

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

铌和钽的 冶金分析

(内部资料)

科学出版社

铌和钽的冶金分析

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

1966

内 容 简 介

本书叙述了金属铈、金属钽、铈和钽的氧化物、铈钽矿物和某些中间产品的分析方法。金属和氧化物的分析,除使用化学分析法外,也使用光谱分析法和极谱分析法。

本书可供科学研究机关和产业部门从事铈、钽分析工作人员参考,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。

铈 和 钽 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:850×1168 1/32

1966年4月第一次印刷 印张:3 9/16

印数:0001—1,750 字数:91,000

统一书号:13031·2295

本社书号:3476·13—4

定 价: 0.70 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 铌、钽矿石的分析	1
§ 1-1 硅的测定	1
§ 1-2 钛的测定	2
§ 1-3 锰的测定	4
§ 1-4 铁的测定	5
§ 1-5 钙的测定	7
§ 1-6 镁的测定	8
§ 1-7 钼的测定	9
§ 1-8 钨的测定	11
§ 1-9 铝的测定	12
§ 1-10 铬的测定	14
§ 1-11 磷的测定	15
§ 1-12 锡的测定	16
§ 1-13 铀的测定	18
I. 比色法	18
II. 容量法	20
第二章 金属及氧化物的化学分析	22
§ 2-1 钽的测定	22
I. 焦性没食子酸比色法	22
II. 孔雀绿比色法	24
§ 2-2 铌的测定	25
I. 硫氰酸盐直接比色法	25
II. 萃取-硫氰酸盐比色法	27
§ 2-3 硅的测定	28
I. 碱熔-钼蓝比色法	28
II. 酸溶-钼蓝比色法	30
III. 萃取分离-钼蓝比色法	31

§ 2-4 铁的测定	33
I. 邻菲绕啉比色法	33
II. 硫氰酸盐比色法	34
§ 2-5 镍的测定	36
I. 萃取-丁二酮肟比色法	36
II. 丁二酮肟直接比色法	37
§ 2-6 铜的测定	39
§ 2-7 钛的测定	40
§ 2-8 锰的测定	42
I. 酸溶-高锰酸根比色法	42
II. 熔融-高锰酸根比色法	43
§ 2-9 钼的测定	44
I. 硫氰酸盐比色法	44
II. 二硫酚比色法	45
§ 2-10 钨的测定	47
I. 硫氰酸盐比色法	47
II. 二硫酚比色法	48
§ 2-11 铬的测定	50
§ 2-12 铝的测定	51
§ 2-13 钾和钠的测定	52
I. 离子交换-火焰光度法	52
II. 直接火焰光度法	54
§ 2-14 磷的测定	55
I. 酸溶-钼蓝比色法	55
II. 碱熔-钼蓝比色法	56
§ 2-15 硫的测定	57
§ 2-16 氟的测定	60
§ 2-17 砷的测定	62
§ 2-18 铅的测定	65
§ 2-19 铜、铅、镉、镍和锌的极谱测定	66
§ 2-20 氢和氧的测定(真空熔化微压法)	68
§ 2-21 氧的测定(直流碳电弧气相色谱法)	71
§ 2-22 氮的测定	74
§ 2-23 碳的测定	78

I. 气体容量法	78
II. 氢氧化钡容量法	81
第三章 金属及氧化物的光谱分析	84
§ 3-1 钽中杂质的光谱测定	84
§ 3-2 五氧化二钽中铋、锡、铅、锑和镉的光谱测定	86
§ 3-3 高纯钽中易挥发元素的蒸发法光谱测定	89
§ 3-4 五氧化二钽中杂质的光谱测定	91
§ 3-5 五氧化二钽中镉、铋、锡、铅、锑和砷的光谱测定	93
§ 3-6 五氧化二钽中铈的光谱测定	96
§ 3-7 五氧化二钽中钽和钛的光谱测定	98
附录 某些中间产品的分析	100
附录 1 液体试样中铈、钽含量的纸上色层分离-重量法测定	100
附录 2 中间产品中铈、钽含量及其分量的测定	102
I. 用丹宁水解-重量法测定铈、钽含量	102
II. 钽的比色测定	103
III. 铈的比色测定	104
附录 3 铈、钽的氢氟酸溶液及有机溶液中游离氢氟酸和游离硫酸的测定	105
附录 4 电解质中五氧化二钽和氟钽酸钾的测定	107

第一章 铌、钽矿石的分析

§ 1-1 硅的测定

方法要点

本法是用快速重量法测定铌、钽矿石中的硅。在酒石酸溶液中,使硅成硅酸沉淀而与铌、钽分离,灼烧沉淀至恒重,再以氢氟酸处理,将硅以氟硅酸形式挥发除去,继续灼烧至恒重,从二次重量之差计算二氧化硅的含量。

试剂

- (1) 焦硫酸钾: 二级品。
- (2) 酒石酸溶液: 二级品, 20% 及 10% 溶液。
- (3) 硫酸: 二级品, 1:1, 1:9 及 1:99 溶液。
- (4) 氢氟酸: 二级品。

分析步骤¹⁾

称取 0.5 克试样²⁾ 放在瓷坩埚中,加入 5 克焦硫酸钾,熔融至暗红色后,再熔融 5 分钟。冷却,以 20 毫升 20% 酒石酸溶液浸出,置于 250 毫升烧杯中,温热³⁾,使熔块完全溶解后加 5 毫升硫酸(1:9),用水稀释至 50—80 毫升。加少许无灰滤纸浆,搅拌,加热,

-
- 1) 本法适用于铌、钽含量较高而重金属含量较少的矿石。若试样中含有微量的铅、锡,可将洗好的硅酸沉淀,连同滤纸放在镍坩埚中灰化,然后移入铂坩埚中灼烧。为了除去微量的铅,可以在洗涤沉淀时用热的 20% 醋酸铵溶液洗数次。
 - 2) 本法只适用于能被焦硫酸钾熔融分解的矿样。
 - 3) 浸出时不能将溶液煮沸,只能在低温加热,以防止铌、钽水解。

保温 30 分钟¹⁾。用致密滤纸过滤,以含有 1% 硫酸的 10% 酒石酸溶液洗涤沉淀 5—7 次,并用带橡皮头的玻璃棒擦净烧杯,再用热水洗 3—4 次,然后将沉淀放入铂坩锅中。灰化,加入 4—5 滴硫酸 (1:1)²⁾, 加热至硫酸烟冒尽,放入 900℃ 温度的马弗炉中灼烧 40 分钟。取出,冷却后称重,再继续灼烧至恒重。然后,往沉淀中加入 2 毫升氢氟酸及 3—4 滴硫酸,在垫有石棉板的电炉上加热至冒尽硫酸烟³⁾,再放入 900℃ 的马弗炉内灼烧 40 分钟,取出,冷却后称重,再继续灼烧至恒重。二次重量之差便是二氧化硅的重量。

按下式计算二氧化硅的百分含量:

$$\text{SiO}_2\% = \frac{A - B}{W} \times 100$$

式中 A ——用氢氟酸和硫酸处理前,坩锅和沉淀的重量,克;

B ——用氢氟酸和硫酸处理后,坩锅和残渣的重量,克;

W ——称取试样的重量,克。

§ 1-2 钛的测定

方法要点

在酸性溶液中,钛以 TiO^{++} 阳离子状态存在,与过氧化氢作用时则生成黄橙色的 $\text{TiO}(\text{H}_2\text{O}_2)^{2+}$ 络合物,借此进行钛的比色测定。

试剂

(1) 焦硫酸钾: 二级品。

(2) 氢氟酸: 二级品。

(3) 盐酸: 二级品。

1) 保温 30 分钟的目的是使硅沉淀完全。

2) 灰化后加硫酸的目的是为了把沉淀中的金属元素转变为硫酸盐,防止在用氢氟酸和硫酸处理沉淀前后,因非硫酸盐与硫酸盐重量不同而引起误差。

3) 加硫酸后蒸干时一定要将温度控制好,否则沉淀会外溅。硫酸烟冒尽后还必须再蒸发一会,否则放入马弗炉内灼烧时可能会飞溅。

(4) 硫酸: 二级品。

(5) 磷酸: 二级品。

(6) 过氧化氢: 二级品, 30%。

(7) 钛标准溶液: 称取 0.1668 克灼烧过的二氧化钛, 在石英坩埚中用 2 克焦硫酸钾熔融, 冷后用 20 毫升硫酸(1:1)溶解熔块, 用水准确稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克钛。

分析步骤

称取 0.5 克试样放在铂坩埚中, 加 3 毫升氢氟酸和 10 滴硫酸(1:1), 在垫有石棉板的电炉上加热至冒尽硫酸烟¹⁾。加入 4—5 克焦硫酸钾, 先在低温火焰上熔融²⁾, 待水分被除去后, 再升高温度, 并不断摇动坩埚。加热至熔体暗红, 再熔 2—3 分钟。取下, 冷却后放入 200—250 毫升烧杯中, 加入 25 毫升浓盐酸和 50 毫升水, 煮沸使熔块全部崩解³⁾, 冷却后移入 250 毫升容量瓶中, 用水稀释至标线。用中等密度的定性滤纸过滤于干烧杯中, 滤液可用来测定 Ti, Fe, Mn, Ca, Mg 等元素。

根据钛含量的多少取出 2—10 毫升试样溶液放入 50 毫升烧杯内, 加 10 滴浓硫酸, 加热蒸发至近干。取下, 冷却后加入 2.5 毫升硫酸及 5 毫升水, 加热使溶液清亮, 移入 25 毫升比色管中, 加 10 滴磷酸和 0.3 毫升(约 5 滴) 30% 过氧化氢溶液, 用蒸馏水稀释至标线, 摇匀。与标准色阶比较。

标准色阶的配制: 在一系列 25 毫升比色管内, 各加入 10 毫升水和 2.5 毫升浓硫酸, 并分别加入含有 0.0, 0.005, 0.01, 0.03, …… 1.00 毫克钛的标准液, 以下操作按上述步骤进行。

按下式计算二氧化钛的百分含量:

$$\text{TiO}_2\% = \frac{A \times V_1 \times 0.1668}{W \times V_2 \times 10}$$

1) 蒸发至冒烟是为了驱除氟离子, 因氟离子的存在会使结果偏低。

2) 熔融时温度要控制好, 否则试样会溅出, 造成损失。

3) 浸取时温度不宜过高, 并须经常搅拌以免飞溅。

式中 V_1 ——试样溶液总体积,毫升;
 V_2 ——分取的试样溶液体积,毫升;
 A ——分取的试样溶液中测得的含氧化钛量,毫克;
 W ——称样重,克;
0.1668——由 Ti 换算成 TiO_2 的系数。

§ 1-3 锰 的 测 定

方法要点

在酸性溶液中,用硝酸银作催化剂,以过硫酸铵将锰氧化成紫红色的高锰酸根离子,借此进行锰的比色测定。

试剂

- (1) 硫酸: 二级品。
- (2) 磷酸: 二级品。
- (3) 硝酸银: 1% 水溶液。
- (4) 过硫酸铵: 二级品。
- (5) 锰标准溶液: 称取 0.0775 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,用水准确稀释至 1 升,1 毫升相当于 0.1 毫克氧化锰 MnO 。

分析步骤

从上述测定钛(§ 1-2)时制得的试样溶液中,吸取 1—5 毫升溶液,放入 50 毫升烧杯中。加 0.5 毫升浓硫酸,在砂浴上加热至冒硫酸烟,并继续加热至近干¹⁾。冷却,再加 0.5 毫升硫酸,用水吹洗杯壁,重新蒸发至冒硫酸烟。冷却,加入 5 毫升水及 1.0 毫升浓硫酸²⁾,

-
- 1) 加热至冒硫酸烟,是为了除去氯离子,因氯离子与硝酸银生成氯化银沉淀,干扰比色。有大量氯离子存在时,锰也不易被氧化至七价。
 - 2) 显色时,溶液中硫酸的浓度要保持在 2—5%(体积)。酸度太大显色不能达到完全,酸度太小则发色太慢。

加热至溶液清亮。移入 25 毫升比色管中,加 1 毫升 1% 硝酸银溶液, 0.5 毫升磷酸及 1 克过硫酸铵,放 80—90℃ 的水浴中,加热 10 分钟¹⁾,取出,以水稀释至标线,混匀,冷却后与标准色阶比较。

标准色阶的配制: 在一系列 25 毫升比色管中,分别加入含有 0.0, 0.005, 0.01, …… 0.2 毫克氧化锰的标准溶液,并各加入 5 毫升水及 1 毫升硫酸,以下操作按上述步骤进行。

按下式计算氧化锰的百分含量:

$$\text{MnO}\% = \frac{A \times V_1}{W \times V_2 \times 10} .$$

式中 V_1 ——试样溶液总体积,毫升;

V_2 ——分取的试样溶液体积,毫升;

A ——分取的试样溶液中测得的含氧化锰量,毫克;

W ——称样重,克。

§ 1-4 铁的测定

方法要点

在酸性溶液中,用二氯化锡将三价铁还原成二价,过量的二氯化锡用二氯化汞氧化。然后用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁,根据重铬酸钾标准溶液的消耗量计算铁的含量。

试剂

(1) 盐酸: 二级品。

(2) 氢氧化铵: 二级品。

(3) 二氯化汞: 饱和溶液。

(4) 二氯化锡: 10% 浓盐酸溶液。

(5) 硫磷混合酸: 取 150 毫升浓硫酸缓缓倾入 500 毫升水中,冷却后,加入 150 毫升磷酸,用水稀释至 1 升。

1) 显色时温度不宜太高,以免高锰酸根分解,可用一个烧杯盛水作为水浴。

(6) 二苯胺磺酸钠: 0.5% 水溶液。

(7) 重铬酸钾标准溶液: 0.05—0.1N。以铁标准溶液标定, 并求出溶液的滴定度。

分析步骤

从上述测定钛 (§ 1-2) 时制得的试样溶液中, 吸取 200 毫升溶液, 放入 400 毫升烧杯中, 加入 2 克氯化铵, 用氢氧化铵中和至出现氢氧化铁沉淀, 再过量 2 毫升。加热使沉淀凝聚, 用定性滤纸过滤¹⁾, 用含有少量氯化铵的稀氢氧化铵热溶液, 洗涤 7—8 次, 滤液保留用来测定钙和镁²⁾。

沉淀用 20—30 毫升热的盐酸(1:1)溶解于原烧杯中³⁾, 用热水洗涤滤纸 5—6 次。将溶液加热⁴⁾, 取下, 趁热滴入 10% 二氯化锡溶液至黄色消失, 并过量 1—2 滴, 迅速倾入 10 毫升二氯化汞饱和溶液。冷却后用水稀释至 100—150 毫升, 加入 15—20 毫升硫磷混合酸, 5—6 滴 0.5% 二苯胺磺酸钠溶液, 用重铬酸钾标准溶液滴定至出现紫蓝色即为终点。

按下式计算氧化铁的百分含量:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{T \times V \times V_1}{W \times V_2} \times 100$$

式中 T ——重铬酸钾标准溶液对三氧化二铁的滴定度, 克/毫升;

V ——滴定时所消耗的重铬酸钾标准溶液体积, 毫升;

V_1 ——试样溶液的总体积, 毫升;

V_2 ——分取的试样溶液体积, 毫升;

W ——称样重, 克。

1) 如不需测定钙和镁, 可省去用氢氧化铵沉淀这一步骤。

2) 如需要测定钙和镁, 而铁含量又很高时, 最好沉淀分离两次, 否则钙和镁的测定结果可能偏低。

3) 如铁含量很高, 可将溶液移入容量瓶中, 分取部分溶液测定。

4) 在还原铁之前, 将溶液加热时, 温度不应太高, 否则三氯化铁会挥发损失, 使测定结果偏低。

§ 1-5 鈣的測定

方法要点

在微氨性溶液中，用草酸铵将钙沉淀为草酸钙，过滤分离后，将草酸钙溶于稀硫酸中，用高锰酸钾标准溶液滴定与钙含量等当量的草酸根，从而确定钙的含量。

试剂

- (1) 盐酸：二级品。
- (2) 草酸铵：二级品，饱和溶液和 0.1% 稀溶液。
- (3) 甲基橙：0.1% 水溶液。
- (4) 氢氧化铵：二级品。
- (5) 硫酸：二级品，1:1。
- (6) 氯化铵：二级品。
- (7) 硫化铵：二级品，使用新开口的。

(8) 高锰酸钾标准溶液：0.04—0.05N。用草酸钠标定，并计算其对氧化钙的滴定度。

分析步骤

将上述沉淀铁之后得到的滤液（见 § 1-4）加热浓缩至 100 毫升左右，加入 10 毫升新开口的硫化铵溶液¹⁾，用刚果红试纸指示，滴加盐酸至溶液呈微酸性，并过量 1 毫升。加热煮沸使硫化物沉淀凝聚，以定性滤纸过滤，用稀的氯化铵溶液洗涤 5—7 次后，再用热水洗涤 2—3 次。弃去沉淀，将滤液加热，并加入 1 毫升饱和溴水，煮沸使硫化氢氧化²⁾。再煮沸，驱除过剩的氧化剂³⁾。然后加入

- 1) 必须使用新开口的硫化铵溶液，因开口过久的硫化铵溶液吸收空气中的二氧化碳，使用时与钙、镁形成碳酸盐沉淀，使钙、镁的测定结果偏低。
- 2) 用溴水氧化硫化氢时，可能有单体硫析出。在此情况下，可在加入草酸铵之前将其滤除。
- 3) 为了检查溴是否已完全驱除，可在溶液中加入 2 滴甲基橙溶液，若甲基橙的颜色褪去，说明还有溴存在；反之，溴已被驱尽。

2 滴甲基橙, 并加入 20 毫升饱和草酸铵溶液, 在不断搅拌下加入氢氧化铵至微碱性, 并过量 0.5 毫升。加热煮沸, 保温 20 分钟, 放置 2—3 小时(最好过夜), 用致密滤纸过滤, 以热的 0.1% 草酸铵溶液洗涤沉淀和滤纸 5 次, 然后用热水洗至无氯离子反应为止(滤液保留用来测定镁)。

将原烧杯置于漏斗下面, 用玻璃棒将滤纸戳穿一孔, 用热水将沉淀洗入烧杯中。所用的热水控制在 100 毫升左右。加入 10 毫升硫酸 (1:1), 在砂浴上加热至近沸, 用 0.05N 的高锰酸钾标准液滴定至微红色出现。然后, 将原来用来过滤草酸钙沉淀的滤纸投入溶液中并搅拌¹⁾, 继续用高锰酸钾标准溶液滴定至微红色即为终点。

按下式计算氧化钙的百分含量:

$$\text{CaO}\% = \frac{T \times V \times V_1}{W \times V_2} \times 100$$

式中 T ——高锰酸钾标准溶液对氧化钙的滴定度, 克/毫升;

V ——滴定时消耗高锰酸钾标准溶液体积, 毫升;

V_1 ——试样溶液总体积;

V_2 ——分取试样溶液体积, 毫升;

W ——称样重, 克。

§ 1-6 镁的测定

方法要点

在氨性溶液中, 并有大量铵盐存在下, 用磷酸氢二铵将镁沉淀为磷酸铵镁, 过滤后灼烧成焦磷酸镁称重。

试剂

(1) 盐酸: 二级品。

1) 滴定时滤纸不能过早投入烧杯中, 因滤纸是有机物, 过早投入要消耗高锰酸钾。

- (2) 氢氧化铵：二级品。
- (3) 磷酸氢二铵：10% 溶液。
- (4) 硝酸铵：二级品。

分析步骤

将分离草酸钙后得到的滤液 (§ 1-5) 调整体积为 300—400 毫升, 用盐酸中和至微酸性。加入 10 毫升 10% 磷酸氢二铵溶液, 再用氢氧化铵中和至碱性, 并过量 10% (体积)。慢慢地用带橡皮头的玻璃棒搅拌至有白色沉淀出现为止¹⁾。放置过夜, 用致密的定量滤纸过滤, 并用 2% 氢氧化铵溶液洗涤至无氯离子反应。再用 2% 硝酸铵溶液洗涤 1—2 次²⁾, 然后把沉淀放入已灼烧至恒重的瓷坩埚中, 灰化后放入 900—1000°C 的马弗炉内, 灼烧 40—50 分钟。取出稍冷, 放在干燥器中冷却 30 分钟, 称重, 继续灼烧至恒重。按下式计算氧化镁的含量:

$$\text{MgO}\% = \frac{G \times V_1 \times 0.3621}{W \times V_2} \times 100$$

式中 G ——焦磷酸镁的重量, 克;
 V_1 ——试样溶液总体积, 毫升;
 V_2 ——分取的试样溶液体积, 毫升;
 W ——称样重, 克;

0.3621——由焦磷酸镁换算成氧化镁的系数。

§ 1-7 钼的测定

方法要点

用氢氧化钠和过氧化钠熔融分解试样, 使钼成钼酸钠溶于水并与主体钽(铌)分离。然后, 在酸性溶液中, 用硫脲-硫酸铜作还

-
- 1) 磷酸氢二铵与钼生成沉淀的速度较慢, 必须在不断搅拌下, 磷酸铵钼才能较快的生成。
 - 2) 最后用硝酸铵洗涤磷酸铵钼沉淀, 可以使灼烧后的沉淀是白色的。

原剂，将钼还原为低价状态，再使低价状态的钼与硫氰酸盐作用，形成棕红色的络合物，借此进行钼的比色测定。

试剂

- (1) 氢氧化钠：二级品，粒状。
- (2) 过氧化钠：二级品。
- (3) 硫酸：一级品，1:9。
- (4) 过氧化氢：二级品，30%。
- (5) 硫酸铜：2%水溶液，加几滴硫酸酸化。
- (6) 硫脲：二级品，10%水溶液。
- (7) 硫氰酸钾：二级品，25%水溶液。
- (8) 酚酞：1%酒精溶液。
- (9) 钼标准溶液：将 0.1840 克钼酸铵 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中，用硫酸(1:1)酸化，并过量 90 毫升，用水准确稀释至 1 升，1 毫升相当于 0.1 毫克钼。

分析步骤

称取 0.5 克试样放在镍坩埚中，加 1 克过氧化钠，用玻璃棒搅拌均匀，加入 3 克粒状氢氧化钠。加热熔融至试样完全分解，再继续熔融 3—5 分钟。冷却后，在 250 毫升烧杯中用水浸取，用热水洗涤坩埚。如溶液呈红色或绿色，则加少量过氧化钠，或数滴过氧化氢溶液，将高价锰还原为 $\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 沉淀下来。加热煮沸数分钟，破坏过氧化氢，冷却后将溶液和沉淀移入 100 毫升容量瓶中，用水稀释至标线，充分摇匀。用干滤纸干漏斗过滤于干烧杯中¹⁾，取 1—5 毫升滤液放入 25 毫升比色管中，加入 1 滴酚酞指示剂，用 5% (体积) 硫酸中和至红色褪去，用水稀释至 10 毫升。加 4 毫升硫酸(1:1)，摇匀，加 1 毫升 2% 硫酸铜溶液²⁾。摇匀后，再加 5 毫升 10% 硫脲溶液，摇匀，放置 10—15 分钟后，再加 1 毫升 25% 硫氰

1) 钼、钨、钒、铌、磷可分别在此滤液中取出部分溶液进行测定。

2) 若溶液中含钨量高，可在加硫酸铜前加入几滴酒石酸溶液。