硝酸銀比浊	3×10^{-3}		奈斯勒試剂比色	5×10^{-4}
S	极譜法	1×10^{-4}	Ti	鈦鉍矾容量法	—
K	火焰分光光度法	2×10^{-3}	Ca	火焰分光光度法	1×10^{-3}
Na	火焰分光光度法	1×10^{-3}	Zn	原子吸收分光光度法	2×10^{-3}

§1-2 铁的测定

方法要点

本方法是基于在 $\text{pH}3\sim5$ 的酒石酸盐溶液中，二价铁与邻菲

繞啉  反应，生成紅色絡合物。鈦不必預先

分离。相当于鉄含量40倍的Sn, Al, Ga, Mg, Zn, Si, 20倍的Cr, Mn, V, P; 5 倍的Ni, Cu, Co不干扰鉄的測定。方法灵敏度为 $2.5 \times 10^{-3} \%$ 。

試剂与仪器

- (1) 氢氟酸：一級品。
- (2) 硫酸：一級品。
- (3) 硝酸：一級品。
- (4) 酒石酸：30%水溶液。
- (5) 盐酸羥胺：10%水溶液。
- (6) 邻菲繞啉：0.25%水溶液。
- (7) 醋酸鈉：飽和水溶液。

(8) 鉄标准溶液：溶解 0.8634 克鉄銨矾 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ 于水中，加入 5 毫升浓硫酸，在容量瓶中用水稀释至 1 升，1 毫升含 0.1 毫克鉄。取此溶液的整分部分用 0.1N 硫酸准确稀释10倍，1 毫升含10微克鉄。

- (9) 光电比色計或分光光度計。

分析步驟

称取0.5克金屬鈦試样放入鉚皿中，加入少許水后滴加氢氟酸至样品完全溶解。滴入硝酸将低价鈦完全氧化。加入 5 毫升浓硫酸，搖匀，在电炉上蒸发至冒硫酸烟。取下冷却，在不断搖动下小心从皿壁加入蒸餾水稀释。移入50毫升容量瓶中，冷却至室溫后用水稀释至刻度并搖匀。

从容量瓶中取 2 毫升試样溶液放入带磨口塞的 25 毫升比色管中，加入 2 毫升 30% 酒石酸溶液，1 毫升 10% 盐酸羟胺溶液，摇匀。投入一小块刚果紅試紙。滴加饱和醋酸鈉溶液至試紙恰呈紅紫色。加 1 毫升 0.25% 邻菲繞啉溶液，用水稀释至 10 毫升并摇匀。20 分钟后在光电比色計上用綠色濾光片或分光光度計（最大吸收波长 490 毫微米）測量光密度。从工作曲线上求得鉄的含量。用同样手續做試剂空白試驗。

工作曲线的繪制：将 0.0, 0.05, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 毫升鉄标准液（1 毫升含 10 微克鉄）放入带磨口的 25 毫升比色管中，按上述步驟显色和进行光度測定，以光密度对鉄浓度作图。

§ 1-3 銅和鎳的測定

方法要点

在 pH3~6 的酒石酸溶液中，用二乙基二硫代氨基甲酸鉛絡合物的氯仿溶液萃取銅，并在有机相中比色測定銅的含量。留在水中的鎳，在 pH8~9 时以丁二酮肟鎳絡合物的形式用氯仿萃取将其富集，然后在氨性介质中用丁二酮肟比色測定。由于无色的銅試剂鉛盐絡合物比 Fe、Mn、Ni、Co 的相应絡合物稳定得多，即使溶液中存在 5 毫克的 Fe、Mn、Co、Ni 也不干扰銅的測定。在酒石酸和盐酸羟胺存在下，用氯仿萃取丁二酮肟鎳絡合物时，也可使鎳与 Fe、Mn、Co 分离。酒石酸的存在，可以将鈦保持在溶液中。

本方法的灵敏度对銅和鎳均为 $2 \times 10^{-4}\%$ 。誤差 $\pm 10\%$ 。

試剂与仪器

- (1) 氢氟酸：一級品。
- (2) 硫酸：一級品。
- (3) 硝酸：一級品。
- (4) 酒石酸：一級品，10% 水溶液。
- (5) 氨水：一級品，1:1。

(6) 二乙基二硫代氨基甲酸鉛氯仿溶液：称 0.2 克二乙基二硫代氨基甲酸鈉，0.2 克硝酸鉛及 1 克酒石酸鉀鈉，在烧杯中加水溶解，移入 500 毫升分液漏斗中，用稀氨水中和至酚紅指示剂变为紅色 ($\text{pH}=7.5$)，加 350 毫升氯仿，振蕩 2~3 分钟，将有机层放入另一分液漏斗中，用蒸餾水洗滌有机层两次，然后将有机层移入試剂瓶中，用氯仿稀释至 1 升。

(7) 酚紅指示剂：0.1% 水溶液。

(8) 氯仿：一級品，重蒸餾。

(9) 盐酸羥胺：一級品，10% 水溶液。

(10) 飽和溴水。

(11) 丁二酮肟（鎳試剂）：1% 乙醇溶液。

(12) 銅标准溶液：将 0.3929 克硫酸銅 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中，加入 10 毫升浓盐酸，在容量瓶中用水稀释至 1 升。1 毫升含 0.1 克銅。用 0.1N 盐酸将此溶液稀释 10 倍，1 毫升含 10 微克銅。

(13) 鎳标准溶液：将 0.4784 克硫酸鎳 $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中，加入 10 毫升浓盐酸，在容量瓶中用水稀释至 1 升。1 毫升含 0.1 克鎳。用 0.1N 盐酸将此溶液稀释 10 倍，1 毫升含 10 微克鎳。

(14) 光电比色計或分光光度計。

分析步驟

按測定鉄的步驟（§ 1-2）制备試样溶液。或从測定鉄时所制备的試样溶液中分取部分溶液用来測定銅和鎳。

1. 銅的測定 从容量瓶中分取 10~25 毫升試样溶液，放入 100 毫升分液漏斗中，加入 10~25 毫升 10% 酒石酸溶液，用氨水（1:1）中和到 pH 为 5，准确加入 5 毫升二乙基二硫代氨基甲酸鉛氯仿溶液，剧烈振蕩 2 分钟，靜置后将有机层移入干燥的比色管中，在光电比色計上用蓝色濾光片或用分光光度計（最大吸收波长 440 毫微米）測量光密度，从工作曲线上求得銅的含量。

每批分析試样以同样手續作試剂空白試驗。

工作曲线的繪制：將0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0毫升銅標準溶液（1毫升含10微克銅），分別放入100毫升分液漏斗中，均加入1毫升10%酒石酸溶液，以水稀釋至約30毫升，調節酸度至pH5，按照上述手續萃取銅和測量光密度。以光密度對銅濃度作圖。

2. 鎳的測定 在上述萃取銅后的水層中，添加10毫升酒石酸溶液，加入1毫升10%鹽酸羥胺溶液^①，1滴酚紅指示劑，用氨水（1:1）中和至指示劑變為紅色。加入5毫升1%丁二酮肟溶液，搖勻，5分鐘后加入10毫升氯仿，振蕩2分鐘，靜置后将有機層放入50毫升燒杯中。用10毫升氯仿再萃取一次。合并有機層后，在水浴上蒸干。將燒杯置于電爐上用硝酸和硫酸（也可用硫酸和雙氧水）徹底破壞有機物，并蒸至近干。冷卻后加入2~3毫升水，加熱使鹽類完全溶解。冷卻，移入帶磨口塞的25毫升比色管中，加入1毫升10%酒石酸溶液，0.5毫升飽和溴水，搖勻后放置10分鐘。用氨水中和到溶液的顏色褪去，再過量2毫升。加入1毫升1%丁二酮肟溶液，用水稀釋至10毫升，搖勻，15分鐘后，在光电比色計上用藍色濾光片或在分光光电計上（最大吸收波長465毫微米）測量光密度，從工作曲線上求得鎳的含量。

以同樣手續做空白試驗。

標準曲线的繪制：將0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0毫升鎳標準溶液（1毫升含10微克鎳）放入帶磨口塞的25毫升比色管中，加入1毫升10%酒石酸溶液，用水稀釋至5毫升。加入0.5毫升飽和溴水，搖勻后放置10分鐘。用氨水中和到溶液顏色褪去并過量2毫升。按照上述手續顯色和測量光密度。以鎳濃度對光密度作圖。

① 加入鹽酸羥胺是為了防止錳在鹼性介質中被空氣氧化到四價。四價錳也與丁二酮肟反應并被氯仿萃取。

§1-4 铬的测定

方法要点

在热的硫酸溶液中，在催化剂银离子存在下，用过硫酸铵将铬氧化到六价，然后用二苯卡巴肼作显色剂比色测定铬（反应产物为紫红色）。七价锰干扰测定，可加入盐酸将其还原到二价加以消除。铁的含量不超过铬的 15 倍时，可加入 EDTA 消除其干扰^①。方法灵敏度为 $2 \times 10^{-3}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸：一级品。
- (2) 硝酸：一级品。
- (3) 硫酸：一级品，浓的和 2*N* 溶液。
- (4) 过硫酸铵：二级品，20% 水溶液，用时配制。
- (5) 高锰酸钾：1% 水溶液。
- (6) 硝酸银：1% 水溶液。
- (7) 盐酸：1:9。
- (8) 二苯卡巴肼：0.25% 溶液。将 0.25 克试剂溶于丙酮与水的混合物 (1:1) 中。
- (9) 铬标准溶液：称取 0.3734 克铬酸钾 K_2CrO_4 （预先在 105°C 烘 1 小时）溶于水中，移入 1 升容量瓶中，稀释至刻度，1 毫升含 0.1 毫克铬。取部分溶液，用水准确稀释 10 倍，1 毫升含 10 微克铬。
- (10) 光电比色计或分光光度计。

分析步骤

按测定铁的步骤（§1-2）制备试样溶液，或从测定铁时制

① 大量铁的存在会使显色后的溶液带黄褐色，并使铬的测定结果偏低。加入 EDTA 溶液（使 EDTA 的最终浓度为 0.001*M*），可消除不高于铬的 15 倍量铁的干扰。若不加 EDTA，铁的允许存在量是铬量的 2.5 倍，金属钛中铁的含量通常不足以影响铬的测定。一般不必加入 EDTA。

备好的試样溶液中，分取部分溶液用来測定鉻。

从容量瓶中分取 5 毫升試样溶液，放入 50 毫升烧杯中，加入 2 毫升 1% 硝酸銀溶液，4 毫升 20 % 过硫酸鉍溶液，煮沸。若无高錳酸根的玫瑰紅色出現，滴入 1% 高錳酸鉀溶液至出現玫瑰紅色，繼續煮沸 10 分钟。然后加入 5 毫升盐酸 (1:9)，若加热 5 分钟后玫瑰紅色不消失，再补加 3~5 毫升盐酸 (1:9)，再煮沸 10 分钟，至高錳酸根的颜色完全褪去，并使氯化銀凝聚。冷却后将溶液移入 25 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，搖匀，放置 2~3 小时或过夜使溶液澄清。

用移液管吸取 5 毫升上部的清液放入带磨口塞的 25 毫升比色管中，用水稀释至約 8 毫升，加入 0.5 毫升 0.25% 二苯卡巴肼溶液，用水稀释至 10 毫升^①，搖匀，在光电比色計上用綠色濾光片或用分光光度計（最大吸收波长 580 毫微米）測量光密度^②。从工作曲线上求得鉻的含量。或用目視比色法測定。与分析試样的同时做試剂空白試驗。

工作曲线的繪制：在一系列带磨口塞的 25 毫升比色管中，分別加入 0.00, 0.02, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 毫升鉻标准溶液（1 毫升含 10 微克鉻），加入 1 毫升 2N 硫酸，用水稀释至約 8 毫升，加入 0.5 毫升 0.25% 二苯卡巴肼溶液，用水稀释至 10 毫升，搖匀，按上述条件測量光密度。以光密度对鉻浓度作图。

§ 1-5 錳 的 测 定

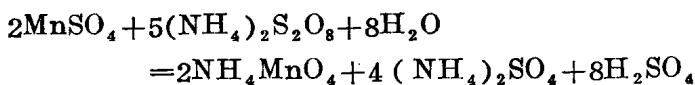
方法要点

在硫酸 (1:9) 溶液中，有催化剂銀离子存在时，用过硫酸鉍将錳氧化为紫紅色的高錳酸根，根据颜色的深度比色測定錳的含

① 显色时溶液的适宜酸度是 0.2N。若酸度过高，溶液颜色不稳定。

② 若在显色后的溶液中加入 4 克氯化鈉，用 5 毫升異戊醇将有色反应产物萃取到有机相比色，可提高灵敏度。

量。反应如下：



本方法的灵敏度为 $2 \times 10^{-3}\%$ ，相对误差为 $\pm 15\%$ 。

试剂与仪器

(1) 氢氟酸：一级品。

(2) 硫酸：一级品。

(3) 硝酸：一级品。

(4) 过硫酸铵：二级品，10%水溶液，用时配制。

(5) 硝酸银：1%溶液。1克硝酸银溶于100毫升5%硝酸中。

(6) 锰标准溶液：称取0.1克高纯金属锰（预先用稀酸洗净表面氧化物）溶于10毫升硫酸（1:3）中，在容量瓶中稀释至1升，1毫升含0.1毫克锰。将此溶液的整分部分用硫酸（1:9）准确稀释10倍，1毫升含10微克锰。

(7) 光电比色计或分光光度计。

分析步骤

按照测定铁的步骤（§1-2）制备试样溶液。或从测定铁时制备好的试样溶液中分取部分溶液用来测定锰。

从容量瓶中分取5毫升试样溶液置于带磨口塞的25毫升比色管中，加入2滴1%硝酸银溶液和1毫升10%过硫酸铵溶液，用硫酸（1:9）将溶液稀释至10毫升，摇匀，在沸水浴中加热5分钟，冷却后在光电比色计上用绿色滤光片或在分光光度计上（波长545毫微米。为了消除铬酸根离子的干扰，此处不用其最大吸收波长525毫微米）测量光密度，从工作曲线上求得锰的含量。以同样手续做试剂空白试验。

工作曲线的绘制：在一系列带磨口塞的25毫升比色管中，分别加入0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0毫升锰标准溶液（1毫升含10微克锰），用硫酸（1:9）稀释至约5毫升，加入2滴1%硝

酸銀溶液和 1 毫升 10% 过硫酸銨溶液，用硫酸（1:9）稀釋至 10 毫升，搖勻，在沸水浴中放置 5 分鐘，冷卻。按上述條件測量光密度，以光密度對錳濃度繪制工作曲線。

§ 1-6 鎂的測定

方法要點

在 10% 硫酸溶液中用銅鐵試劑的氯仿溶液萃取分離鈦。破壞含有鎂的水相中的有機物後，在鹼性溶液中用達旦黃比色測定鎂。顯色時在鹼性溶液中能形成氫氧化物沉淀的元素，如 Cr（Ⅲ），Ni（Ⅱ），Mn（Ⅱ）等，由於吸附達旦黃而使顏色強度減弱。鋁的存在也使顏色強度減弱。上述干擾元素，大部分可在顯色前以 8-羥基喹啉絡合物和二乙基二硫代氨基甲酸絡合物形式，以氯仿萃取分離。鉻則以 CrO_2Cl_2 形式驅除。銅鎳等重金屬用氰化鉀掩蔽。方法靈敏度為 $1 \times 10^{-3}\%$ 。

試劑與儀器

- （1）氫氟酸：一級品。
- （2）硝酸：一級品，重蒸餾。
- （3）硫酸：一級品。

（4）銅鐵試劑氯仿溶液^①：將 9 克銅鐵試劑（二級品）溶於 100 毫升冷水中，過濾。在 200 毫升分液漏斗中加入 80 毫升 1.5N 硫酸，40 毫升 9% 銅鐵試劑水溶液，80 毫升氯仿（重蒸餾），振蕩 1~2 分鐘，棄去水層，有機層備用^②。

- （5）鹽酸：一級品。
- （6）高氯酸：二級品，減壓蒸餾提純。

（7）醋酸—醋酸鈉緩沖溶液：29 毫升 0.2M 醋酸和 171 毫升 0.2M 醋酸鈉溶液混合。用氫氧化鈉溶液或鹽酸調整溶液酸度至

① 銅鐵試劑的氯仿溶液不穩定，應在製備後立即使用。室溫較高時，所用的銅鐵試劑水溶液、稀硫酸和氯仿應預先置於冰浴中冷卻。

② 銅鐵試劑經過這樣處理後，其中可能所含的鎂即轉移入水相中。

pH5.4。

(8) 8-羥基喹啉: 0.5% 氯仿溶液。

(9) 氯仿: 重蒸餾。

(10) 二乙基二硫代氨基甲酸鈉: 二級品。

(11) 鹽酸羥胺: 二級品, 10% 水溶液。

(12) 氰化鉀: 二級品, 10% 水溶液。

(13) 達旦黃: 0.05% 水溶液。

(14) 氫氧化鈉: 10% 水溶液。

(15) 鎂標準溶液: 稱取 0.1 克金屬鎂 (預先用稀酸洗淨表面) 溶于 10 毫升鹽酸 (1:3) 中, 在容量瓶中稀釋至 1 升, 1 毫升含 0.1 毫克鎂。取部分溶液用水稀釋 10 倍, 1 毫升含 10 微克鎂。

(16) 光电比色計或分光光度計。

分析步驟

按測定鐵的步驟 (§ 1-2) 制备試樣溶液, 或从測定鐵時制备好的試樣溶液中, 分取部分溶液用来測定鎂。

从容量瓶中分取 10 毫升試樣溶液放入 100 毫升分液漏斗中, 加入 20 毫升銅鐵試劑的氯仿溶液, 劇烈振蕩 2 分钟, 靜置后放出并弃去有机相, 再以同样手續重复萃取, 直至把鈦萃取完全^①。用氯仿洗滌水相两次, 每次用 5 毫升, 振蕩 1 分钟。有机相弃去。将水相放入 50 毫升烧杯中, 加入 5 毫升濃硝酸, 用表面皿盖好烧杯, 在电炉上蒸发至冒白烟时除去表面皿, 并繼續蒸发至干。冷却后加入 1~2 毫升高氯酸, 若此时还有有机物, 滴加硝酸并加热将其破坏。将此溶液稍微冷却, 沿烧杯壁加入約 0.5 毫升濃鹽酸, 搖勻。繼續加热至冒高氯酸烟。重复 2~4 次, 把鉻驅出^②。繼續加热至硫酸被完全驅除^③。

① 可在水相中加入 1~2 滴銅鐵試劑水溶液檢查。有鈦存在时, 生成黃色沉淀。

② 試樣中不含鉻时, 此步驟可省略。

③ 特別注意驅除殘留于杯壁上的硫酸滴。若硫酸未驅尽, 将使以后的溶液酸度增高, 影响鋁、錳等杂质的萃取分离效果。

將燒杯冷卻，加入 1 毫升 1 *N* 鹽酸，在低溫電爐上蒸干，冷卻後加入 3 毫升醋酸緩沖溶液，微熱使鎂鹽溶解，冷卻後傾入 50 毫升分液漏斗中，再用 2 毫升緩沖液洗燒杯，並移入分液漏斗中，加入少許固體二乙基二硫代氨基甲酸鈉，5 毫升 0.5% 8-羥基喹啉氯仿溶液，劇烈振蕩 2 分鐘，棄去有機相[●]。用 5 毫升 8-羥基喹啉溶液重複萃取，直至有機相完全無色。用 5 毫升氯仿洗滌水相（劇烈振蕩 1 分鐘），棄去有機相後再洗滌一次。

將水相放入帶磨口塞的 25 毫升比色管中，加入 1 毫升 10% 鹽酸羥胺溶液，2 滴氰化鉀溶液（劇毒！），0.2 毫升 0.05% 達旦黃溶液，用水稀釋至 10 毫升，搖勻。準確加入 2 毫升 10% 氫氧化鈉溶液，搖勻，在光電比色計上用綠色濾光片或在分光光度計上在 530 毫微米波長處（最大吸取波長在 510 毫微米處，為降低達旦黃本身的影響故用 530 毫微米）測量光密度，從工作曲線上求得鎂的含量。以分析試樣的同樣手續作空白試驗。

工作曲線的繪制：在一系列帶磨口塞的 25 毫升比色管中，分別加入 0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 毫升鎂標準溶液（1 毫升含 10 微克鎂），加入 5 毫升醋酸緩沖溶液，1 毫升鹽酸羥胺溶液，2 滴氰化鉀溶液，0.2 毫升達旦黃溶液，用水稀釋至 10 毫升，搖勻。準確加入 2 毫升 10% 氫氧化鈉溶液，搖勻。按上述條件進行光度測定，繪制工作曲線。

§ 1-7 鈮 的 測 定

方法要點

金屬鈮用氫氟酸溶解後，加入硝酸和硫酸，加熱至冒硫酸煙，如有鈮存在，溶液呈鈮酸本身的黃色，顏色的深度與鈮的含量成正比。本方法的靈敏度為 $5 \times 10^{-3}\%$ 。

試劑與儀器

（1）氫氟酸：二級品。

● 若溶液中有微量的殘留鈮存在，此時也可與鋁一起被萃取分離。

(2) 硝酸：二級品。

(3) 硫酸：二級品。

(4) 钒标准溶液：称取 0.2296 克钒酸铵 NH_4VO_3 ，溶于 100 毫升水中，以硫酸 (1:1) 中和到酸性，在容量瓶中稀释至 1 升，1 毫升含 0.1 毫克钒。将此溶液的整分部分用水准确稀释 10 倍，1 毫升含 10 微克钒。

(5) 光电比色计或分光光度计。

分析步骤

称取 0.1 克金属钛试样●，放入铂坩埚中，加入少许水后滴加氢氟酸使试样完全溶解。加入 5 毫升浓硝酸，摇匀后准确加入 5 毫升浓硫酸，摇匀。在电炉上加热至冒浓硫酸烟时，立即取下，冷却至 50°C 以下，倾入干燥的带磨口塞的 25 毫升比色管中，冷至室温，在光电比色计上用蓝色滤光片测量光密度。也可与同时配制的标准色阶目视比较。

工作曲线的绘制：将 0.0, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 7.0 毫升钒标准溶液 (1 毫升含 10 微克钒) 分别放入 25 毫升烧杯中，加入 5 毫升浓硝酸和准确量的 5 毫升浓硫酸，摇匀。以下按上述步骤进行。以光密度对钒浓度绘制工作曲线。

§ 1-8 磷 的 测 定

方法要点

在 0.5N 硝酸溶液中，使磷与钼酸铵反应，并用甲基异丁醇将磷钼杂多酸萃取到有机相，然后用二氯化锡还原有机相中以杂多酸形式存在的钼，形成钼蓝，借此进行磷的比色测定。在上述形成磷钼杂多酸的条件下，100 微克的硅不干扰测定。本方法的灵敏度为 $5 \times 10^{-4}\%$ 。

试剂与仪器

- 本方法不适用于铬和镍含量高的试样，因为此两种金属离子本身的顏色妨碍比色测定。