

# 中国有色金属分析 论文选集

《中国有色金属分析论文选集》编辑委员会 编

地质出版社

## 内 容 简 介

本书是一本有色金属分析科研成果及其应用方面的论文选集,选录了近20年来,特别是近几年来有色金属分析方面的论文共139篇。内容涉及化学分析、电化学分析、原子吸收光谱分析、原子发射光谱分析、X射线荧光光谱分析、气体分析、色谱分析、流动注射分析、在线分析及质谱、活化、探针、电镜、俄歇能谱分析,以及仪器研制、标准方法及物质研究等方面,内容丰富,基本上反映了我国有色金属分析发展的概貌,在某些方面,具有我国自己的特色。

本书可供地质、选矿、冶金、机械、电子、环境科学、海洋、医药、商检、化工、核工业、兵器工业等部门的有关科技工作者及大专院校师生参考。

## 图书在版编目(CIP)数据

中国有色金属分析论文选集/《中国有色金属分析论文选集》编辑委员会编.-北京:地质出版社,1998.6

ISBN 7-116-02517-0

I. 中… II. 中… III. 有色金属-金属分析-文集 IV. TG146-53

中国版本图书馆CIP数据核字(97)第29704号

## 地质出版社出版发行

(100083 北京海淀区学院路29号)

责任编辑:王永奉 孙 萍

责任校对:范 义

\*

北京印刷学院实习工厂印刷 新华书店总店科技发行所经销

开本:787×1092<sup>1</sup>/<sub>16</sub> 印张:30.75 字数:728000

1998年6月北京第一版·1998年6月北京第一次印刷

印数:1-1200册 定价:65.00元

ISBN 7-116-02517-0

O·12

(凡购买地质出版社的图书,如有缺页、倒页、脱页者,本社发行处负责调换)

發展有色分析技術  
保證有色產品質量

祝賀中國有色金屬分析情報網  
成立二十周年

何伯泉  
一九九七年  
八月十日

## 《中国有色金属分析论文选集》 编辑委员会成员名单

### 顾问

- 俞汝勤 湖南大学校长(中国科学院院士)  
胡之德 兰州大学校长  
高小霞 北京大学教授(中国科学院院士)  
肖今声 中国有色金属工业总公司科技部副主任  
梁鸿亮 中国有色金属工业总公司金银开发中心副主任  
赵国权 北京有色金属研究总院副院长  
中国有色金属分析情报网网长  
周春山 中南工业大学化学化工研究所所长

### 主任

- 丁长兴 中国有色金属工业总公司科技交流中心副主任

### 副主任

- 范其明 中国有色金属工业总公司科技部总工程师  
姚建明 北京有色金属研究总院科研处处长、院长助理  
裘立奋 株洲硬质合金厂测试中心主任  
符斌 北京矿冶研究总院分析室主任  
刘德祥 葫芦岛锌厂副总工程师  
安平 国家有色金属质量监督检验中心副主任

### 主编

- 薛潮明 中国有色金属分析情报网常务副网长

### 副主编

- 袁经纬 中国有色金属分析情报网原化学分网总干事  
郝贡章 北京有色金属研究总院高工  
吴辛友 北京有色金属研究总院高工  
方明渭 北京矿冶研究总院教授

### 编委(按姓氏笔划排列)

- 丁官忠 葫芦岛锌厂高工  
丁汉芹 沈阳萌新技术开发公司总经理  
刘亚雯 中国科学院高能物理研究所研究员

|     |                         |
|-----|-------------------------|
| 朱延东 | 葫芦岛锌厂高纯金属研究所所长          |
| 辛仁轩 | 清华大学教授                  |
| 毕家春 | 中国有色金属分析情报网副处长          |
| 汪太平 | 九江 806 厂副总工程师           |
| 吴润身 | 华北有色地质勘探公司地质研究院副院长      |
| 吴廷照 | 北京瀚时科学制作所董事长            |
| 周在天 | 金川有色金属公司测试中心副主任         |
| 周 南 | 机械部上海材料研究所教授            |
| 严素荣 | 北京有色与稀土应用研究所分析室主任       |
| 夏步云 | 核工业部北京化工冶金研究院研究员        |
| 龚美菱 | 中国有色金属分析情报网物相分网副总干事     |
|     | 西北有色地质研究所教授             |
| 梅恒星 | 洛阳铜加工厂中央试验室副主任          |
| 徐前流 | 水口山矿务局研究所主任工程师          |
| 蔡学敏 | 贵州铝厂轻金属研究所副所长           |
| 董守安 | 中国有色金属分析情报网贵金属、电化学分网总干事 |
|     | 昆明贵金属研究所研究员             |
| 仲菊芬 | 上海冶炼厂技术处副处长             |
| 陶长嘉 | 机械部无锡叶片厂叶嘉金属材料测试所总经理    |
| 邵永添 | 广州有色金属研究院高工             |
| 范 健 | 中南工业大学教授                |
| 郝跻颖 | 中国有色分析情报网地质分网秘书长        |
|     | 桂林矿产地质研究院高工             |
| 薛 光 | 武警黄金部队十支队(烟台)有特殊贡献专家    |
| 李振环 | 沈阳冶炼厂理化中心主任             |
| 张 泉 | 中国有色金属分析情报网副网长,东北分网网长   |
|     | 沈阳冶炼厂理化中心副主任            |
| 章道昆 | 昆明冶金研究院教授               |

# 前 言

新的世纪即将到来。为了总结我国有色金属分析技术的新成就,加强有色金属分析技术交流,开拓新的领域,并庆祝中国有色金属分析情报网成立 20 周年(1997 年 10 月 16 日),受中国有色金属工业总公司的委托,中国有色金属分析情报网从 1993 年开始,进行了《中国有色金属分析论文选集》的筹备出版工作,并邀请了多位院士、教授、专家参加了编审等工作。

《论文选集》收录了厂矿、研究院所、高等院校的分析论文共 139 篇,内容涉及现代分析化学的各个领域,即化学分析、电化学分析、原子吸收光谱分析、原子发射光谱分析、X 射线荧光光谱分析、气体分析、色谱分析、流动注射分析、在线分析及质谱、活化、探针、电镜、俄歇能谱分析,以及仪器研制、标准方法及物质研究等许多方面。其中,有部分论文还获得过各级科技成果奖励。《论文选集》内容丰富,基本上反映了当代中国有色金属分析发展的概貌。

近年来,我国分析工作者在电化学、原子吸收光谱、X 射线荧光光谱、流动注射分析及显色试剂的合成等方面的成果已引起世界同行的重视。例如“比例常数法”和“修正比例常数法”的创立,丰富了世界 XRFS 的基体效应校正理论。1-(4-硝基苯基)-3-(2-苯骈噻唑基)-三氮烯是我国分析化学工作者首先研制成功的新显色试剂;“用对撞机同步辐射 XRF 微区分析技术测定单晶硅中掺杂元素”的研究,“混合捕收剂的高效液相色谱测定及协同作用研究”,自动氢化物发生器、高效雾化器、流动注射仪的制造技术都具我国自己的特色。

半个世纪以来,中国的分析化学仪器制造工业从无到有地发展起来。中国有色金属分析情报网 1997 年上半年的调查结果表明,我国已能生产许多优质的分析仪器。原子吸收分光光度计、分光光度计、气相色谱仪、极谱仪等已基本上能够满足国内的需要,并有一部分出口。等离子体单道扫描光电直读光谱仪、X 荧光分析仪等大型分析仪器也能部分满足国内的需要。这也是促进有色金属分析发展的一个有利因素,在本论文选集中也有一定的反映。

在中国有色金属分析走向现代化过程中,在中国有色金属工业总公司有关领导部门和分析化学专家共同努力下,《论文选集》正式出版了,希望它能为下一个世纪我国有色金属工业持续高质量地发展作出贡献。由于编者的水平有限,书中缺点和遗漏在所难免,敬请国内外同行予以指导。

《中国有色金属分析论文选集》编辑委员会

1997 年 7 月 30 日

# 目 录

## 前 言

### 一、光 度 法

新试剂 1-(4-硝基苯基)-3-(2-苯骈噻唑基)-三氮烯的合成及其与铜(Ⅱ)

反应的分光光度研究..... 曹 智 龙 跃 曹诗倜 林 珍(3)

新型硫化氢吸收显色剂(S-XYX)及其测定方法研究 ..... 谢玉祥(8)

碳氟表面活性剂在光度分析中的应用 I. 钪-漂蓝 6B-全氟辛酸钠-碳氢

阳离子表面活性剂体系光度性质的研究 ..... 臧慕文 郑用熙(12)

稀土-漂蓝 6B-邻菲罗啉-氯代十二烷基吡啶体系的分光光度性质及镧钇

共存时钇的测定 ..... 张 文(17)

用 3,5-diBr-PADAP 光度法测定铈 ..... 吴双凤 肖 飞 林亚凤(21)

高灵敏光度法测定岩石中痕量铋 ..... 吴润身(24)

新型在线吸光光度分析仪的研制 .....

..... 黄家林 谭爱民 耿柳弟 徐金华 赵新那(29)

湿法炼锌净化液中痕量锆的在线分析 .....

..... 谭爱民 吴玉霜 柳航辉 黄家林 徐金华 赵新那(32)

选择性透过分离膜用于流动注射分析的研究 ..... 陈剑宏 徐华华(37)

流动注射光度法连续、快速测定锌净化液中微量镉、钴分析方法的研究

..... 李万春 符 斌(40)

双流路流动注射光度法测定含铜物料中的铜 ..... 王守成 林荷花 张永娣(45)

提高流注比色灵敏度的新方法——局部反相流动注射法及其在测定碳酸

锂中硫酸根的应用 ..... 王克俊(48)

三异辛胺负载泡塑富集金铂钯 ..... 张石林 李显平(52)

二苯硫脲-甲基异丁酮泡塑富集液珠萃取比色法测定化探样品中的金银

..... 薛 光(57)

巯基棉分离银取代亚铁氰化物光度法测定矿物岩石中的银 ..... 马德超 姚桂兰(60)

痕量铝的高选择性光度法的研究 ..... 周 南(64)

全差示光度法测定大范围含量锡 ..... 杨素卿 杜治坤(67)

测定氯钨酸铵纯度的差示紫外光度法 ..... 王正模 刘近虞(71)

柱上反相色层 5-Br-DMPAP 分光光度法测定岩矿中微量镍 .....

..... 文显金 周朝晖 杨豫琨(76)

阴离子交换分离氯代磺酚 C 吸光光度法测定氟钨酸钾中微量铈 ..... 吴辛友(79)

## 二、滴 定 法

|                        |             |
|------------------------|-------------|
| 亚铁滴定法快速测定钼铁、钼精矿中钼····· | 余庆麟(85)     |
| 过氧化银的分析方法研究·····       | 黄宝贵 肖国华(88) |
| 分解锡矿石新熔剂的研究·····       | 魏怡若(92)     |

## 三、物 相 分 析

|                                |                  |
|--------------------------------|------------------|
| 地质样品中镓的物相分析方法研究·····           | 张喜元 龚美菱(97)      |
| 在加盐含锗铀煤灰中 Ge 的物相分析·····        | 邢 政 纪英如(100)     |
| 地质样品中痕量金的物相分析·····             | 张 敏 龚美菱(102)     |
| 合金产品中镍的化学物相分析·····             | 桑芦花(106)         |
| 地质样品中痕量银的物相分析·····             | 龚美菱 郑文军(109)     |
| 硫化铜矿中氧化铜测定新方法·····             | 吴三保(113)         |
| 矿石中铅锌物相连续分析·····               | 王汉铭 林信钊 钟 敏(117) |
| 超基性岩硫化铜镍矿中铈、铈物相分析的研究·····      | 杨华根(124)         |
| 用化学物相分析方法研究某锰矿石中钴镍的赋存状态·····   | 王 城 黄宝贵(129)     |
| 五氧化二钒中 V(V) 和 V(IV) 的测定方法····· | 潘世伟(133)         |
| 沉积物中有色金属元素活动性分析·····           | 李 兴 陈永志 卢海龙(136) |

## 四、电化学分析

|                                                         |                  |
|---------------------------------------------------------|------------------|
| 金川原矿及尾矿中痕量钨和铈的催化极谱测定·····                               | 关长胜(143)         |
| 阳极溶出法测定金属镉中痕量铊——应用 JP3-1 型示波极谱仪·····                    | 张文美(146)         |
| 铊(I)离子电化学传感器的研究 II 含 30-冠-10 的铊(I)离子电极<br>与铊(I)的测定····· | 钱国英 吴国梁 张复昇(149) |
| 交流示波极谱法连续滴定锡和铝·····                                     | 牟柏林 王聪伶(154)     |
| 吸附还原计时电位溶出分析法测定铟·····                                   | 王晓良 王 曙(156)     |
| Se(IV)-KBr 体系内 As(III)的极谱吸附催化波的研究及应用·····               | 韦纯敦(158)         |
| 金属钼中微量锡的极谱催化波测定·····                                    | 薛子文 高建民(161)     |
| 自动电位滴定法测定铜合金中 Sn、Al·····                                | 李习纯 曾晓晖(163)     |
| 卷积分出伏安法测定痕量金的研究及其应用·····                                | 江银潮 孙淑媛(166)     |
| 贵金属富集物——二次铜阳极泥、二次合金及热滤渣中碲的催化极谱<br>测定·····               | 肖文达 彭广宾(170)     |
| 集成微管路离子选择电极分析系统研究·····                                  | 孙君燕 崔洪波(175)     |
| 碳纤维束电极差分脉冲阳极溶出伏安法测定矿物中微量金·····                          | 张玉涛 陈国建(178)     |
| 铍(II)-均三溴偶氮胂配合物吸附波研究·····                               | 赵丽瑞 张淑云(181)     |
| 焙烧富集-催化极谱法测定地质试样中痕量碲·····                               | 夏尊宪(185)         |
| 催化极谱法测定贵金属冶金物料中铈·····                                   | 刘复汉 岳尚廉(188)     |
| 高纯碲高纯铋中硫的极谱法测定·····                                     | 邹邦仁(190)         |
| 示波极谱滴定直接测定高含量铅——玻碳电极作为指示电极用于示波                          |                  |



|                                  |         |          |
|----------------------------------|---------|----------|
| 极谱滴定(I).....                     | 李 晃     | 张文美(192) |
| 交流示波极谱滴定高含量锌.....                |         | 李洪儒(195) |
| 海水中痕量总铬的催化极谱测定.....              |         | 罗泗坚(198) |
| 纯钴、镍制品中痕量铜的直接测定——阳极溶出法 .....     |         | 岳尚廉(201) |
| 吹气法离子选择电极测定废水中的氟.....            | 张兴德     | 孙 勇(204) |
| Ga(Ⅲ)-o-CPF 极谱配合吸附催化波研究与应用 ..... | 郝新本     | 张淑云(207) |
| 直接电位法测定工业铝电解质分子比的方法研究.....       | 任凤莲 杨 静 | 刘业翔(211) |
| 铜阳极泥及铜渣中微量铋的测定方法.....            | 赵多仲     | 赵丽莎(214) |
| 极谱配合吸附波测定微量硼的研究.....             | 张志龙     | 刘国根(218) |

## 五、原子吸收分光光度法

|                                              |         |          |
|----------------------------------------------|---------|----------|
| YL-110 型流动注射测金装置的研制 .....                    |         |          |
| ..... 高英奇 郑永章 伍 星 吴海洲 潘鸿器                    |         | 王宏斌(225) |
| 长缝石英管氢化物-火焰原子吸收光谱法测定化探样品及铅锭中微量锡.....         | 王升章     | 龚楚舒(229) |
| 活性炭富集石墨炉原子吸收法测定高冰镍中金、铂、钯.....                | 刘佩君     | 朱湘玉(231) |
| 金川原矿及尾矿中铂和钯的石墨炉原子吸收光谱测定.....                 | 王正模     | 刘近虞(235) |
| 磷酸三丁酯萃取塞曼效应石墨炉原子吸收光谱法测定痕量金的研究 .....          |         |          |
| ..... 刘传胜                                    |         | 郭继光(239) |
| 热解涂层石墨管用于原子吸收测微量钪及基体干扰消除的研究.....             |         | 何捍卫(244) |
| 平台石墨炉原子吸收光谱测定金属铍中痕量银.....                    | 楼锡年     | 张雨乡(248) |
| 火焰原子吸收法测定天青石中锶.....                          | 王国香     | 黄一珍(250) |
| 高纯铯中痕量磷、砷的孔雀绿-磷(砷)酸钼浮膜分离及萃取-间接原子吸收光谱法测定..... |         | 汪明礼(252) |
| FAAS 测定钨及钨化合物中的钾、钠 .....                     |         | 李长岫(255) |
| 石墨炉原子吸收光谱法测定地质样品中痕量金、铂和钯 .....               | 张佩瑜     | 陈国平(258) |
| NK8310 螯合树脂吸附-原子吸收光度法测定铜精矿中的金 .....          |         | 赵熹南(262) |
| 用于原子吸收光谱分析的新型 WHG102A2 型流动注射氢化物发生器 .....     |         | 吴廷照(265) |
| 火试金法富集-石墨炉原子吸收法测定痕量金 .....                   | 徐前流 曾光明 | 匡海燕(267) |
| 铜精矿中金的测定——FIA-纤维微型柱分离富集-缝管 AAS 法 .....       |         |          |
| ..... 张 泉 高晓东                                |         | 曲雅丽(271) |
| 离子交换分离火焰原子吸收分光光度法连续测定金属钛中微量铅锌.....           |         | 薛潮明(276) |

## 六、原子发射光谱分析

|                                          |             |          |
|------------------------------------------|-------------|----------|
| 采用旋流雾室改善 ICP-AES 和 ICP-AFS 分析性能的研究 ..... |             |          |
| ..... 何志壮 吴廷照 谭宝凤 梁中束 安 平 周 伟            |             | (281)    |
| 铈锌基缓冲剂-AES 法测定钛白中 30 种杂质元素 .....         | 陶长嘉         | 余柔嘉(285) |
| 铝青铜中主要成分和杂质元素的光谱分析.....                  | 焦福溪         | 张桂芬(289) |
| 高灵敏度化学光谱快速测金法研究 .....                    | 陈寿根 蔡志贞 付 兰 | 刘进琦(292) |

|                                          |         |          |
|------------------------------------------|---------|----------|
| 铬酸铈、铬酸铷中铁、铝、铅、铜的化学光谱测定 .....             | 鲁明新     | 徐岩毅(295) |
| 发射光谱分析超纯铈中痕量钾钠 .....                     | 刘德祥     | 丁官忠(299) |
| ICP-AES 法测定纯铅中 16 个杂质元素 .....            | 张坚镛     | 隋诚运(301) |
| ICP-摄谱法测定金属铍中痕量钐、铈、钆、镱 .....             |         |          |
| ..... 张文华 白玉琴 王丽美 刘东平 郭丽荣 曹 红 孙洪涛(303)   |         |          |
| 流动注射-氢化物发生-电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定           |         |          |
| 痕量砷锑铋体系的研究 .....                         | 杨 捷 张士通 | 马友生(306) |
| UF <sub>4</sub> 中痕量钐、铈、钆、镱的化学光谱测定 .....  |         | 杨常添(309) |
| 真空蒸发光谱法在高纯金属分析中的应用 .....                 | 丁官忠     | 奚宏杰(311) |
| 氧化铈中非稀土杂质光谱分析 .....                      |         | 钱伯仁(314) |
| 喷射电极在纯铜分析中的应用 .....                      | 苏志福 王连芝 | 路亚军(318) |
| 发射光谱法测定海绵铅中微量元素 .....                    | 余柔嘉     | 陶长嘉(319) |
| HGZ- I 型自动辉光放电光源的研制 .....                |         | 刘湘生(322) |
| 光谱标样均匀度检验及其计算机程序 .....                   | 罗建平 徐哲文 | 梁 颖(324) |
| 用 ICP-AES 技术同时测定铜精矿中铝、锌、镁、砷、锑、镉、钼等 9 种杂质 |         |          |
| 元素 .....                                 |         | 于汉芹(327) |
| 载体分馏光谱法测定高纯氧化钽中微量非稀土杂质元素 .....           |         | 李全福(329) |

## 七、X 射线荧光分析

|                                                                                      |     |          |
|--------------------------------------------------------------------------------------|-----|----------|
| XRF 法分析黄金首饰中的主、次元素——修正比例常数法 .....                                                    | 陈远盘 | 杨仲平(335) |
| 用同步辐射 XRF 微区分析技术测定单晶硅中掺杂元素 As 及 Ge 的分布                                               |     |          |
| ..... 刘亚变 吴 强 魏成连 <span style="border: 1px solid black;">袁汉章</span> 朱 腾 闻 莺(338)     |     |          |
| 化探样品中 25 个主要、次要和微量元素的 X 射线荧光光谱测定 .....                                               |     |          |
| ..... <span style="border: 1px solid black;">袁汉章</span> 刘 洋 贾乐庚(340)                 |     |          |
| XRFA 直接测定高冰镍中的镍、铜、钴、铁和硫 .....                                                        | 方明渭 | 张 砚(342) |
| 铸造 WC 中 W、Mo、Nb、Ta、Ni、Co、Fe、Cr、V、Ti、Si 的 X 光荧光光谱分析                                   |     |          |
| ..... 沈台富(345)                                                                       |     |          |
| 钛合金的 X 射线荧光光谱分析 .....                                                                | 李 燕 | (348)    |
| X 射线荧光光谱法在稀土元素分析中的应用 .....                                                           |     |          |
| ..... 陆少兰 李世珍 郝贡章 许佩珍 李建华 刘 洋(351)                                                   |     |          |
| 大气飘尘的 X 射线荧光光谱分析 .....                                                               |     |          |
| ..... 崔凤辉 王少林 卜赛斌 汪安璞 黄衍初(355)                                                       |     |          |
| X 射线荧光光谱法非破坏测定磁泡薄膜中 Y、Bi、Ca、Fe、Ge、Si .....                                           |     |          |
| ..... 郝贡章 吴长存 李明洁(359)                                                               |     |          |
| 基本参数法和经验系数法相结合的软件开发及其应用 .....                                                        |     |          |
| ..... 许佩珍 <span style="border: 1px solid black;">袁汉章</span> 郝贡章 崔凤辉 陆少兰 卜赛斌 吴长存(361) |     |          |
| X 射线荧光光谱经验系数法与理论 $\alpha$ 系数法相结合在锌冶炼生产分析中                                            |     |          |
| 的应用 .....                                                                            | 张万宝 | (365)    |
| 铝锂合金的 X 荧光光谱法测定 .....                                                                | 关玉珍 | (367)    |

|                                      |              |
|--------------------------------------|--------------|
| X 射线荧光光谱分析微量金 .....                  | 谢琼心(370)     |
| 铌铜合金的 X 荧光光谱分析——二元比例外标法 .....        | 焦继岳 陈和乐(372) |
| 矿石及冶金中间产品中砷的 X 荧光光谱分析 .....          | 王云明(374)     |
| X 射线荧光光谱法测定灵芝及 Ge-132 中 Ge 的含量 ..... |              |
| ..... 卓尚军 陶光仪 王慧娟 吉 昂(376)           |              |
| X 射线荧光光谱法测定铁精矿中的钽 .....              | 周继红 周春山(378) |

## 八、色谱、气体分析

|                                                  |                  |
|--------------------------------------------------|------------------|
| 现代液相色谱进展 .....                                   | 丁长兴 周春山 熊兴安(383) |
| 氧化铅矿混合捕收剂高效液相色谱测定及其协同作用研究 .....                  |                  |
| ..... 周春山 唐丽娟 丁长兴 熊兴安 朱建光(388)                   |                  |
| 氧化铜矿浮选捕收剂高效液相色谱测定及其协同作用机理的研究 .....               |                  |
| ..... 吴名剑 丁长兴 熊兴安 周春山(392)                       |                  |
| 反应-气相色谱法测定微量一氧化碳和二氧化碳气体 .....                    | 叶信火(396)         |
| 非晶硅太阳能电池生产工艺用气分析方法研究 .....                       |                  |
| ..... 崔熙钟 唐福君 蒋文全 林 佳 王婉英(398)                   |                  |
| 玻璃电磁阀在气相色谱分析中的应用 .....                           | 黎修祺 何焕南(403)     |
| 金属离子色谱分析仪的研制 .....                               |                  |
| ..... 金吉祥 杨泽蓉 李维俊 杨 华 曾 华 刘 勋(406)               |                  |
| 双模式离子色谱仪在痕量分析中的应用 .....                          | 刘开录 赵云麒 袁斯鸣(410) |
| 浅析金属试样中氢的提取机理——高相对密度钨合金中微量氢的测定 .....             |                  |
| ..... 王剑秋 王启芳(413)                               |                  |
| 测定铝锂合金中氢的研究 .....                                | 陈文绣 陈 文 李素娟(416) |
| 脉冲加热浴熔法测定钛中氢的研究 .....                            | 郑仲渔(420)         |
| 铜粉中氧的红外法测定 .....                                 | 刘颂禹(423)         |
| 高效毛细管电泳的电导检测和紫外光度检测研究 .....                      |                  |
| ..... 吴家泉 马万培 沈效东 黄宋献(425)                       |                  |
| 矿物浮选药剂水杨羟肟酸和 F <sub>203</sub> 的 HPLC 分离和测定 ..... |                  |
| ..... 陈晓青 刘德全 丁 宇 熊兴安 周春山(429)                   |                  |
| 地质样品中氟、氯的快速分离和测定 .....                           | 蒋仁依 王克娟 张洪波(437) |

## 九、其他分析

|                             |                          |
|-----------------------------|--------------------------|
| 同位素稀释火花源质谱法定量分析人发标准物质 ..... | 马树钦 陈瑾芳(443)             |
| 金矿制样棒磨机的研制 .....            | 陆东澜(445)                 |
| FIA-1 型铀自动分析仪的研制 .....      | 夏步云 朱耀坤 王 彬 丛培元 张 岚(447) |
| 金矿制样中碎机器的研制 .....           | 陆东澜 肖桂华(451)             |
| WS 型氧化铝湿度计的性能及应用 .....      | 黎修祺(453)                 |
| YBaCuO 相比比例的扫描电镜分析 .....    | 刘安生(457)                 |
| 萃淋树脂柱分离高纯稀土在线分析研究 .....     | 陈玉珍 王 强 王方恕 郭志刚(459)     |

过程自动分析仪的研制及应用 .....  
..... 夏步云 朱耀坤 张 岚 丛培元 李资澄 柳 杰 蔡振江(462)  
高纯氧化钪中稀土杂质的电感耦合等离子体质谱法测定..... 刘湘生 柳凤粉(464)  
高纯氧化铈中稀土杂质的电感耦合等离子体质谱法测定及其在氧化铈  
标准物质定值分析中的应用..... 刘湘生 张 文 安 平(467)  
放射化中子活化法测定人骨灰和脏器灰中钍和稀土  
..... 周云鹿 陆蕙娟 包卫东 周满芳(470)  
仪器中子活化法测定地质标样 MGI 中金和银 ..... 陆蕙娟 周云鹿(472)  
利用俄歇电子能谱、离子探针微区表面分析研究微细浸染型金矿金的  
赋存状态..... 邹金生(475)  
粗铜和粗铅中金银分析取制样方法及标准化..... 罗建平 尧 川 范顺科(477)

# 一、光 度 法

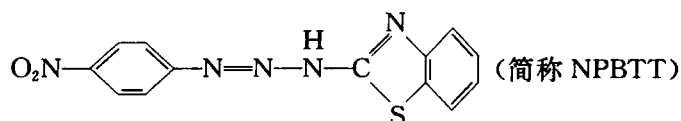


# 新试剂 1-(4-硝基苯基)-3-(2-苯并噻唑基)-三氮烯的合成及其与铜(Ⅱ)反应的分光光度研究<sup>①</sup>

曹 智 龙 跃 曹诗倜 林 珍

(冶金工业部长沙矿冶研究院 长沙市 410012)

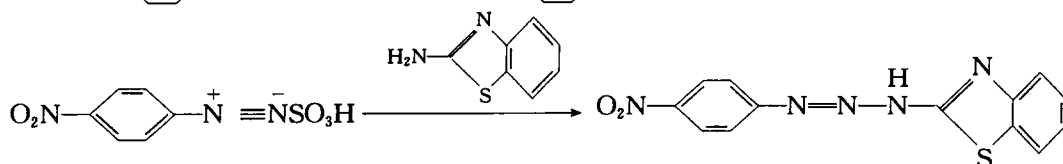
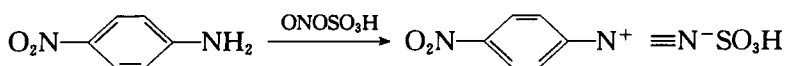
笔者曾于国内首先合成了属于三氮烯类试剂的 DNAAB 并在国内外首先应用于化学分析<sup>[1]</sup>,在国内外首先合成了 2,2'-diCl-DNAAB<sup>[2]</sup>;对于两试剂在化学分析中的应用研究,作者曾发表过十余篇论文,并作过初步小结<sup>[3]</sup>。对三氮烯类试剂及其于分析中的应用,曾作过详细述评<sup>[4]</sup>。近年来,笔者致力于在三氮烯的 3 位代入含有氮、硫的杂环之三氮烯类试剂的研究,在国内外首先合成了在 3 位代入吡啶基<sup>[5,6]</sup>、噻啉基<sup>[7]</sup>、苯并咪唑基的三氮烯,并应用于化学分析。本文在国内外首先报导了代入苯并噻唑基的三氮烯



的合成及其与铜(Ⅱ)反应的分光光度研究。

## 1 NPBT 的合成

### 1.1 合成的主要反应



### 1.2 合成手续

1.2.1 对硝基苯胺的重氮化 量取 15mL 浓硫酸于 100mL 烧杯中,于冰水浴中冷却至 5℃ 以下,缓缓加入 NaNO<sub>2</sub>,摇动。在不断搅拌下于水浴中加热至 70℃,使 NaNO<sub>2</sub> 完全溶解。在低于 5℃ 时加入 4.02g 对硝基苯胺进行重氮化,继续搅拌 1.5h。

① 系龙跃同志硕士学位论文的一部分。

1.2.2 偶合 将 4.35g 2-氨基苯腈倾入上述溶液中,加 2~3mL 浓硫酸,搅拌 30min 后倾入 800mL 冰水中,析出大量橙黄色沉淀。搅匀,放置 15min 后抽滤,将沉淀用二次蒸馏水冲洗至中性(检查洗涤滤液不与苯胺反应为止),用无水乙醇洗涤(除去沉淀中过量的胺类化合物)。在 60℃ 温度下烘干,得橙黄色粉末状粗产品,产出率大于 90%。

1.2.3 精制 用 15~20 倍质量比的 *N,N*-二甲基甲酰胺将粗产品重结晶,得橙黄色沉淀。在 60℃ 温度下烘干,回收率大于 80%。

## 2 NPBTT 的分析鉴定

### 2.1 NPBTT 的元素分析结果

| 元 素   | C     | H    | N     | S     |
|-------|-------|------|-------|-------|
| 实 测 值 | 52.08 | 2.97 | 23.31 | 10.71 |
| 理论计算值 | 52.15 | 3.04 | 23.40 | 10.71 |

可见测定值与理论计算值相吻合,从而证明产品的分子式是  $C_{13}H_9N_5O_2S$ 。

### 2.2 NPBTT 的红外光谱

用美国 Nicolet 公司生产的 740FT-IR 红外光谱仪测定 NPBTT,所得产品的红外光谱图见图 1。由图 1 说明,合成是成功的。在  $3432.18\text{cm}^{-1}$  有一强吸收峰,由 (Ar)-*N-N* 的伸缩振动产生,从而有力地证明了不是偶氮化合物而系重氮氨基化合物; $1338.09\text{cm}^{-1}$  和

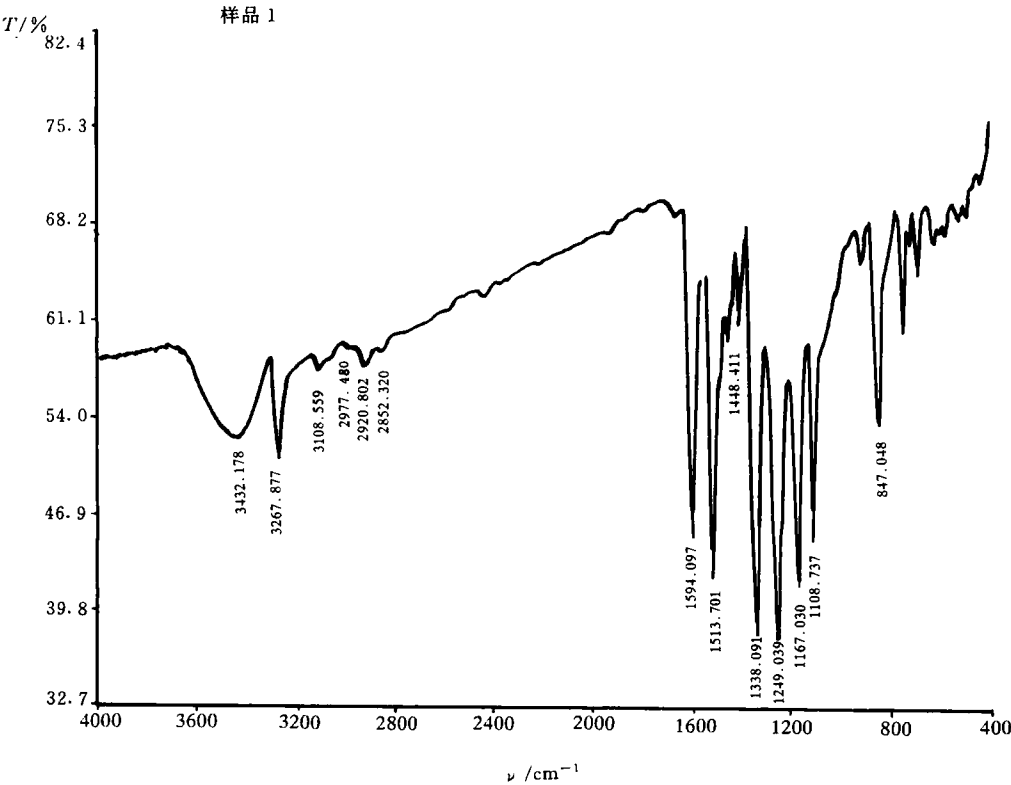


图 1 NPBTT 的红外光谱图

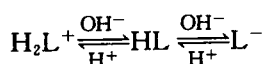


1513.70cm<sup>-1</sup>分别是芳香族硝基化合物的一NO<sub>2</sub>基的对称伸缩振动和不对称伸缩振动；1594.10cm<sup>-1</sup>和 1513.70cm<sup>-1</sup>为芳环的骨架振动；1167.03cm<sup>-1</sup>为 N—N 伸展振动。

### 3 NPBT 的某些性质

NPBT 是橙黄色粉末状固体，熔点为 188.1℃；水溶性小；溶于热乙醇，少溶于冷乙醇；易溶于 N,N-二甲基甲酰胺、丙酮、三氯甲烷；不溶于苯；不溶于酸，易溶于碱溶液。

NPBT 的乙醇溶液呈橙黄色，溶液颜色随 pH 值的不同而变化。有二个变色点；酸性时，由于噻唑上的氮原子以配位键键合一个 H<sup>+</sup>而使试剂分子带正电，溶液呈浅黄绿色，最大吸收峰位于 421nm；弱碱性时，试剂呈橙色，最大吸收峰位于 522nm；强碱性时，试剂离解而呈玫瑰色。离解平衡为：



pH 值 <7.4  
颜色 浅黄绿色

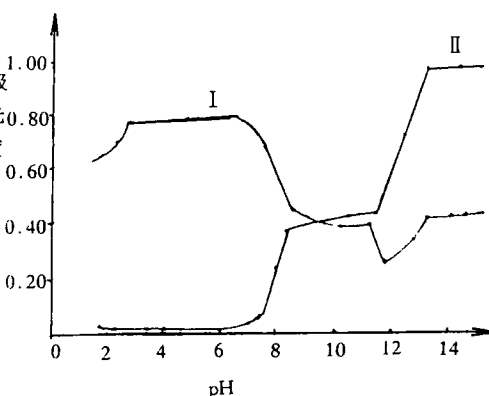


图 2 NPBT 的吸光度与 pH 值的关系曲线

I —λ=421nm; II —λ=522nm

[NPBT]=2.0×10<sup>-5</sup>mol/L

8.0~11.4 >13.1  
橙色 玫瑰色

NPBT 在不同 pH 值的吸收曲线见图 2。

### 4 NPBT 与 Cu(Ⅱ)反应的分光光度研究

#### 4.1 试剂与仪器

3.50×10<sup>-4</sup>mol/L NPBT 溶液：称取 0.0449g NPBT 于烧杯中，以 N,N-二甲基甲酰胺溶解后移入 100mL 容量瓶中，并用它定容；取此溶液 58.33mL 于 250mL 容量瓶中，以无水乙醇定容；

Cu(Ⅱ)标准溶液：用优级纯 CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O 配制成 Cu(Ⅱ)0.1000g/mL 水溶液；由此溶液稀释制成 Cu(Ⅱ)1.00μg/mL 溶液；

20g/L 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)：将 5.0g CTMAB 溶于 250mL 95%乙醇中；

缓冲溶液：把配制成的 0.0500mol/L 硼砂溶液和 0.100mol/L 盐酸以不同比例混合制成不同 pH 值的缓冲溶液。

UV-120-01 型分光光度计(日本岛津公司)。

#### 4.2 实验手续

移取含 5.00μg Cu(Ⅱ)的标准溶液于 25mL 容量瓶中，加 1 滴 0.1%对硝基酚溶液，用 0.1mol/L NaOH 溶液调至黄色后，依次加入 5.0mL pH 值为 8.65 的缓冲溶液、2.00mL NPBT 溶液、0.50mL CTMAB 溶液、2.0mL N,N-二甲基甲酰胺，以水定容(B)。另制成相应的试剂空白溶液(A)[除不含 Cu(Ⅱ)外余同(B)]。以(B)为参比溶液，用 1cm 液池在 UV-