

# 中国化学化工文摘

1  
—  
1960

中國科學技術情報研究所

## 寫 在 前 面

在党的社会主义建設總路綫的光輝照耀下，我國工農業各方面出現了全面大躍進的形勢。化學方面也不例外，不斷傳來了新的科學研究與技術革新成果。為了配合化學方面的更大躍進、加強國內科學技術成果的交流與積累我國化學資料，我所決定從1960年起編輯出版“中國化學化工文摘”，訂為季刊發行。

創刊号在1960年1月出版，刊登1959年第一、二季度內出版的國內化學方面期刊的文摘。1959年下半年及以後出版的期刊文摘，將在第二期及以後各期上陸續刊載。

刊登的文摘以題錄、簡介與文摘等3種形式報導。分類基本上按照蘇聯化學文摘的分類法；本期分為10大類，在第7類化學工業下，另分為21小類。

本刊未附有已使用的期刊目錄。未列入的期刊將陸續增入。

由於我們缺乏這方面工作經驗，錯誤和缺點一定不少，希望讀者提出批評指正。函寄北京朝內大街117號中國科學技術情報研究所第二室。

## 目 錄

寫在前面

1. 一般問題	(1)
2. 物理化学	(2)
3. 无机化学	(4)
4. 有机化学	(5)
5. 高分子化学	(8)
6. 分析化学	(11)
一般問題	(11)
无机分析	(12)
有机分析	(18)
7. 化学工藝（化学產品及其应用）	(21)
一般問題	(21)
制酸工業	(21)
制碱工業	(23)
无机鹽(无机制备工業)	(25)
肥料	(31)
电化工業	(32)
陶磁, (耐火材料)	(33)
玻璃, 玻璃鋼	(40)
水的淨化、废水	(42)
有机合成工業	(43)
煤炭、石油、天然气	(54)
印染(染料、中間体)	(55)
炸药	(57)
药物 (農業殺虫剂)	(57)
橡膠、樹脂、塑料	(62)
木材化学制品, 造紙工業	(67)
天然及合成纖維	(69)
油漆、塗料	(69)
油脂、腊、肥皂、洗滌剂	(69)
制革工業 (鞣剂)	(71)
食品工業	(72)
8. 腐蝕及防蝕	(77)
9. 化工厂过程及裝備 (單元操作仪器設備等)	(78)
19. 安全及衛生	(80)
使用期刊目錄	(81)

## 一般問題

- 1 有关和平利用原子能的若干問題  
——李覲華，化学过报，1959，№ 1， 38—41；№ 2， 42—45
- 2 全國第五次油脂工業會議總結——  
王一之（輕工業部部長助理），江  
西輕工業，1959，№ 1， 6  
  
为总结和交流經驗的會議，并概括會議  
的精神与各地的情况制訂了1959年油脂工業  
生產躍進规划和具体措施。
- 3 全苏第八届門捷列夫化学大会——  
程繼健摘譯，矽酸鹽，1959，3，  
№ 2， 92—93
- 4 全苏第八届門捷列夫化学大会介紹  
——化学通报，1959，№ 5， 46—  
48
- 5 苏联第十二次光譜学会議——俞汝  
勤（列宁格勒大学化学系），化学通  
报，1959，№ 6， 9—11
- 6 奥地利-奧尔·維尔斯巴赫-化  
学會議概况——陈雪燕，譚民裕，化  
学通报，1959，№ 1， 47—49
- 7 一个新兴的化学科学分枝-力学化  
学簡單介紹——張隱西，化学通报  
1959，№ 5， 7—9  
  
力学化学的研究对象是力学和化学緊密  
联系的过程，即机械能变为化学能的現象。  
文中闡述了力学化学在高分子化学中的实际  
意义和运用
- 8 在三門科学的交接点上——D.A.  
列宾捷尔，化学通报，1959，№ 6，  
14—15  
  
介绍一門新的关于將來材料的科学——  
物理化学力学研究的对象和內容。
- 9 化学工業部1958年科学技術工作的  
成就和存在的問題以及1959年科学

- 10 技技工作的主要任务——李苏，化  
学工業，1959，№ 4， 9—14
- 11 化学工業的目前情况以及科学研  
究工作中的几个問題——梁膺庸，化  
学工業，1959，№ 4， 3—6  
  
讓化学工業在1959年來一个更大的  
躍進——李超伯，化学工業，1959，  
№ 4， 17—19
- 12 科学研究工作如何为生产服务——  
候德榜，化学工業，1959，№ 4，  
6—8 ~
- 13 1958年化学工業中技术革命的成就  
及1959年技术革命的几个課題——  
方度，化学工業，1959，№ 5， 10  
—14
- 14 半導体化学的一些問題——H.P.  
魯日娜娃，H.A.高留諾娃，科学  
通报，1959，№ 6， 161—163  
  
革命根据地里化学工業的一角——  
， 1959，№ 6，
- 15 地極端艰苦的  
的情况，并提出党的  
領導和正確的方針政策以及工作、大生  
产和学习三結合的情况。
- 16 怎样建立一个放射性同位素實驗室  
——曾广植（中國科学院有机化  
学研究所），化学通报，1959，  
№ 6， 1—5
- 17 組織高中化学总复习工作的初步經  
驗——汪爵伯，化学通报，1959，  
№ 5， 41—45
- 18 評“希有金屬”中譯本——沈含熙  
(莫斯科大学化学系)，化学通报，  
1959，№ 6， 12—24

# 物理化学

**18 苏联富集稳定性同位素的若干方法**  
——張士澤，化学通报，1959，  
No.3，20—22

到目前为止，苏联生产了放射性同位素160多种，而稳定性同位素的生产有170多种。本文就苏联富集稳定性同位素的若干方法作一概要介绍。（一）分馏法：其原理基于同位素化合物揮發度的不同，和利用單元操作的多次重复的原理而進行分离和富集所需要的同位素。（二）擴散法：有热擴散和气体擴散法。主要都是基于同位素質量的不同導致它們擴散速度不同而進行分离的。热擴散法可以分离氖、氩、碳等同位素。气体擴散法适用于大規模生產同位素。（三）同位素化学交換法：主要是利用同位素的質量不同所引起的原子（或分子）的相互作用力不同，分子間元素的同位素發生位置的交換而進行分离的。（四）电解法：其原理仍是基于同位素質量的不同，導致原子（或分子）的相互作用力不同，从而引起电解速度不同被分离。此法优点是分离系数大。（五）电磁法：利用質譜計的原理。在离分源中制出某种元素的离子，經聚焦，并使其在縱向的电場中加速，在横向磁場中根据質量的不同，依m/e的比值不同而被分成几类，由接收器接收。此法广泛应用于分离各种元素的同位素，特别是对难熔金属元素的同位素分离，对稀土元素及铂钯族元素的同位素分离，意义極大。苏联应用此法已分离出了50种元素的222种同位素。

**20 碳-14 标記化合物的基礎合成**  
——林振权，王作新，王笠，化学通报，1959，No.3，16—20

向有机化合物分子中引入示踪原子C<sup>14</sup>有化学合成法、交換法及生物合成法三种。用

化学合成法，标记的位置和產品放射性比度的强弱都可以根据工作的需要而决定。这是制备C<sup>14</sup>标记的有机化合物較好的方法。从含有C<sup>14</sup>的碳酸鋇合成有机化合物有三种基础反应：(1)通过Grignard試剂加CO<sub>2</sub>的反应；(2)有机分子与CN的加成或取代反应；(3)使BaCO<sub>3</sub>变为BaC<sub>2</sub>，然后通过CH<sub>≡</sub>CH合成各种有机物，如C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>，CH<sub>2</sub><sub>≡</sub>CHCl等等。作者通过上述三条路綫進行了乙烯、丙烯以及氯化鈉的合成。<一> C<sup>14</sup>标记乙烯的合成：以放射性碳酸鋇和非放射性碳酸鋇混合与金屬镁粉以2:5的比例压成薄片狀，在坩埚中和H<sub>2</sub>气流的存在下在840—805°C下加热40—50分鐘，冷却密封备用。所制成的BaC<sub>2</sub>按图1的裝置合成乙炔，另用CrCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O通氯气还原所制成之CrCl<sub>2</sub>为催化劑，進行乙炔的加氯即得乙烯。<二> C<sup>14</sup>标记丙酸的合成：以BaCO<sub>3</sub>制取CO<sub>2</sub>，然后与Grignard試剂加成。水解乙醚提取后即得丙酸。<三> 氯化鈉的制备：作者选择Jeanes的方法。附参考文献9篇。

**21 酯化反应的氢离子催化机构 Ⅳ.癸二酸与正辛醇以及癸二酸与異辛醇的酯化反应动力学的研究**——唐教慶、岳國粹、鄭仁坤、金榮達（中國科学院应用化学研究所），科学記錄，1959，3，No.1，7—11

研究了等当量比的癸二酸与正辛醇，以及癸二酸与異辛醇在不同温度和有或无外酸作催化剂的条件下的酯化反应力学，指出了制备癸二酸正辛酯和癸二酸異辛酯收率最高的最適条件的途径。并進一步考慮了前所建議的酯化反应的氢离子催化机构。实验結果在相同温度下癸二酸与正辛醇的酯化反

应速度常数比癸二酸与异辛醇的大5倍左右，从分子结构的观点解释了这一现象。癸二酸与正辛醇以及癸二酸与异辛醇的活化能分别为每克当量14千卡和16千卡。制备癸二酸正辛酯收率最高的最适条件的途径有二：一是不加外酸作催化剂，只要提高反应温度，加长反应时间，可得反应程度在90%以上的癸二酸正辛酯；另一是略加一点外酸作催化剂，即可得反应程度在95%以上癸二酸正辛酯。仅有加入适当多的外酸作催化剂，提高反应温度，才能制得反应程度为90%以上的癸二酸异辛酯。

**22 四元系統  $\text{LiCl}-\text{NaCl}-\text{KCl}-\text{H}_2\text{O}$**

的相图和应用——高志、孙世荣、康忠鎔、何玉君（四川大学化学系）、尤联云、蔡淑芳、陈蜀蘭（自貢化工局），四川大学学报（自然科学），1959，№2，73—77

**23 四元系統  $\text{BaCl}_2-\text{CaCl}_2-\text{NaCl}-\text{H}_2\text{O}$  的相图和应用——高志、孙世荣、鄒永康、王治倫、王樹梅（四川大学化学系）、尤联云、蔡淑芳、陈蜀蘭（自貢化工局），四川大学学报（自然科学），1959，№2，67—71**

实验目的是为了解决自滷水中提取 $\text{SrCl}_2$ 的最经济方法。实验测得此四元系統在60°和100°C时的平衡数据。并也作出60°和100°C的合併相图。

**24 含稀土元素氧化物的相图——H.**

A. 托洛波夫, I. A. 朋达丽, 硅酸鹽, 1959, 3, №1, 14—22

对稀土元素氧化物和其他化合物的研究概况作了总结性叙述。由于稀土元素氧化物——氧化硅系未进行系统性研究，因此得出开展这个工作重要性的结论。实验部分对象是 $\text{La}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系統。作者确定了这个系统的相图，同时证实存在一个化合物——正硅酸镧，并对它的合成结构和物理化学性质进

行了研究。相图中存在分熔段及二个最低共熔物。附参考文献26篇。

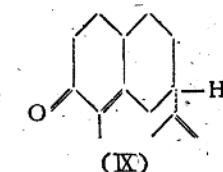
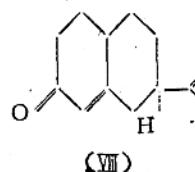
**25 无载体 $\text{Sb}^{125}$ 和 $\text{In}^{113m}$ 的制备——**

雷巴科夫、斯特龍斯基, 原子能, 1959, 4, №6, 616—617

拟定了从放射性 Sn 同位素中分离指示剂量的锑和铟的离子交换法，此法能制备无载体的 $\text{Sb}^{125}$ 和 $\text{In}^{113m}$ 。使用色层分离柱能够多次提取 $\text{In}^{113m}$ 。附参考文献10篇。

**26 施光譜与有机化合物分子結構的关系——黃鳴龍（中國科学院有机化學研究所），科学通报，1959, №8, 255—259**

测定試体在紫外及可見光的范围内各波長的旋光度，以照光的波長 ( $m \mu$ ) 为横坐标，以比旋  $\times 10^{-3}$  为縱坐标列成图譜，便成該試体的旋光譜。应用旋光曲綫測定方法（一）可以推定酮基在多环系統化合物中的地位；如 Cholestan-2-one (II) 与 Cholestan-4-one (III) 虽骨架、边链及結構完全相同，但兩者旋光曲綫大有差異。（二）分析鑑定及反应动态：为比旋光度  $[d]_D - 42^\circ$  的 Umbellulone (VII) 用旋光譜法只需微量檢体即可准确地鑑定。（三）追究構象及立体上的变化是旋光譜法的極重要的用途。为  $\alpha$ -Cyperone (VIII) 及  $\text{-epi-}\alpha$ -Cyperone (IX)，虽結構上的区别極小，僅在 C<sub>7</sub> 上異丙烯基構型不同，但它们的旋光曲綫形态大不相同。（四）測定緣对構型。



**27 以磷酸三丁酯作靶子利用核反冲法**

制备放射性磷—32——李虎候（中國科学院原子能研究所），科学通报，1959，№11，364

用1公斤磷酸三丁酯被中子源(毫居里数量级的钋-铍中子源)照射7晝夜后,用50毫升蒸馏水萃取,获得約15毫居里的放射性磷。用吸收法測得所獲得的放射性磷在鋁中的射程为800毫克/厘米<sup>2</sup>,計算它的能量为1.725百万电子伏特;半衰期为14.4±0.3天。

- 28 由苯与乙炔直接合成苯乙烯的熱力学——周菊兴、刘若庄(北京师范大学化学系),北京师范大学学报(自然科学部分),1959, № 4, 41—49

从反应物及產物的热力学函数及热容計

算了由苯及乙炔直接合成苯乙烯反應在不同溫度下的平衡常数。对于液相反應,在25°—100°C間平衡常数为10<sup>23</sup>—10<sup>16</sup>,表明这个反應可以進行到底。对于气相反應,計算298°—1500°K間的平衡常数,并计算了在总压力-气压下,苯及乙炔等克分子混合物的平衡轉化率,在溫度低于500°C平衡轉化率几为100%,在500°—900°C,轉化率仍高达70—99%。

- 29 硫酸銨結晶——夏珍麟,化学世界,1959, 14, №3, 132

关于一般結晶生成長大原理的叙述。

## 无机化学

- 30 葡萄石的結構——彭志忠、周公度、唐有祺,化学学报,1959, 25, № 1, 56—63

葡萄石組成为 $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ 。本文推引正离子在晶胞中各种可能的分佈方式,計算若干Patterson函数,然后按照对称性,空間考慮以及硅酸鹽的其他晶体化学特点,对正离子和負离子的位置作出安排,取得合理的試用結構。其結構具有D<sub>2h</sub><sup>1</sup>的对称性,根据模型計算電子密度分佈函数P(x, z)和P(y, z)的結果,肯定了这种試用結構。葡萄石結構系由 $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{OH}^-$ 和 $[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}]^{5n-}$ 等离子組成,其中層型硅氧骨干与(001)面平行,相隣骨干通过 $\text{Al}^{3+}$ 得以結合。結構中的 $\text{Al}^{3+}$ 有兩种配位型式:一半在四面体中,另一半在4个氧原子和2个氢氧基組成的八面体中。 $\text{Ca}$ 則处在5个氧原子和2个氢氧基形成的配位中,葡萄石中 $[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}]^{5n-}$ 的結構型式与一般層型硅氧骨干不同,而是一种層型骨架。作者最后指出,在上述結構模型的基礎上,葡萄石的組成和性能可以得到充分闡明。

- 31 治煉含氟鐵礦石試驗高爐中爐瘤生

- 成的工藝岩石學研究——苏良赫、田福純、焦鴻閣,矽酸鹽,1959, 3, № 1, 1—13

介紹某鋼鐵公司小高爐進行含氟礦石的煉鐵試驗时作了爐瘤。应用各种岩石學方法鑑定出組成爐瘤物相有螢石、云母、鉀霞石、白榴石、槍晶石、斜長石、焦炭、硫化鐵、金屬鐵、金屬鋁、含稀土元素礦物、氟硅鉀石及玻璃質。并鑑定了組成爐缸渣皮和鐵口渣皮的物相有黃長石、槍晶石、剛玉、焦炭、石墨和玻璃等。推論了爐瘤中各主要物相形成的物理化学反应。比較組成爐瘤物相和組成渣皮的物相的晶体化学特征可以推論出,爐瘤和渣皮的組成成分在融熔状态下的物理性是有区别的。用图表比較各種爐瘤的化学成分与相应的末渣化学成分,可以看出爐瘤中含氧化硅及氧化鋁比爐渣中的高,瘤中含氧化鉀和氧化鈉更为顯著,爐身中部富集有碱金属,加上操作不正常,溫度突然升高时而形成非正常的初渣,粘着于爐壁,逐漸形成爐瘤。氧化硅和氧化鋁的富集对于爐瘤的生長有关系。并根据以上研究,提出了減少結瘤机会的方向。附参考文献17篇和照象插图。

## 有机化学

- 32 氧鎘化合物Ⅲ. 关于数种1:1隣二酚型氧鎘化合物性能的观察——袁开基、薛芬、費楚華, 化学学报, 1959, 26, № 2, 92—99

作者对含  $\begin{array}{c} \text{O} \\ | \\ \text{---} \text{Sb} \text{---} \text{OH} \\ | \\ \text{O} \end{array}$  基团的 1:1

隣二酚型氧鎘化合物作了性能上的观察, 及制备这类化合物的某些修正, 初步应用这类化合物作分离或用于证明鄰二酚类。以儿茶酚鎘, 焦没食子酚鎘及焦没食子酸衍生物的氧鎘化合物为例。对 Causse 結論作了驗証。

- 33 双甲苯氧基烷烃双季銨鹽——嵇汝运(中国科学院药物研究所), 化学学报, 1959, 25, № 2, 100—105

鄰、間及对甲苯酚分別以氢氧化鉀或乙醇鈉中和后, 再与  $\alpha, \omega$ -二溴烷烃作用, 生成各种相应双(甲苯氧基)烷烃。后者在四氯化碳溶液中用 N-溴代丁二酰亞胺溴化, 变为双(溴甲基苯氧)烷烃。这些溴甲基取代物与三甲胺在乙醇中縮合, 生成二溴化双(甲苯氧基)烷烃双三甲基季銨。

药理試驗找到这些制成的季銨塊具有强弱不等的神經肌阻断作用, 其中二溴化双(鄰甲苯氧基)乙烷双三甲基季銨具有南美防己酚样的作用, 其值得注意。

双(对甲苯氧基)乙烷及双(对甲苯氧基)丁烷在氯仿中用 N-溴代丁二酰亞胺溴化时, 產生苯核上溴化的產物。双(鄰甲苯氧基)乙烷虽在四氯化碳中溴化, 也產生苯核溴化化合物。这些核代產物也經用相应的溴代苯酚与二卤代烷烃縮合制成, 以證明其結構。

- 34 羅基硅烷的偶極矩——錢人元、龐貽慧、吳人潔(中国科学院化学研

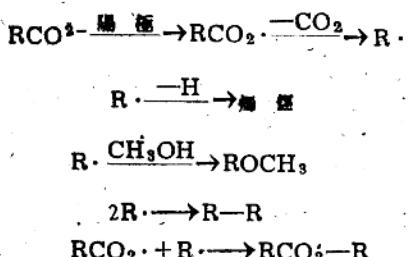
究所), 化学学报, 1959, 25 № 2, 110—115

用溶液法測定三甲基羥基硅烷、三苯基羥基硅烷、二甲基二羥基硅烷和二苯基二羥基硅烷的偶極矩, 實驗数据按 Guggenheim 法計算得到的結果分别是 1.53, 1.31, 1.94, 1.74 D。与 Grubb-Osthoff 所給兩種羥基硅烷的偶極矩值相差甚大。而 Malatesta-Pizzotti 的結果是与本工作的結果相協調的。偶極矩数据指出: 在二羥基硅烷的結構中, 两个羥基的內旋轉是受阻的, 其擇优排布使两个  $\text{RSi}-\text{OH}$  基团極矩矢量間約成 102° 的夾角。

- 35 游离基的立体化学1.2-甲基丁酸的电解——H. J. Daulen, Jr., 梁曉天(西雅图華盛頓大学化学系 中國医学科学院药物化学系有机化学室), 化学学报, 1959, 25, № 3 129—136

用旋光活性的2-甲基丁酸在甲醇中進行 Kolbe 电解, 除气体產物未吸集外得到甲基对称-丁醚, 3,4-二甲基己烷, 甲基丁酸对称丁酯和一未知結構的酯。2-甲基丁二酸阴离子在阳極放电以及由此失去二氧化碳而得的对称-丁基自由基并未保有其原來的立体構型; 这也反映在无旋光性的醚, 烷烃及2-甲基丁酸对称-丁酯的醇的部分上面。用旋光性的2-甲基丁酸和丁二酸單甲酯進行 Kolbe 混合电解同样証明了这一点, 得到无旋光的4-甲基乙酸甲酯。Kolbe 电解机理之一是認為有机酸在正極氧化成过氧化酰, 过氧化酰再分解即得各种不同的產物。但由 (+)-2-甲基丁酸所制得的过氧化酰, 分解后產生 (+)-2-甲基丁酸 (+)-对称-丁酯, 其中的醇保持立体構型, 而电解反应所得的

酯，其中的醇却是外消旋的。这一点說明了“过氧化酰机理”难以成立。电解反应的机理可能按下式進行：



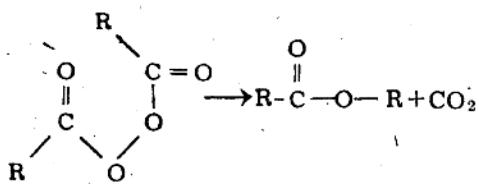
36

### 游离基的立体化学Ⅱ. 2-甲基丁酰

#### 过氧化物在液相中的热解——

H. J. Dauben, Jr. (梁曉天) 西雅图華盛頓大学化学系 中國医学科学院药物化学系有机化学室), 化学学报, 1959, 25, №3, 136—145

用四氯化碳及一溴三氯甲烷作溶剂, 進行过氧化2-甲基丁酰的热裂反应。在四氯化碳中產生2-氯丁烷、丁酮、2-甲基丁酸(可能以酰氯形式存在)、2-甲基丁酸2-酯与六氯乙烷。在一溴三氯甲烷中產生2-溴丁烷、氯仿、2-甲基丁酸2-丁酯与六氯乙烷。从所得產物2-卤代丁烷可以看出游离基(2-丁)不能保持其立体構型, 發生完全的消旋作用。关于2-甲基丁酸2-丁酯的產生, 本文結果支持环狀活化物的机理(Sni)：



37

$\alpha$ -甲基- $\beta$ -烃基六氯吡啶的合成——于同隱(复旦大学化学系)、崔惠卿(南京药学院)、黃鳴玉(第二軍医大学药学系), 化学学报, 1959, 25, №3, 146—151

从 $\alpha$ -烃基乙酰乙酸乙酯开始, 經氯乙基

### 化 学

代反应, 再水解得相应的 $\gamma$ -氨基酮。酮用銅和丁醇还原环化得一系列的 $\alpha$ -甲基- $\beta$ -烃基六氯吡啶。具体研究了 $\alpha$ -甲基六氯吡啶、 $\alpha$ -甲基- $\beta$ -乙基六氯吡啶、 $\alpha$ -甲基- $\beta$ -異丙基六氯吡啶、 $\alpha$ -甲基- $\beta$ -苯基六氯吡啶的制备, 但还原的產率不高。主要的副產物是6-氨基己醇-2的3-烃基衍生物。 $\alpha$ -烃基- $\alpha$ -氯乙基乙酰乙酸乙酯的水解产物——液体的 $\gamma$ -氨基酸, 在加热时析出固体, 这些固体証明是 $\alpha$ -烃基戊二酰亞胺, 系由相应的 $\gamma$ -氨基酸加热重排而成。这一反应可用于檢定 $\gamma$ -氨基酸。

38 三聚氯氮和它的合成——成都工学院化工系有机化学研究室, 化学世界, 1959, 14, №1, 36—38

綜述三聚氯氮的制备方法和路綫的选择。作者比較的結果認為以先制成氯化氮再聚合成三聚氯氮的(三甲9, 三67)二法为优。氯化氮制备系在裝有水銀封閉的电动攪拌器的500毫升三口燒瓶中進行, 反应混合物用冰塊冷却至( $-5^{\circ}\sim -10^{\circ}\text{C}$ ), 以氮气驅除空气后, 通入氯, 并攪拌, 温度維持在 $-5^{\circ}\text{C}$ 以下。通氯4—5小时后, 反应終止。升温至 $60\sim 65^{\circ}\text{C}$ 将 $\text{CNCI}$ 全部蒸出。氯化氮与用干燥的 $\text{HCl}$ 气饱和的乙醚靜置, 聚合成三聚氯氮。產率約60%。白色小方塊狀結晶体, 熔点 $146^{\circ}\text{C}$ 。

39 含錫原子的烯类化合物的研究——(甲基丙烯酸或丙烯酸三烃基錫酯的合成与聚合)——凌育宸, 科学通报, 1959, №3, 89—90

鑑于聚有机硅化合物研究的快速發展, 作者推想其同族元素錫, 如果引入有机化合物中制成有机錫聚合体也可以得到某些特殊的性能。因此, 作者合成甲基丙烯酸或丙烯酸三烃基錫酯类型的化合物, 并進行初步試驗。合成功驟: 先制取格氏試劑, 然后与 $\text{SnCl}_4$ 作用, 生成 $\text{R}_3\text{Sn}$ , 再与 $\text{SnCl}_4$ 作用, 得到 $\text{R}_3\text{SnCl}_2$ 。將甲基丙烯酸或丙烯酸的鉀

鹽与其作用，得到所需的產物。聚合大都在沸点附近时加入少量过氧化苯甲酰進行本体聚合，或者与甲基丙烯酸甲酯或苯乙烯共聚合得到无色玻璃狀透明物。关于聚合过程，本文未加重点叙述。

- 40 d,1-泛酸鈣的合成——王世勤、梅正芳、陈芝洞，药学通报，1959，7，№2，67—70

作者所采用的合成路綫是先做成 $\beta$ -氨基丙酸与d, 1- $\alpha$ -羟基 $\beta$ ,  $\beta$ -二甲基丁內酯后再縮合成d, 1-泛酸鈣。(一)  $\beta$ -氨基丙酸的合成：琥珀酸4.72公斤，在50°C以下。慢慢加入氨水（比重0.90）5.4公斤使全溶，濃縮液放入脱水蒸餾鍋內，加热至气層溫度高出27.5°C，可即行放出，用1:1的95%乙醇重結晶，即得琥珀酰亞胺(I)，熔点122—124°C，含量95%，收率80%。在制成NH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—COOH·HCl后，不采用Ag<sub>2</sub>O而是用樹脂交換法以除去HCl，方法是：將 KOH 1.51公斤，冰水8公斤，在0°C以下加入液溴483克，I 295克（加入I时溫度維持在0—5°C），热至55—60°C，保温2小时，冷却后用濃HCl中和至pH 4—5，在60°C以下蒸去水份，以95%乙醇提取 $\beta$ -氨基丙酸鹽酸鹽，減压蒸干、用水冲淡，用苯除去杂质，水層迴流水解后，用ЭДЭ 10弱碱性樹脂進行交換，即得 $\beta$ -氨基丙酸(II)晶体133克，熔点200—202°C，含量98%以上，收率45%。(三) d, 1- $\alpha$ -羟基 $\beta$ ,  $\beta$ -二甲基 $\gamma$ 丁內酯的制造：異丁醇蒸氣在400°C与1气压空气流混合，通过銀網的粗產品，分馏截取60—65°C的異丁醛(III)，收率70%，先將III 4公斤与40甲醣4.48公斤混合，冷至15°C，用无水K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>中和，用苯提取，在80—93°C/15毫米蒸得2,2-二甲基 $\beta$ -羟基丙醛(IV) 2.8公斤，收率50%。IV 1.02公斤溶于10公升水(70°C)，加入氯化鉀980克，1.33公斤无水CaCl<sub>2</sub>饱和溶液，密閉反应18小时后加热至80—90°C，

加入饱和草酸溶液1.51公斤，用CaCO<sub>3</sub>中和，过滤、濃縮、干燥、用无水丙酮提取，在125—135°C/18毫米，蒸得d, 1- $\alpha$ -羟基 $\beta$ ,  $\beta$ -二甲基 $\gamma$ -丁丙酯(V)700克，收率85%。(三)縮合制d, 1-泛酸鈣：蒸餾水2.4公斤，化学純消石灰196克， $\beta$ -氨基丙酸321克，密封攪拌2天后，过滤，濃縮成稠厚甘油狀，加入99%乙酸1公斤，过滤得 $\beta$ -氨基丙酸鈣鹽(VI)，熔点216—217°C。VI 216克与V 260克加入无水甲醇1000毫升，密封2天后，在快速攪拌下，滴加入6000毫升无水丙酮中，即得d, 1-泛酸鈣結晶430克，收效95%。

- 41 从制造抗癌藥 T.E.M. 与 Thio-T.E.P.A. 漢漢自制中間品乙醇胺与三乙基胺——王世勤、刘紹曾、梅正芳，药学通报，1959，7，№3，107—109

在合成 T.E.M. 的过程中，縮合溫度以—2—0°C 最佳。溫度偏高时引起三氯化腈水解，太低时又不易起作用。制Thio-T.E.P.A. 时除注意良好攪拌外，溫度以—1—2°C为佳。乙醇胺制造：ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH 加热至60°C，滴加NaOH溶液，約5小时加畢，用氨水吸收生成的环氧乙烷，溫度維持20°C以下，蒸餾回收过量氨水，收集165—175°C部份，含乙醇胺为99%，沸点171—172°C。三乙基胺制造方法：NH<sub>3</sub>与C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>Cl之比为1:3.3，操作时在具有攪拌裝置的高压釜中進行，加料后緩緩加热至140°C，并維持在140—145°C 8小时（压力为164—172磅/吋<sup>2</sup>）。屆时冷却到内外部压力相等时，放出殘气，再蒸餾回收溴乙烷。并收集75—99°C一段，用乙醚提取干燥，通HCl气，再用NaOH中和，使其析出N(CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>油層，蒸餾收集88—92°C一段，約3.5公斤，收率为38%。

- 42 关于磷酸一丁酯和磷酸二丁酯萃取硝酸銨的机制問題——歇夫欽科，斯米洛夫，原子能，1959，4，

№6, 555—559

研究离子力为 6 的 МВФ 和 ΔБФ 萃取硝酸钚的机制。指出钚是以  $\text{PuK}_4$  的形式被萃取，计算了硝酸钚与 МВФ, ΔБФ 反应的平

衡常数，其平衡常数各为  $(1.5 \pm 0.25) \times 10^8$  和  $(6.15 \pm 0.85) \times 10^3$ 。附参考文献 3 篇。

## 高分子化学

### 43 对高分子化合物研究工作的意见

——王葆仁，科学通报，1959，  
№3, 65—68

二十世纪下半叶人类已进入了高分子时代，作者结合我国过去高分子化合物研究的基础与生产水平，对今后的发展以及目前研究的方向作了概括性的论述。（一）在尖端技术发展方面：需各种耐高温塑料如酚醛尼龙丝增强塑料，以适用于高速飞行，在研究高温塑料同时，在硅橡胶、氟橡胶和不易燃燒的磷橡胶等耐高温的弹性材料也是迫切需要研究的。高强度的塑料，可以代替钢铁，除环氧树脂和不饱和树脂外，其他树脂如酚醛、糠醇、聚酰胺、橡胶及其变体，也值得试验。尖端技术所需用的高能燃料，如液氧、液氟、过氧化氢、发烟硝酸等皆需有耐腐蚀的容器，高分子化合物如聚四氟乙烯、聚三氟氯乙烯及其他含氟高分子化合物能担当上述任务，其他如硅漆钛漆等可避免金属在高温时受水气的腐蚀，是值得研究的材料。高分子也可制造耐辐射化合物，含较多苯环和较大共轭体系的高分子对放射线是较稳定的，可作为抗辐射材料；吸收放射能的材料可以用无机物作为填料与高分子混合成型来解决。耐高温材料方面，从绝缘的角度出发，高压聚乙烯的研究和生产，乙烯咔唑的聚合及聚合物的加工，特种聚苯乙烯，耐高温绝缘漆，以及如何提高环氧树脂，聚亚胺酯，含硅塑料、特丽纶等的耐热性，都是急待解决的问题。（二）在具有国民经济重大意义方面：应根据大中小并举和土洋结合的

方针，对于最重要的高分子应不断进行研究和生产，利用农村副产品及废料制造丁二烯橡胶、尼龙 9、糠醛塑料等，并发展新品种。（三）高分子的基础研究方面，应注意元素高分子化合物。在稳定性和具有某种特性的高分子的研究，是把某些稳定基团如杂环、稠环等和有特殊性能的基团如生色基、閃爍基、螢光基等列入高分子而得到。共聚和共缩聚及其他新的聚合方法也都值得进一步研究。反应机理的彻底了解才能有效地控制生产过程。其他如分子量和分子量分布的研究，是研究高分子最基本的数据，也是控制产品质量的主要依据，这种结构与性质的研究应在全国范围内普遍开展起来。

### 44 含氟高聚物的發展——趙瑞年、路之康，科学通报，1959，№3， 68—70

聚四氟乙烯和聚三氟乙烯塑料已经大量应用，作者介绍了各国正在研究的几种含氟聚合物。（1）四氟乙烯与亚硝基三氟甲烷的共聚物 $-[-\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{N}(\text{CF}_3)-\text{O}-]_n$ 。

（2）亚硝基三氟甲烷与四氟乙烯反应得到的 Oxazetidine，在 $700^\circ\text{C}$ 热裂，生成  $\text{CF}_3-\text{N}=\text{CF}_2$ ，此单体可以制新的聚合物。（3）四氟乙烯与全氟丙烯共聚物 Teflon 100X，软化点 $545^\circ\text{F}$ 左右，性质与聚四氟乙烯相似。

（4）含氟芳香族化合物：部分氟化的苯乙烯未发现特殊的性质；全氟聚苯，其热稳定性很好。（5）Kel-F 形体，是三氟氯乙烯与偏氟乙烯共聚物。（6）偏二氟乙烯与全氟丙烯共聚物 Viton A。（7）聚丙烯酸-1, 1-

二氯代全氟丁酯“1F4”。(8) 含氟的聚酯膠，有耐油的性能。(9) 关于含氟硅膠的研究尚在开始阶段。附参考文献21篇。

45 一种新型的高分子——聚有机元素硅氧烷——黃志鎧，科学通报，1959，No 3，70—72

作者綜述了几种聚有机元素硅氧烷的制备方法。分为（一）主鏈上含硅、氧及其他元素的聚有机元素硅氧烷的合成；（二）主鏈僅有氧及其他元素組成，側鏈上含硅氧基团的聚有机元素硅氧烷。（一）的制备法是將煙基氯硅烷及其他元素的氯化物或酯类共水解縮聚。另一种方法是烷氧基化合物与酰氧基化合物共縮聚作用。末端硅原子上帶有羟基的聚硅氧烷与金屬作用也可得聚有机金属烷氧烷。（二）的制备法是將具有 $(R_3SiO)_nM$ （n为元素M的原子价）結構的單体經水解而成，如此曾制得含硼、鋁、鈦、錫、釩的化合物。聚有机元素硅氧烷的研究僅僅是开始，而且这些化合物的主鏈上除氧外僅有二种元素，因此把主鏈引入更多的元素定会得到性質特異的各种聚合物。附参考文献24篇。

46 高分子在溶液里的超声波裂解——朱善農，科学通报，1959，No 3，91—92

作者介绍了对聚甲基丙烯酸甲酯溶液進行用超声波裂解的作用。即聚合度降低，但达一定程度后不再下降。經較長时期 的裂解，所得样品的分子量分佈是較窄的，实验證明用超声波來制备單一聚合度的級分是可能的。

47 中國化学家对于高分子化学的貢獻——徐家霸王、徐立本，高分子通訊，1959，3，No 1，1—11

作者收集了1957年秋季以前我國科学家对高分子化学、合成樹脂化学和有关的塑料制造等方面的文章。凡有正式文献可找到

的，都加以簡單的叙述。附参考文献69篇。

48 聚己內酰胺在85%甲酸中的特性粘数分子量关系——張德蘇、乐慧娟、李卓美、阮梅娜、錢人元，高分子通訊，1959，3，No 1，39—41

作者以Bennewitz的工作为基础，对聚己內酰胺在85%甲酸中的粘度行为重加研究，証实了試样在甲酸中的穩定性。且甲酸中如存在乙酸，只要总的酸含量控制在土0.2%，对所得聚己內酰胺的特性粘数值并无影响。所以85%甲酸可以作为聚酰胺粘均分子量經常測定用的合適溶剂。从四个級分試样 ( $M = 8000—18000$ ) 用电導法羧基滴定測定  $M_n$ ，得到25°C时聚己內酰胺在85%甲酸中的特性粘数分子量方程式： $[\eta] = 7.62 \times 10^{-2} M^{0.7}$ 。附参考文献9篇。

49 管形熔結玻璃滲透計用半透膜的制备——余世誠，高分子通訊，1959，3，No 1，42

管形熔結玻璃滲透計用的再生纖維素半透膜，可按下法制备：滲透計經洗淨后，將下端熔結玻璃部分用5%硝化纖維素溶液浸塗。溶剂是无水乙醇和乙醚1:1 体積比，加5%乙二醇乙醚。作者用上述的滲透計和半透膜，30°C时測定一个聚甲基丙烯酸甲酯的級分 ( $T \frac{5}{7} P \frac{2}{3}$ ) 在苯溶液中的滲透压，所得結果与用Zimm-Meyerson式的滲透計和玻璃紙膜測定同一試样所得的結果相似。所得的平均分子量分別为  $M_n = 5.47 \times 10^4$ ,  $M_w = 5.20 \times 10^4$ 。

50 聚甲醛的合成——胡亞东、葛增培、乐加偉，高分子通訊，1959，3，No 2，79—80

甲醛的低聚体不耐高温，机械性能指标都很低，不能做高分子材料。作者研究了高聚甲醛的聚合方法，認為須从三方面考慮：

（1）超純甲醛單体的制备；（2）適當的

聚合条件：(3) 聚合体的后处理，增加聚合体的热稳定性。聚合反应在惰性溶剂甲苯中进行，催化剂用三丁基胺，较好的聚合条件如下： $\alpha$ -聚甲醒 1000 份，甲苯 800 份；三丁基胺 0.2 份，聚合温度 25°C。聚合物的裂解反应可能是从聚合物的端部羟基开始，故利用了三甲基氯硅烷成酯作用以遮蔽羟基。以 222°C 时聚甲基的分解反应速度常数 K 作热稳定性的指标，用上述方法所得的聚合物热稳定性接近于 2，韧性和强度皆好，不溶于一般的有机试剂。

### 51 聚二甲基硅氧化合物环化的机理

——林一、孔纯中，高分子通讯，

1959, 3, №2, 80—82

硅树脂是由甲基和苯基氯硅烷经水解和缩聚得来，水解和缩聚的条件不同，生成的产物分子中具有不同程度的环化，显著地影响了产品的性质。Patnode 和 Андрианов 曾从二甲基二氯硅烷的水解和缩聚得出这样的结论：(1) 在酸性介质中比在水中所得的环化物为多，在碱性介质中则相反；(2) 水中加入极性溶剂可使环化物增多。作者用实验证明了这两种影响因素，并说明一些反常的原因。作者着重指出，盐类会减低环化程度；极性溶剂对环化的影响和一般的环化受浓度的影响没有什么区别。二甲基硅氧化合物的环化是决定于八甲基二羟基四硅氧烷的浓度，这是聚合的中间过渡产物，其浓度决定于溶剂外也决定于四甲基二羟基二硅氧烷的缩聚速度系数。

### 52 丙烯腈与偏氯乙烯的共聚合

——王秀崑、葛增藩、胡亚东，高分子通讯，

1959, 3, №2, 82—83

鉴于聚丙烯腈纤维需要特殊溶剂进行纺丝，不易染色，因而研究丙烯腈与偏氯乙烯的共聚合。其条件是：丙烯腈 40 (重量份数，以后均同)，偏氯乙烯 60， $K_2S_2O_8$  (氧化剂) 0.35， $NaHSO_3$  (还原剂) 0.35，乳化剂 1—1.5， $1/1000 CuSO_4 \cdot 5H_2O$  溶液

5，水 500；温度 25°C。抽丝于丙酮-水系中进行，温度 45°C，在甘油或  $CaCl_2$  水溶液牵伸浴中引伸，温度 120°C。

### 53 聚乙烯结晶度的测定

——徐端夫 (中国科学院化学研究所)，高分子通讯，1959, 3, №2, 89

作者采用简便的比容法对一种用 Ziegler 法聚合所得的粉末状聚乙烯试样进行了结晶度的测定。本法基本原理是假设聚乙烯的比容为其晶态部分的比容及非晶态部分的比容之和，即  $V = V_c \cdot f_c + V_a (1 - f_c)$ 。式中  $V$  为聚乙烯的比容， $V_c$  为晶态部分的比容， $V_a$  为非晶态部分的比容， $f_c$  为晶态部分的重量百分，即结晶度。实验结果，在 25°C 时  $V_a = 1.16$  厘米<sup>3</sup>/克， $V_c = 1.013$  厘米<sup>3</sup>/克。这数据与 A. Chellesby 和 L. Callaghan 测得的相符。

### 54 己内酰胺的聚合Ⅲ. 己内酰胺聚合进程中聚合物分子量分布的变化

——王葆仁、王有槐，化学学报，

1959, 25, №2, 116

本文报告己内酰胺在聚合进程中各阶段形成的聚合物及其分子量分布的变化。己内酰胺的聚合是用 6-氨基己酸为引发剂在封管中氮气存在下 230°C 加热进行的。将不同聚合时间 (0.5, 1.5, 3, 7, 9, 15, 100 小时) 所得的聚合物，经苯及水抽提后，在苯酚-甲醇系内进行分级，各级分别用端基滴定法测定其分子量，作出累积重量分布曲线和微分分子数分布曲线。结果显示，各个式样所得的分布曲线均有一较狭窄的高峯，此高峯随着聚合时间的增加而逐渐向分子量较高的方向移动。反应至最后时，高峯又向分子量较低的方向移回，并与数均分子量相重合。在 9 小时以前各试样的分布曲线，除有一狭窄高峯外，尚有一分子量较低的宽广部分。这一部分也是随着反应进程向分子量增高的方向移动，而在 9 小时以后，渐趋消失。从各级分计算的重均分子量和数均分子量也随

着反應的進程逐漸接近，分散系數趨近于1。這些結果使作者等以前所建議的己內酰胺聚合反應機構進一步獲得證明。

- 55 有机合成和高分子化合物的辐射化学——胡文徵，化学通报，1959，№3，1—5

本文概括介紹了有机合成和高分子化合物的辐射化学。辐射化学是研究物质在射线或高能量質點的作用下，發生電離輻射，導致引發性的連鎖反應，如氧化作用、氯化作用、有机合成、聚合反應等。对有机合成和高分子化合物的辐射主重是 $\gamma$ 射線源，放射性同位素鈷-60做 $\gamma$ 源是最普遍的。此外也

用放射性鉻-137。

- 56 調節聚合反應——張俊逸（中國科学院化学研究所），化学通报，1959，№5，21—29

系綜述性論文。对調節聚合的机理、类型及其在有机合成上的应用作了介紹。文末附参考文献57篇。

- 57 中压法聚乙稀——張定武，化学世界，1959，14，№3，122—124。

本文綜述以載于硅酸鋁上的氧化鎆為催化剂在35—40气压下進行乙稀聚合的新方法。另述催化剂的制备，乙稀的聚合及聚合物的性質。

## 分 析 化 学

### 一般問題

- 58 色層分离法在分析化学上和工業上的运用——化学通报，1959，№5，12—15

本文系苏联專家講學報告，闡述了色層分离的反应機構及方法。

- 59 多組分气体自动吸收分析法——劉鈺銘，化学世界，1959，14，№5，245—248

本文介紹了簡單原理，分析過程，吸收溶液的配制，仪器的設計和注意事項。

- 60 应用非水溶液滴定法的一些經驗——上海信誼药厂技檢科，药学通报，1959，7，№1，36—37

非水溶液滴定法是利用某种溶剂的特性來改变溶質的酸碱相对强度。把在水溶液中呈弱酸性或弱碱性的物质，改置于非水溶剂中，使其轉变为强酸或强碱來直接滴定。本文記載了一些弱碱性药物，以冰醋酸作溶剂，用过氯酸進行半微量滴定的試驗結果，及操作

中應注意事項。

- 61 陽离子交換樹脂Wofatit K的試制——成都工学院化工系有机化学教研組，化学世界，1959，14，№3，139—140

Wofatit K是1,2,4-苯甲醛二磷酸与間苯二酚、甲醛縮合而成。文內介紹了它的合成及总交换量的測定，性狀和应用。

- 62 用木炭代替烟煤制造陽离子交換剂（礦化炭）——貴陽文教用品厂化工作組，化学工业，1959，№6,35

叙述用木炭代替烟煤制造阳离子交換剂的制造過程，并由實驗結果看出它与礦化煤效用完全相同，且具有含水量少，假比重小等优点。

- 63 离子交換及其应用——M. M. 謝雅文，化学通报，1959，№6,6—8  
对静态离子交換、动态离子交換和离子交換色層作了詳細介紹。

- 64 一种較方便的快速定量計算法——鄭浙銘，药学通报；1959，7，№2，89—90

介紹一种快速定量計算法公式的來源，并說明計算既方便又迅速。

65 6-苯基水楊酸用作分析試劑——梁樹权、李敏生（中國科学院化學研究所、北京大学化學系），科学記錄，1959，新輯3，№2，63—65

6-苯基水楊酸系是灵敏 ( $D=10^{-8.0}$ ) 及專一的三价鐵試劑。氟能使鐵(Ⅲ)与6-苯基水楊酸所成之紫色調退，故亦可以鑑定氟离子。

66 定量分析中的仪器（一）——梁樹权，化学通报，1959，№6，32—35

介紹定量分析仪器的玻璃材料、加热用仪器、过濾用设备等。本文供初学化学分析者参考。

67 QJ-型去極化法微量氯分析器介绍——南京气体分析仪器厂、張啓文、陈秉权，仪器与实验技術，1959，№6，7—12。

68 分散元素的單礦物取样——楊梅之、金福文、周衍琪，地質月刊，1959，№6，43—46

## 无机分析

69 鋼鐵中少量磷、硅的同时比色測定用抗坏血酸作还原剂——蔡顯丰（東北工学院理学系分析化学教研組），化学世界，1959，14，№1，45—47

测出了利用控制磷、硅絡酸还原反应时溶液酸度的差別：还原 $H_7[P(Mo_2O_7)_6]$ 还的酸度范围在 1.0—4.0 N  $H_2SO_4$  溶液之間。原 $H_8[Si(Mo_2O_7)_6]$ 的酸度范围在 1.0—9  $NH_4SO_4$  溶液之間。叙述使磷、硅分开的方法，并証实这种方法的简便与可靠性。拟定期中少量磷、硅的同时比色測定方法，并表明这种方法的实用与准确性。

70 球墨鑄鐵中硅、錳、鎂三元素同时測定的光譜分析——李顯曾、孙繼根

（天津拖拉机制造厂中央試驗室），化学世界，1959，14，№1，48—51

本文叙述了試用火花光源一次攝譜，同时測定球墨鑄鐵中硅、錳、鎂三元素。根据分析誤差來看，本法适用于同时測定球墨鑄鐵中硅、錳、鎂三元素，不但節省時間，并可節省大量人力。測定时使用的火花發生器 F F-20作为光源，电容及电流为0.006微法拉及1安培，曝光时间为20秒鐘（当时極距为2，遮光板为5）。

71 合金鋼中鎳的快速測定法——叶長法，化学世界，1959，14，№3，131

該法利用鎳离子在氨性溶液中与乙二胺四乙酸和紫脲酸銨生成不同穩定性的可溶性絡合物和它們絡离子的不同顏色的原理來測定。

72 磷酸-重鉻酸鉀法測定鈸鐵礦中的亞鉻——黎植冒、刘熾清，化学世界，1959，14，№3，139

根据A. B. Шеинский法的原理，采用易于提純、价格便宜的重鉻酸鉀代替五氧化二鉻而拟訂的方法。

73 在鋼鐵分析中采用重量法測定碳的几点改進和体会——昆明鋼鐵厂化驗室，化学世界，1959，14，№4，171—172

近几年來在鋼鐵分析測定碳的方法中，由于重量法存在着許多缺点逐渐被容量法所代替。昆明鋼鐵厂在改進各種器械設備的基礎上仍采用重量法，效果尚好。本文就有關采用重量法測定碳的实践中提出几点改進和体会。

74 氯化法測定低鉻鋼中的非金屬夾杂物——李代鑑、趙淑熙、盧進華（中國科学院金屬研究所），金屬學報，1959，4，№2，162—168

应用电解法与常压氯化法相結合的方法，成功地解决了含鉻鋼与碳含量高于0.5%的鋼中非金屬夾杂物的定量問題。簡化了低

压氯化法的设备与操作，并应用于滚珠钢中夾杂物的测定。进一步肯定了在大气下进行的硫酸亚铁电解法的实用性。

- 75 用七分鐘快速測定高速鋼中的鎢  
——李志剛、肖德輝，化学通报，  
1959, №1, 9—14

介紹用對苯二酚比色法測定高速鋼中的鎢。并詳述顯色條件，顯色反應的速度，顯色溶液的穩定性，濾光片的選擇及分析方法與實驗。

- 76 創造土管式爐推廣燃燒法快速測定  
鋼鐵礦石中的硫——河北省張家口  
專署公安處實驗室，化学通报，  
1959, №2, 22—24

介紹用二氧化碳燃燒法定硫，所生成二氧化硫被水吸收成亞硫酸再用碘液滴定。敘述與討論了測定及計算方法。附參考文獻7篇。

- 77 鐵礦石採用光譜分析試驗成功——  
標準化，1959, №4, 7

- 78 礦物中鎢的存在狀態——中國科學  
院地質研究所礦物化學試驗室，科  
學通报，1959, №7, 241—242

研究我們易解石和震旦礦時，測定其中鎢為四價狀態的，而礦物中鎢往往與鐵共生，很難分離。如用酸溶礦物，其中四價鎢就還元成二價而二價鐵則氧化成三價。現在該試驗室已經研究了共存時的測定法，並獲得了結果。

- 79 岩礦中鎢的檢出法——沈石年（西  
北大學化學系），化学通报，1959,  
№6, 20

利用斑點分析法檢出岩礦中鎢，往往由於 $\text{Fe}^{+++}$ ,  $\text{Cu}^{++}$ ,  $\text{Ti}^{++++}$ 的存在而發生干擾。本文介紹用紙上層析法可避免干擾而得滿意結果。并詳敘操作手續。

- 80 藉羅丹明B光电比色法測定礦石中  
微跡的鎢——黃炳金、戈潤滔，化  
學世界，1959, 14, №2, 98.

本文敘述了利用羅丹明B在6 MHC<sub>l</sub>中與鎢生成羅丹明B氯代鎢酸鹽的有色物質，用苯提取，用光电比色計進行比色。大量的Fe、Sb、Au、Tl、W、Mo、As、Sn等元素對測定沒有干擾。

- 81 礦石中全鐵量的酸溶性測定——鄭  
榮希，化學世界，1959, 14, №3,  
142—143

介紹以硫酸混液溶礦測定全鐵方法，並提出加氯化鎂克服了由於游离磷酸濃度大而影響鐵離子的被還原的缺點。

- 82 快速法測定礦石中微量鉻——黃炳  
金，化學世界，1959, 14, №3,  
144.

介紹利用鹽酸蒸干除去干擾影響的快速法測定鉻，以甲基紫作顯色劑，用甲苯提取。用綠色濾光片進行比色測定。

- 83 硫礦中硫、硒、砷、碲的測定法——  
朱瑞瑛，化學世界，1959, 14, №4,  
178—180

本文詳述我國出口硫礦中硫、硒、砷、碲的測定法及檢驗法。

- 84 礦石中痕量鎢的測定——李國楨，  
化學世界，1959, 14, №4, 195

采用鋅粉燒結法測定礦石中痕量鎢，使先成鋅鎢合金，再用鹽酸溶解，鋁屑還原，碘液滴定。所得結果與采用過氧化鈉熔融法的結果基本一致，重現度也較好。應用此法於鎢精礦或鎢元砂時，需先用硝酸除去杂质。此法適用含鎢量在0.10%以下痕量鎢的測定，準確度高。

- 85 土法制氮肥中間產物總氮量的測定  
——成都工學院化工系化驗研究  
室，化學通报，1959, №1, 31—  
33

分析方法根據製造氮肥時所用原料而確定，可分三種情況：I. 當硫化物及絡氧化物都不存在時；採用冷水浸取溶液中，加入6 N氫氧化銨2%，碘化鉀溶液做指示劑，

用0.05N硝酸銀滴定。Ⅱ. 当硫化物存在而絡鈷化物不存在时：濾液中加鋅氨離子 $[Zn(NH_3)_4]^{+}$ 溶液以除去硫離子，通二氧化碳气体，并用氫氧化鈉吸收氫氟酸气体。此后即接上法進行滴定。也可采用0.05N硝酸銀（內加氨水）進行氫氟酸的吸收。Ⅲ. 当絡鈷化物存在时：a. 硫化物存在时，先用氧化汞分解絡鈷化合物，然后用硫化銨分解生成的鈷化汞，濾液中加入 $[Zn(NH_3)_4]^{+}$ 或 $[Cd(NH_3)_4]^{+}$ 沉淀硫離子，过量的 $[Zn(NH_3)_4]^{+}$ 或 $[Cd(NH_3)_4]^{+}$ 用6N硫化銨沉淀，过滤后濾液中加入2%碘化鉀溶液用硝酸銀（0.05N）溶液進行滴定。b. 硫化物不存在时，用冷水浸出氯化物，直接用标准硝酸銀進行滴定。此方法誤差在-0.00005至+0.00058之間。適用于土法（氯化法）制氮肥中間產物总氯量的測定。

88 关于“土化肥”的分析問題——中國科學院土壤研究所分析室，化学通报，1959，№2，34—36

列举所有肥料（有机、无机及土肥料）的酸鹼度、鹽酸反应及分析項目，并叙述如何选择分析項目和分析法。

87 土化肥快速化驗法（二）——浙江省化工專科學校分析教研室，浙江化工，1959，№4，23

介紹（四）土肥中总磷量和水溶性磷快速測定法是用鉬酸胺在有氯化亞錫存在下進行比色。（五）用水楊酸和濃硫酸加热，使硝酸態氮固定，然后加硫代硫酸鈉还原。用硫酸銅为催化剂。用濃硫酸分解有机氮。全氮素快速化驗法用奈氏試劑進行比色。

88 天然水中碘离子含量的測定——雷觀韻、周金生（地質部水文地質工程研究所），化学世界，1959，14，№3，127—128

本文介紹用磷酸酸化的碘淀粉比色法測定水中碘离子含量及其优越性。其步驟：澄清水样10毫升，加入6滴1:2磷酸溶液，10滴

新制的饱和溴水，加热至沸。再加10滴20%甲酸鈉溶液，煮沸。冷却后用蒸餾水稀釋至15毫升，加入1毫升1%碘化鉀溶液，1毫升0.5%淀粉溶液，充分搖勻，放置5分鐘后進行比色。

89 天然水中亞硝酸根、硝酸根的野外快速測定——侯定远，水文地質工程地質，1959，№2，31—32

在檸檬酸酸化溶液中，硝酸根被鋅還原为亞硝酸根，亞硝酸根与对氨基苯磺酸及1-萘胺反应，最后生成了玫瑰紅色物質，从侧面与标准系（亞硝酸鹽标准液含亞硝酸根+0.1微克/毫升，硝酸根的标准液含亞硝酸根—1微克/毫升）比較。硝酸鹽試粉的配制——研細100克在110°C干燥过的硫酸鋇，79克檸檬酸，10克二水合硫酸錳，4克对氨基苯磺酸，2克1-萘胺；然后將这些粉末分別与BaSO<sub>4</sub>混匀，最后將全部粉末混匀。測定时即用上述試粉約0.3克加入10毫升水样中，顏色出現时即可比色。亞硝酸鹽試粉的配制同上，但不加入鋅粉及水合硫酸錳。

90 磺泉水中游离硫化氢的測定——侯定远，水文地質工程地質，1959，№2，38—39

由于礦泉水中的游离硫化氢和硫氢离子，易被空气中的氧与溶于水中的氧所氧化，或与其他杂质起作用。故事先用醋酸錳沉淀水样中的硫化氢，測定时用鹽酸分解硫化錳沉淀。由于本法一般用于測定低含量硫化氢，故仪器应密不漏气。最后的滴定最好用硫化硫酸鈉滴过量碘，故反应前加入碘溶液时（和硫化氢作用）应保持足够的过量。本法測定誤差一般均在1%左右。

91 落滴法分析濃重水用新介質和多溫法——黃倫愛、郭德善、焦讓傑、程志翔、張青蓮，科学記錄，1959，3，№6，186—191

落滴法分析濃重水用 $\alpha$ -氯萘和相应沸点的柴油馏分配制新介質，其优点在于制取