

# 中国地质学会岩矿测试专业委员会微量分析经验 交流会资料摘要选登★

(微量分析经验交流会1982年4月于南京)

## 异金属络合物在微量元素分析中的 应用—钪—钼—偶氮胂Ⅲ三元 络合物测定矿石(物)中微量钪

范蔚全 (云南省地质局实验室)

本文在前人的基础上,通过试验确定钪—钼—偶氮胂Ⅲ异金属三元络合物有较高的灵敏度 ( $\epsilon = 4.46 \times 10^4$ , 灵敏度指数  $0.00101 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ )。在醋酸介质中有十七种金属元素共存时可直接测定钪。

## 含较多量铀的花岗岩中ppm 级痕量铍的光度测定

刘万昌 (四川省冶金地质科学研究所)

本文提出在硝酸铵—氢氧化铵缓冲介质中用铬天青S和溴化十六烷基三甲基胺光度法测定铍。10微克以上的铀用TBP-GDX-103色谱柱滤除, 继以磷酸钛共沉淀富集痕量铍。络合物吸光系数  $4.4 \times 10^4$ , 灵敏度指数  $0.0002 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

## 铌—二溴茜素紫—硫酸根CTMAB 四元混配型络合物测定岩石中 微量铌的初步探讨

容庆新 陈志澄等  
(中山大学化学系)

本文研究了铌、二溴茜素与 CTMAB 在硫酸介质中组成四元混配络合物。其络合比为 1:1:2, 吸光系数  $5.9 \times 10^4$ ; 在 25 毫升体积中  $5 \sim 45$  微克  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  符合比耳定律。详细叙述了干扰离子的消除办法。

## $\text{N}_{135}-\text{DA}_{201}$ 吸附树脂反相色 层分离—偶氮胂Ⅲ比色法 测定矿石中微量钍

周隆业 (203研究所)

本文以  $\text{N}_{135}-\text{DA}_{201}$  吸附树脂为固定相的萃取

色层柱, 钍在 6N 硝酸介质中定量萃取, 用 6N 盐酸解析钍, 然后用偶氮胂Ⅲ比色法测定。

## 地质试样中痕量硒碲的离子交换 分离与诱导比色测定

王华 (桂林冶金地质研究所化探室)

本文用硝酸或逆王水分解样品, 控制硝酸浓度为  $0.05 \sim 0.18 \text{ N}$ 。用活性炭吸附银和有机质, 清液上柱交换, 并直接用金溶胶诱导比色测定洗出液中的硒。然后用  $0.8 \sim 0.9 \text{ N}$  硝酸洗提碲, 用金溶胶诱导比色测定碲。硒与碲的检出限分别为  $2 \times 10^{-10}$  克/毫升、 $1 \times 10^{-10}$  克/毫升。

## 岩石矿物中锆铪的反相色谱分离及 分光光度法测定

田淑贵 陶朱  
(中国科学院地球化学研究所)

由于铪在硝酸介质中可被磷酸三丁酯、正戊醇及二甲苯所优先萃取, 故把磷酸三丁酯作为固定相, 硝酸作为流动相。经分离后铪的  $R_f$  值应大于锆的  $R_f$  值, 从而达到少量铪与大量锆的有效分离。

## 在两性表面活性剂存在下矿石中 微量铍的直接测定

史慧明 李金和 (南开大学化学系)

本文提出在 DDMAA (十二烷基二甲基胺基乙酸) 存在下, 以铬天青 S 进行水相中铍的光度测定。在  $\text{pH} 6.1 \sim 7.5$ , 络合物吸光系数  $1.12 \times 10^4$ 。体系允许较大量的氨基络合剂、有机羟基酸等掩蔽剂存在, 大大提高了方法的选择性。

★ 凡需全文资料者, 请与作者直接联系, 本刊不代转复

### 铊(Ⅱ)与碘绿成色反应的探讨—

#### 矿石中铊的测定

任寄虹 (四川省地质局实验室)

施伟元 杨建明

(成都地质学院77届学生)

研究了碘绿与  $[TiCl_4]^-$  络合物的生成条件, 络合物的组成为 1:1。苯溶液中吸光系数为  $9.4 \times 10^4$ 。发现在稀王水介质中碘绿与铊的络合物灵敏度更高, 据此拟定了用碘绿比色测定铊的方法。

### meso-四-(对磺基苯)卟啉 [TPPS<sub>4</sub>]的合成及其分光光度法

#### 测定矿石中的微量铜

陈炳荣 (地质部矿产综合利用研究所)

作者合成了 meso-四-(对磺基苯)卟啉 [TPPS<sub>4</sub>] 试剂。采用直接测量试剂和铜的络合物的吸收值。用氟化钠为掩蔽剂消除铁钛等离子的干扰。 $0\sim 0.1$  ppm 铜符合比耳定律 ( $\epsilon = 3.7 \times 10^5$ )。

### 5-[3,5-二溴-2-吡啶]偶氮]- 2,4-二氨基甲苯分光光度法

#### 测定矿石中微量钴

王金甫 (地质部矿产综合利用研究所)

作者合成了该试剂, 并用于测定钒钛磁铁矿石及其选矿产品中微量钴, 无需任何分离。它和钴(Ⅱ)络合物的吸光系数为  $1.16 \times 10^5$ 。铁的允许量大大超过 PADAB 类试剂。

### 甲基磷酸二甲庚酯 (P<sub>350</sub>)-吸附树 脂萃取色层分离联合测定

#### 矿石中铀和钍

钟妙兰 (二机部北京铀矿地质研究所)

本文以 P<sub>350</sub> 作固定相, 选用几种大孔吸附树脂、硅球、聚三氟氯乙烯粉作为 P<sub>350</sub> 分离、富集铀、钍的担体, 研究了 P<sub>350</sub>-HNO<sub>3</sub> 体系对铀钍的色层分离条件及矿石分解方法, 拟定了高铀低钍或低铀高钍连续测定的方法。测定范围为  $10^{-4}\sim 0.3\%$ 。

### 化探样品中微量硼的乙基罗丹明 B比色测定

邓维群 (福建省地质局中心实验室)

方法基于形成负一价络阴离子  $BF_4^-$ , 而后与碱性染料单电荷阳离子进行离子缔合反应。故选择碱

性较强的罗丹明 B 染料作为显色剂, 方法有较高的萃取率和灵敏度, 利于目测。检出限为  $0.1\mu g$  硼。

### 2,2,4-三甲基戊二醇-1,3萃取

#### OP增溶姜黄素法测定岩石中微量硼

朱玉伦

(中国地质科学院岩矿测试技术研究所)

本文使姜黄素及与硼的络合物成水溶物。少量 OP 存在, 可以用水为介质除去质子化姜黄素干扰。克分子吸收系数可达  $1.96 \times 10^6$ 。作者探讨了 TMPD 与硼的络合物在有机相的行为。

### 希土总量的标准测定一对兴多偶氮

#### 氯磷光度法测定希土总量

刘恒林 瞿煜心 吴斌才 徐大年

(华东师范大学) (有机合成研究所)

本文应用对兴多偶氮氯膦为希土总量的显色剂, 它不但具有较高的灵敏度和选择性, 且对各种不同来源的希土矿样及不同比例的轻重混合希土, 可用同一条检量线查得, 从而简化了操作手续。

### J-22试剂激光荧光法快速测定

#### 地球化学样品中微量铀

李清贞 张延安

(北京铀矿地质研究所)

本文用 J-22 抗干扰荧光试剂激光荧光法直接快速测定 ICP 光谱法多元素测定后的残液中微量铀, 每次测定只需要 0.25 毫升。本法检出限为 0.05 ppm (Ju-1) 和 0.06 ppm (UA-3)。

### 泡沫塑料负载磷酸三丁脂分离富集岩

#### 矿中微量元素及其原子吸收法测定

王长发 张秋艳

(地质部天津地质矿产研究所)

本文采用 TBP 负载在泡沫塑料上作为吸附体, 在盐酸或王水介质中吸附富集金, 小于 1 微克金也能吸附完全, 用稀硫酸溶液解吸后, 进行原子吸收法测定。取样 10 克时下限能测至 0.0× 克/吨。含量 0.31 克/吨的相对标准偏差不大于 10%。

### “涂层—平台”石墨管炉无火焰原

#### 子吸收法测定矿石中 ppb

#### 级痕量金

赵铁荣 云秀英 (冶金部地质研究所)

本文提出以涂层的石墨平台法用于金的测定,

不但解决了管子性能差异所引起的灵敏度的变异，同时提高了灵敏度和稳定性，拟订了在不用标尺扩展的情况下，吸收1%时，灵敏度为0.0004微克/毫升，可测定矿石中0.001—0.1克/吨金的方法。

### 氢化物发生—原子吸收分光光度法

#### 测定矿石中的微量铅

林守麟 周俊明 黄慧萍

(武汉地质学院化分系)

本文选用氩气为载气，在12%的硼氢化钠和盐酸介质中，对于大量基体存在下的化探样品，无须其它分离和富集手续即可测定。

### 无火焰法测定地质样品中的微量金

彭 涛 (湖南省地质局实验室)

本文分别采用聚氨酯型泡沫塑料吸附和醋酸丁酯萃取分离法，进行了石墨炉法测定硫脲解脱液和

有机溶剂中金的条件试验。测定范围为 $0.00x \sim x.0$ 克/吨金。

### 甲基异丁酮萃取石墨炉原子吸收测定 岩石中痕量金的方法初探

顾靖飞

(中国科技大学地球和空间科学系)

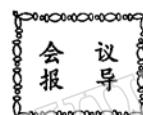
由于MIBK具有水溶性小，萃取率高，选择性好，它的金的络合物溶液具有很好的稳定性。0.05  $\mu g/ml$  Au-MIBK溶液的相对标准偏差为4.29%。测定的绝对灵敏度是 $0.02ng/1\%$ 吸收。

### 岩石矿物中金的无火焰原子吸收测定

郭安贞 莫德明 王道迺

(中国科学院地球化学研究所)

本文研究并应用了三正辛胺—甲基异丁酮萃取或泡沫塑料吸附分离，而后以电热原子吸收测定金的方法。



### 地球化学标准参考样分析测试研讨会在北京召开

地质矿产部物探研究所和岩矿测试技术研究所于1982年6月21日至25日在北京召开了地球化学标准参考样分析测试研讨会。地质系统、冶金部和中国科学院等系统三十多单位的近70名代表参加了会议。

大会首先由物探研究所谢学锦副所长和地质矿产部科技局负责人李善芳先后讲了话，测试研究所科技处李连仲同志作了有关标准样分析方法问题的发言。分析方法的讨论以专业组形式进行，研究了第一批八个水系沉积物标准参考样的33个痕量元素和稀有、稀散、稀土元素的分析测试问题。大会进

行了原子吸收专题介绍、出席加拿大国际化学探会议和考察报告等学术活动，学术报告内容丰富，形式生动。会议又介绍了第二批标准样品采集与制备情况及分析测试工作细则，对两批样品分析测试的安排和有关协作作了具体安排。这次研讨会的召开使与会代表信心倍增，为提高分析方法汇编和推荐值的成果，为我国首次地球化学标准样的研究取得新水平而共同努力。

地质矿产部岩矿技术测试所

沈慧君 供稿

### 启 事

由于印刷上的大意，误将第二期中的60页和63页位置颠倒，以及将目录的页码误编为末码，特此声明并向读者致以歉意。

岩矿测试编辑部