

常见元素化学分析方法

黄运显 孙维贞 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书作者根据自己多年来从事元素分析的实践经验,并借鉴了他人的一些成就,精心编写了本书。书中共包括 58 种常见元素的分析方法,每种元素又包括多种不同领域运用的分析方法,共计 250 余种,涉及钢铁、水质、土壤、食品、矿物质等样品分析。本书实用性强,信息量大,许多是作者自己的第一手资料。

本书可供机械制造、钢铁、矿石、环保、化工等领域的化验员及化学分析工作者参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

常见元素化学分析方法/黄运显,孙维贞编. —北京:
化学工业出版社, 2007.9
ISBN 978-7-122-01069-8

I. 常… II. ①黄…②孙… III. 化学元素-分析方法
IV. O653

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 139035 号

责任编辑:李晓红 任惠敏

文字编辑:刘志茹

责任校对:王素芹

装帧设计:张 辉

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装:北京市兴顺印刷厂
850mm×1168mm 1/32 印张 13 $\frac{1}{2}$ 字数 359 千字
2008 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 36.00 元

版权所有 违者必究

前 言

随着我国现代化建设事业的发展，检验分析战线上增加了一批新生力量。随着科研和生产技术水平的不断提高，他们需要具备一定的化学分析知识和技能。

为满足广大分析人员的需要，编者根据自己多年来的实践经验并参考有关资料，归纳整理出共计 58 种元素约 250 种化学分析测定方法，可供机械制造、钢铁、矿山、环保、化工等领域的化验员及化学分析工作者参考。

由于编者水平有限，本书难免存在不足之处，敬请读者批评指正。

黄运显 孙维贞

2007 年 7 月

目 录

1 金 (Au)	1
1-1 甲酸还原磷钼酸分光光度法测定矿石中的金	1
1-2 硫代米蚩酮分光光度法测定硅酸岩中的痕量金	3
1-3 原子吸收分光光度法测定矿石中的微量金	4
1-4 酚藏花红分光光度法测定铜合金中的金	6
1-5 二正辛基亚砷萃取-原子吸收分光光度法测定矿石中的微量金	8
2 银 (Ag)	10
2-1 高锰酸分光光度法测定铁中的痕量银	10
2-2 曙红-银-邻菲咯啉分光光度法测定镁合金中的银	12
2-3 EDTA 络合滴定法测定银合金中的银	13
2-4 原子吸收分光光度法测定铁矿中的银	15
2-5 硫氰化物容量法测定银合金中的银	16
2-6 镉试剂 A-吐温 80 分光光度法测定照相定影液废水中的银	17
3 铝 (Al)	19
3-1 偶氮氯膦 I 分光光度法测定金属铜中的铝	19
3-2 铬偶氮酚 KS 分光光度法测定铁锰矿石中的铝	20
3-3 EDTA 络合滴定法测定钛中的铝	22
3-4 铬天青 S 分光光度法测定铁合金中的铝	24
3-5 原子吸收分光光度法测定金属材料中的铝	26
3-6 CAS-TPB 分光光度法测定金属镍中的微量铝	27
4 砷 (As)	29
4-1 砷化物分光光度法测定高纯金属中的微量砷	29

4-2	砷钼酸-结晶紫分光光度法测定岩石矿物中的砷	31
4-3	孔雀绿分光光度法测定矿石中的微量砷	33
4-4	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定水中的微量砷	35
4-5	碘量法测定合金中的砷	37
4-6	钼蓝分光光度法测定合金中的砷	39
5	硼 (B)	42
5-1	亚甲基蓝-1,2-二氯乙烷萃取分光光度法测定合金中的微量硼	42
5-2	酸碱滴定容量法测定硼合金中的硼	43
6	铍 (Be)	45
6-1	容量法测定合金中的铍	45
6-2	铬天青 S 分光光度法测定合金中的微量铍	47
6-3	甲基百里酚蓝分光光度法测定铍青铜中的铍	49
6-4	铍试剂Ⅲ分光光度法测定合金中的微量铍	50
6-5	偶氮氯膦 I 分光光度法测定矿石中的微量铍	51
7	铋 (Bi)	54
7-1	5-Br-PADAP 分光光度法测定铅中的铋	54
7-2	二硫代二安替比林甲烷分光光度法测定矿石中的铋	55
7-3	碘化钾分光光度法测定纯金属中的铋	57
7-4	硫脲比色法测定铅合金中的铋	59
7-5	双硫脲-苯萃取分光光度法测定高温合金钢中的铋	61
8	钡 (Ba)	63
8-1	EDTA 络合滴定法测定铈矿石中的钡	63
8-2	二甲基偶氮磺Ⅲ分光光度法测定碱土金属中的微量钡	64
8-3	重量法测定矿石中的钡	65
9	碳 (C)	67
9-1	库仑法测定金属中的碳	67
9-2	气体容量法测定金属中的碳	69

9-3	非水滴定法测定钢铁中的碳	72
10	钙 (Ca)	78
10-1	EDTA 络合滴定法测定铈中的钙	78
10-2	偶氮氯膦 mA 分光光度法测定水中的钙	80
10-3	GBHA 分光光度法测定铬钢中的微量钙	81
10-4	间磺酸基偶氮安替比林分光光度法测定镍钨合金中的钙	83
10-5	原子吸收分光光度法测定卤水中的钙	84
10-6	原子吸收分光光度法测定硅胶中的钙	84
11	铜 (Cu)	86
11-1	EDTA 络合滴定法测定铜合金中的铜	86
11-2	双环己酮草酰二脲分光光度法测定合金钢中的铜	87
11-3	原子吸收分光光度法测定碱金属样品中的铜	89
11-4	原子吸收分光光度法测定钢铁中的铜	90
11-5	铜试剂-乙醚萃取分光光度法测定合金钢中的铜	91
11-6	苯胼羰基偶氮苯分光光度法测定金属钨中的铜	92
11-7	荧光桃红分光光度法测定铅铋合金中的微量铜	93
11-8	原子吸收分光光度法测定硅胶中的铜	95
11-9	5-Br-DMPAP 分光光度法测定纯铝中的铜	95
12	钴 (Co)	98
12-1	3,5-2Cl-PADAT 分光光度法测定矿石中的微量钴	98
12-2	铁氰化钾电位滴定法测定合金钢中的钴	99
12-3	原子吸收分光光度法测定钢铁中的钴	101
12-4	钴试剂分光光度法测定金属中的微量钴	102
12-5	亚硝基 R 盐分光光度法测定合金钢中的钴	103
12-6	5-Cl-PADAP 分光光度法测定钢铁中的微量钴	104
13	铬 (Cr)	106
13-1	二苯碳酰二肼分光光度法测定水中的铬	106
13-2	原子吸收分光光度法测定碱金属中的铬	107

13-3	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定矿石中的铬	108
13-4	硫酸亚铁容量法测定合金钢中的铬	109
13-5	二苯氨基脲分光光度法测定合金钢中的铬	111
14	镉 (Cd)	113
14-1	达旦黄分光光度法测定矿石中的镉	113
14-2	β -萘啉重量法测定锌精矿中的镉	114
14-3	阳极溶出伏安法测定铝中的微量铅镉	116
14-4	溶剂萃取-方波极谱法测定金属锆中的痕量镉	117
14-5	原子吸收分光光度法测定钢铁中的镉	119
14-6	离子交换-方波极谱法测定锆中的镉	120
14-7	四(对-三甲氨基苯基)吡啶分光光度法测定水中的镉	121
15	铈 (Ce)	123
15-1	邻联甲苯胺分光光度法测定合金中的铈	123
15-2	PMBP 萃取-偶氮胂Ⅲ分光光度法测定钛合金中的铈	125
16	稀土总量	127
16-1	DTPA 络合滴定法测铝合金中的稀土总量	127
16-2	偶氮氯膦 mN 分光光度法测矿石中的稀土总量	128
16-3	对乙酰基偶氮胂Ⅲ分光光度法测定钢铁中的稀土总量	129
16-4	二甲酚橙分光光度法测定钢铁中的稀土总量	131
16-5	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定铝镁合金中的稀土总量	133
17	氯 (Cl)	135
17-1	二苯卡巴腴分光光度法测定金属锂中的微量氯	135
17-2	硫氰酸汞间接分光光度法测定稀土氧化物中的氯	136
17-3	镀铜溶液中分光光度法测定氯离子	137
17-4	硝酸汞容量法测定钛合金中的氯	138
17-5	氯化银浊度法测定镁中的氯	139
17-6	氯离子选择电极法测定金属钛中的氯	140

18 铁 (Fe)	142
18-1 邻菲咯啉分光光度法测定镍铬合金中的铁	142
18-2 重铬酸钾容量法测定钛合金中的铁	143
18-3 磺基水杨酸分光光度法测定金属中的铁	146
18-4 原子吸收分光光度法测定碱金属中的铁	147
18-5 原子吸收分光光度法测定金属铬中的铁	148
18-6 原子吸收分光光度法测定硅胶中的铁	149
18-7 苯胺蓝催化分光光度法测定氧化钨中的铁	149
18-8 5-Br-PADAP 分光光度法测定镁及铝合金中的微量铁	151
18-9 邻菲咯啉-硫氰酸盐萃取分光光度法测定稀土中的微量铁	152
19 氟 (F)	154
19-1 二甲酚橙分光光度法测定铌、钽矿石中的氟	154
19-2 氟试剂分光光度法测定水中的微量氟	155
19-3 离子选择电极法测定水中的微量氟	156
20 锆 (Ge)	159
20-1 萃取分离-苯芴酮分光光度法测定煤中的锆	159
21 镓 (Ga)	161
21-1 EDTA 络合滴定法测定金镓合金中的镓	161
21-2 对二甲氨基苯芴酮-极谱法测定金属材料中的镓	163
21-3 苯芴酮分光光度法测定铝矿石中的镓	164
21-4 1,2,5,8-四羟基蒽醌分光光度法测定钛合金中的镓	166
21-5 罗丹明 B-苯-乙醚萃取分光光度法测定煤中镓	168
22 汞 (Hg)	170
22-1 酚藏花红分光光度法测定岩石矿物中的微量汞	170
22-2 5-Br-PADAP 分光光度法测定矿石中的汞	171
22-3 乙基紫萃取分光光度法测定矿石中的微量汞	172
22-4 丁基罗丹明 B 分光光度法测定纯硒中的微量汞	174
22-5 双硫脲分光光度法测定合金中的微量汞	175

22-6	冷原子吸收分光光度法测定合金中的汞	178
23	铱 (Ir)	181
23-1	高碘酸钾催化分光光度法测定矿石中的微量铱	181
24	铟 (In)	183
24-1	乙基紫分光光度法测定金属铟中的微量铟	183
24-2	极谱法测定矿石中的微量铟	184
24-3	分光光度法测定纯锡中的微量铟	185
25	钾 (K)、钠 (Na)	187
25-1	B15C5-HD 分光光度法测定水中的微量钾	187
25-2	原子吸收分光光度法测定硅胶中的钾、钠	188
25-3	离子选择电极法测定保护渣中的钾、钠	189
25-4	增量法原子吸收分光光度法测定氢氧化锂中的微量钾、钠	190
25-5	原子吸收分光光度法测定纯砷中的微量钾、钠	192
26	锂 (Li)	194
26-1	重量法测定锂矿石中的氧化锂	194
26-2	原子吸收分光光度法测定金属铍中的微量锂	195
27	镁 (Mg)	197
27-1	兴多偶氮氯膦 I 分光光度法测定铝合金中的微量镁	197
27-2	原子吸收分光光度法测定硅胶中的镁	198
27-3	原子吸收分光光度法测定纯金属镍中的镁	199
27-4	铬变酸 2R 分光光度法测定铝及铝合金中痕量镁	200
27-5	原子吸收分光光度法测定碱金属中的镁	201
28	锰 (Mn)	203
28-1	氧化锌分离-过硫酸铵容量法测定合金中的锰	203
28-2	原子吸收分光光度法测定碱金属中的锰	204
28-3	过碘酸盐分光光度法测定合金中的锰	205

28-4	<i>meso</i> -四(对磺基苯)卟啉分光光度法测定矿石中的微量锰	206
28-5	5-Br-PADAP 分光光度法测定铝合金中的微量锰	208
29	钼 (Mo)	210
29-1	乙基黄原酸钾-硫氰酸盐分光光度法测定 YAG : Nd 中的钼	210
29-2	α -安息香肟重量法测定钼合金中的钼	211
29-3	原子吸收分光光度法测定铜合金中的钼	213
29-4	邻硝基苯基荧光酮分光光度法测定合金钢中的微量钼	214
29-5	苯茚酮分光光度法测定矿石中的钼	215
30	氮 (N)	217
30-1	酸碱容量法测定合金钢中的氮	217
30-2	纳氏试剂分光光度法测定合金钢中的微量氮	220
30-3	苯酚-次氯酸盐分光光度法测定水中的氨氮	222
31	镍 (Ni)	224
31-1	丁二酮肟-EDTA 络合滴定法测定镍合金中的镍	224
31-2	丁二酮肟分光光度法测定合金中的镍	226
31-3	碱金属中镍的原子吸收分光光度法测定	227
31-4	PAN 分光光度法测定矿石中的微量镍	228
31-5	铬天青 S 分光光度法测定金属镁中的微量镍	230
31-6	α -呋喃二肟分光光度法测定金属铜中的微量镍	231
32	铌 (Nb)	233
32-1	四苯砷氯盐酸盐重量法测定铌合金中的铌	233
32-2	氯代磺酞 C 分光光度法测定合金钢中的铌	234
32-3	PAR 分光光度法测定合金钢中的铌	235
32-4	氨三乙酸络合滴定法测定铌钨钼合金中的铌	237
32-5	极谱催化波法测定低合金钢中的微量铌	239
33	钕 (Nd)	241
33-1	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定钙盐中的微量钕	241

33-2	原子吸收分光光度法测定土壤中的微量钼	242
34	磷 (P)	244
34-1	磷钼钒蓝与结晶紫分光光度法测定钢中的磷	244
34-2	罗丹明 B 分光光度法测定纯铜中的微量磷	245
34-3	正丁醇-三氯甲烷萃取钼蓝分光光度法测定合金中的磷	246
34-4	金属铀中微量磷的分光光度法测定	248
35	铅 (Pb)	251
35-1	铬酸铅容量法测定铜合金中的铅	251
35-2	溴邻苯三酚红分光光度法测定铜合金中的铅	252
35-3	原子吸收分光光度法测定钢铁中的铅	254
35-4	EDTA 容量法测定合金中的铅	255
35-5	孔雀绿分光光度法测定金属镍中的铅	258
35-6	原子吸收分光光度法测定碱性紫 5BN 中的铅	259
36	钯 (Pd)	261
36-1	EDTA 络合滴定法测定钯合金中的钯	261
36-2	丁二酮肟重量法测定钯铑钯合金中的钯	262
36-3	5-Cl-PADAB 分光光度法测定钯催化剂中的钯	264
36-4	3,5-2Br-PADAT-C ₂ H ₅ OH 分光光度法测定矿石中的钯	265
36-5	PAR-乙酸乙酯萃取分光光度法测定钛中的钯	267
37	铂 (Pt)	269
37-1	DDO 分光光度法测定矿石中的微量铂	269
38	铷 (Rb)、铯 (Cs)	271
38-1	原子吸收分光光度法测定氯锡酸铷/铯中的铷、铯	271
39	铼 (Re)	273
39-1	丁二酮肟分光光度法测定铼合金中的铼	273
39-2	示波极谱法测定矿石中的微量铼	274

39-3	分光光度法测定金属铀中的微量铍	275
40	铑 (Rh)	277
40-1	重量法测定铂铑合金中的铑	277
40-2	催化极谱法测定贵金属冶金原料中的铑	278
40-3	2-巯基苯并噻唑分光光度法测定贵金属物料中的微量铑	279
40-4	二氯化锡分光光度法测定铑	280
41	钌 (Ru)	283
41-1	硫脲分光光度法测定钨合金中的钌	283
42	硫 (S)	285
42-1	亚甲基蓝分光光度法测定金属中的微量硫	285
42-2	硫酸钡比浊法测定锂化合物中的硫	287
42-3	铬(VI)与二苯偕肼分光光度法测定纯钢中的微量硫	288
42-4	硫酸钡重量法测定金属中的硫	290
42-5	燃烧-碘量法测定合金钢中的硫	292
43	硅 (Si)	295
43-1	催化极谱法测定纯钢中的痕量硅	295
43-2	氟电极法测定硅铁试样中的硅	297
43-3	重量法测定合金钢中的硅	298
43-4	硅钼蓝-丁基罗丹明 B 分光光度法测定合金钢中的微量硅	300
43-5	钼蓝分光光度法测定纯镍中的硅	301
44	硒 (Se)	303
44-1	邻菲咯啉铁分光光度法测定土壤中的硒	303
44-2	催化褪色分光光度法测定人发中的微量硒	305
44-3	2,3-二氨基萘分光光度法测定金属碲中的微量硒	307
44-4	分光光度法测定矿石中的微量硒	308
44-5	荧光法测定水中的微量硒	309
44-6	3,3'-二氨基联苯胺分光光度法测定合金中的硒	311
44-7	钼酸铵分光光度法测定水中的微量硒	313

45	锡 (Sn)	315
45-1	重量法测定铜合金中的锡	315
45-2	槲皮素分光光度法测定铜合金中的锡	315
45-3	茜素紫萃取-分光光度法测定铝合金中的微量锡	317
45-4	苯茚酮-聚乙二醇辛基苯醚分光光度法测定锑中的微量锡	319
45-5	邻苯二酚紫分光光度法测定合金中的锡	320
45-6	碘量法测定锡合金中的锡	322
46	锑 (Sb)	324
46-1	结晶紫-甲苯萃取分光光度法测定合金钢中的锑	324
46-2	重铬酸钾容量法测定锡铅合金中的锑	326
46-3	碘化钾法测定氧化锌中的锑	327
46-4	孔雀绿分光光度法测定砷中的痕量锑	329
46-5	原子吸收分光光度法测定锡合金中的锑	330
46-6	高锰酸钾容量法测锡合金中的锑	331
46-7	罗丹明 B 分光光度法测定钢铁中的微量锑	332
47	锶 (Sr)	334
47-1	原子吸收分光光度法测定卤水中的锶 (一)	334
47-2	原子吸收分光光度法测定卤水中的锶 (二)	335
48	钪 (Sc)	336
48-1	苦杏仁酸重量法测定钪	336
48-2	铬天青 S-CTMAB 分光光度法测定生产工艺过程中的钪	337
49	碲 (Te)	340
49-1	重铬酸钾容量法测定铜合金中的碲	340
49-2	电位溶出法测定烟尘中的微量碲	342
50	钛 (Ti)	344
50-1	硫酸高铁铵容量法测定合金钢中的钛	344
50-2	二安替比林甲烷分光光度法测定合金钢中的钛	345
50-3	百里酚酞分光光度法测定钢铁中的钛	347

50-4	苯芴酮-溴代十六烷基吡啶分光光度法测定钢铁中的微量钛	348
50-5	PMBP 萃取分光光度法测定不锈钢中的微量钛	350
51	钍 (Th)	352
51-1	半二甲酚橙分光光度法测定矿石中的钍	352
51-2	偶氮胂 M 分光光度法测定矿石中的钍	353
52	钽 (Ta)	355
52-1	PAR 分光光度法测定矿石中的微量钽	355
52-2	亮绿分光光度法测定镍铁合金中的微量钽	356
52-3	结晶紫-苯萃取分光光度法测定合金钢中的钽	357
52-4	孔雀绿-苯萃取分光光度法测定合金钢中的钽	359
53	铀 (U)	361
53-1	钒酸铵容量法测定矿石中的铀	361
53-2	铬天青 S 分光光度法测定食品中的微量铀	362
53-3	5-Br-PADAP 分光光度法测定矿石中的微量铀	363
53-4	分光光度法及容量法测定矿石中的铀	365
54	钒 (V)	370
54-1	羊毛铬菁 R 分光光度法测定矿石中的钒	370
54-2	锌试剂分光光度法测定矿石中的钒	371
54-3	原子吸收分光光度法测定钢铁中的钒	372
54-4	喹啉分光光度法测定水中的钒	373
54-5	硫酸亚铁容量法测定合金中的钒	374
54-6	钼试剂萃取分光光度法测定高温合金中的钒	376
55	钨 (W)	378
55-1	辛可宁-乙萘啉重量法测定合金钢中的钨	378
55-2	硫氰酸盐分光光度法测定合金钢中的钨	381
55-3	水杨基荧光酮分光光度法测定合金钢中的钨	382
55-4	对苯二酚分光光度法测定合金钢中的钨	384

55-5	氯化四苯肿盐-三氯甲烷萃取分光光度法测定合金钢中的钨	385
56	钇 (Y)	388
56-1	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定钛合金中的微量钇	388
56-2	原子吸收分光光度法测定镍合金中的钇	390
56-3	对硝基偶氮氯膦分光光度法测定镍合金中的钇	391
56-4	铬天青 S 分光光度法测定镍合金中的微量钇	392
57	锆 (Zr)	394
57-1	EDTA 络合滴定法测定钛合金中的锆	394
57-2	钼试剂苯萃取-偶氮胂Ⅲ分光光度法测定合金中的锆	395
57-3	邻苯二酚紫分光光度法测定合金钢中的锆	397
57-4	N-苯甲酰苯胺萃取分光光度法测定硝酸钍中的锆	399
58	锌 (Zn)	401
58-1	三正辛胺萃取-EDTA 络合滴定容量法测定铝合金中的锌	401
58-2	二苯基硫卡巴腓比色法测定铜合金中的微量锌	403
58-3	阳极溶出伏安法测定金属铝中的微量铜锌	405
58-4	锌试剂分光光度法测定铜合金中的锌	407
58-5	三正辛胺萃取二甲酚橙分光光度法测定镁合金中的锌	408
58-6	PAN 分光光度法测定矿石中的微量锌	410
58-7	原子吸收分光光度法测定金属钛中的锌	412
	参考文献	413

1 金 (Au)

1-1 甲酸还原磷钼酸分光光度法测定矿石中的金

【方法要点】

矿石样品加盐酸、硝酸溶解，用磷酸三丁酯在盐酸介质中，以聚四氟乙烯作载体色谱法分离、富集微量金；然后加磷钼酸、甲酸-甲酸钠、硫酸汞显色。在分光光度计上于波长 700nm 处用 1cm 比色皿，以试剂空白为参比液，测定吸光度。

【试剂与仪器】

(1) 磷钼酸：称取 3.72g 溶于 100mL 水中。

(2) 甲酸-甲酸钠缓冲液 (pH=3.2)：100mL 5mol/L 甲酸钠溶液中加入 35mL 甲酸，用 pH 计校正 pH 值。

(3) 0.05% 硫酸汞溶液：取 50mg 硫酸汞加入 4~5 滴硫酸，溶于 100mL 水中。

(4) 金标准溶液：准确称取金 10mg，加入 3 滴 20% 氯化钠溶液，于 10mL 王水中溶解，水浴上蒸干，并以 2mL 盐酸蒸发至干 (重复三次)，加 100mL 盐酸溶解残渣，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，金含量为 10 μ g/mL。

取一定量上述溶液，以水稀释，配成 0.02 μ g/mL 金标准溶液。

(5) 磷酸三丁酯。

(6) 上柱液：15% 盐酸-5% 硝酸溶液。

(7) 洗涤液：6.5% 硝酸-0.5% 盐酸溶液及 0.85% 盐酸溶液。

(8) 淋洗液：0.4% 的亚硫酸钠溶液。

(9) 色谱柱的制备：与硫代米蚰酮分光光度法测定痕量金法相同。

(10) 分光光度计。

【分析步骤】

称取矿样 1.0000g, 置于 100mL 烧杯中, 加入 20mL 盐酸, 加热 15min, 加 5mL 硝酸, 盖上表面皿, 加热至约 10mL, 取下冷却。洗入 100mL 容量瓶中, 用 50mL 15% 盐酸-5% 硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀。澄清后, 吸取 30mL 上清液放于色谱柱漏斗中, 流速为 1~2mL/min, 流完后, 用上柱液洗 3 次漏斗, 用 10mL 6.5% 硝酸-0.5% 盐酸溶液和 10mL 0.85% 盐酸溶液各洗 1 次, 流完后加 10mL 0.4% 亚硫酸钠溶液, 淋洗液用 100mL 烧杯承接 (烧杯用 4mL 硝酸煮沸过), 流完后再用水洗 1 次漏斗。然后将含金的淋洗液蒸发至 2~3mL, 加王水, 每次 5mL 重复两次, 蒸发至近干, 再以盐酸每次 4mL, 蒸干两次, 用 0.1mol/L 盐酸溶解残渣, 洗入 10mL 容量瓶中, 用 0.1mol/L 盐酸稀释至刻度, 摇匀。吸取部分溶液放入 10mL 比色管中, 依次加水约 3mL、磷钼酸溶液 1.5mL、甲酸-甲酸钠缓冲液 1.5mL、硫酸汞溶液 0.3mL, 然后用水稀释至刻度, 摇匀, 置于沸水中, 煮沸 4~7min, 取出比色管, 流水冷却。用分光光度计于在波长 700nm 处, 用 1cm 比色皿, 试剂空白为参比液, 测定吸光度。

【工作曲线的绘制】

准确吸取金标准溶液 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 放于 10mL 比色管中, 加入磷钼酸溶液 1.5mL、甲酸-甲酸钠缓冲液 1.5mL、硫酸汞溶液 0.3mL, 摇匀, 用水稀释至刻度, 按分析步骤进行, 测定吸光度, 绘制标准曲线。

【注意事项】

(1) 本法以色谱法分离干扰富集金, 方法简便, 能测出的金含量范围为 0.001~0.01 μ g/mL。

(2) 吸光度随温度的升高和加热时间的延长而增加, 所以要严格控制。同时在不同 pH 值条件下生成的钼蓝颜色对吸光度有影响, 控制 pH 值在 3.2 左右。硫酸汞量增加, 吸光度也增加, 要控制一定的量。