

# 萃取-比色法测定热铀溶液中的微量锆

黄浩新 陈佩贤 平佩贞 王效英

本文研究了在  $\text{HNO}_3$  介质中使用  $0.01 \text{ M}$  PMBP-氯代苯/二甲苯萃取分离锆的条件以及  $\text{Zr}-0.01 \text{ M}$  PMBP 有机相直接使用  $0.05\%$  二甲酚橙-乙醇 (95%) 显色的条件, 确定了比色测定含有铝、铁、钪、铌、钽和氟等离子的热铀溶液中微量锆的分析程序。此程序对锆萃取分离的选择性较好, 比色操作简便。

## 一、前言

二甲酚橙原先是常用的络合滴定指示剂之一<sup>[1]</sup>。程广禄<sup>[2]</sup>首先提出把它作为比色测定微量锆的显色剂。后来很快就把它应用于合金<sup>[3,4]</sup>和矿样<sup>[5]</sup>中微量锆的分析。但是对于含大量铀、钍的样品, 还必须进行萃取分离锆才能消除对比色的干扰。倪哲明等<sup>[6]</sup>采用 BPHA 萃取法, 并在有机相中用二甲酚橙直接显色。但是对于分析热铀溶液中的微量锆来说, 使用 BPHA 萃取时, 它会共萃取  $^{95}\text{Zr}$  和  $^{95}\text{Nb}$ 。而  $^{95}\text{Nb}$  的放射性比  $^{95}\text{Zr}$  还强, 这样要比色测定微克量的锆, 操作的放射性比较强, 因此最好不萃取  $^{95}\text{Nb}$ , 以尽量减少比色操作时所受的辐照剂量。而 PMBP 对锆萃取的选择性比较高, 可以不萃取  $^{95}\text{Zr}$ 。有关 PMBP 萃取测定锆的文章很多<sup>[7-10]</sup>, 但是尚未看到在 PMBP 有机相中直接显色测定锆的报道, 一般在进行比色测定时, 要首先蒸去有机溶剂和破坏有机试剂, 操作比较麻烦<sup>[9]</sup>。本文研究了在  $\text{HNO}_3$  介质中  $0.01 \text{ M}$  PMBP 萃取分离锆及其有机相用二甲酚橙显色的条件, 建立了测定程序, 适用于含铝、铁、钪、铌、钽和氟等离子的热铀溶液中微量锆的分析测定。此程序的优点是 PMBP 对锆的萃取分离效果较好, 使杂质离子对显色的干扰较少; 在有机相中直接显色, 操作简单方便, 分析的重现性较好。

## 二、实验部分

### 1. 试剂

**硝酸锆溶液:** 将硝酸锆溶于  $5 \text{ N HNO}_3$ 。在沸水浴中以二甲酚橙作指示剂, 边摇边使用 EDTA 滴定, 标定锆的浓度, 并用  $5 \text{ N HNO}_3$  稀释, 配成浓度为  $17.7$  微克/毫升的标准锆溶液。

**$0.05\%$  二甲酚橙-乙醇 (95%) 溶液:** 钠型二甲酚橙难溶于乙醇, 易溶于水, 所以要用  $95\%$  乙醇溶解很困难。我们是将所需重量的钠型试剂先溶在相当于总体积的  $5\%$  的水中, 然后补加  $95\%$  体积的无水乙醇, 配得  $0.05\%$  二甲酚橙-乙醇 (95%) 溶液。为了保证试剂质量, 每批溶液使用时间最好不超过一星期。溶液避光保存。

0.01 M PMBP-氯代苯/二甲苯 (1:1): 称取一定量的 PMBP 溶于体积比为 1:1 的氯代苯/二甲苯中。

其它试剂均为分析纯。

## 2. 实验操作程序

(1) 准确量取待分析溶液于磨口离心管中, 配成 2 N HNO<sub>3</sub> 溶液, 加入适量的抗坏血酸, 放置 20 分钟。

(2) 加入 0.01 M PMBP, 振荡萃取, 离心分相。然后分别用 7 N 或 5 N HNO<sub>3</sub>-0.5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 和 1 N HNO<sub>3</sub> 洗涤。

(3) 取 1.0 毫升有机相于 10 毫升容量瓶中; 加入 2.6 毫升 0.05% 二甲酚橙-乙醇 (95%) 溶液和 95% 乙醇, 在 50°C 水浴中加热半小时。冷却, 用 95% 乙醇稀释至刻度。

(4) 比色的试剂空白 0.01 M PMBP-氯代苯/二甲苯经过同样的程序操作制得。

(5) 使用 2 厘米厚度的比色槽, 在 537 毫微米波长处测量样品的吸光度, 从工作曲线中求得锆含量。

## 三、实验结果与讨论

### 1. PMBP 萃取锆的条件选择

在 1—8 N HNO<sub>3</sub> 介质中, PMBP 能定量萃取锆<sup>[7,8]</sup>。我们采用的萃取酸度为 2 N HNO<sub>3</sub>。至于 PMBP 的浓度, 只要与载体浓度之比大于 4 倍, 萃取率就没影响<sup>[8]</sup>。所以我们萃取微量锆, 采用 0.01 M 浓度就足够了。

(1) 溶剂的选择 我们使用氯仿、二甲苯、氯代苯和 1:1 的氯代苯/二甲苯作溶剂, 当 PMBP 浓度为 0.01 M 时, 除氯仿外, 其他溶剂都能使 PMBP 定量萃取锆。可是二甲苯与二甲酚橙-乙醇溶液的互溶性比氯代苯要差些, 而氯代苯的比重又大于 1, 不易分相, 因此使用 1:1 的氯代苯/二甲苯混合液作溶剂比较适宜 (表 1)。

表 1 在 3 N HNO<sub>3</sub> 中不同溶剂对 0.01 M PMBP 萃取<sup>95</sup>Zr 的影响

溶 剂	氯 仿			二 甲 苯		氯 代 苯	氯代苯/二甲苯	
萃取时间, 分	5	10	15	5	8	10	5	10
萃取率, %	38.4	65.4	82.8	98.2	98.6	100	99.1	99.1

(2) 萃取平衡时间的测定 我们测定了在 2 N HNO<sub>3</sub> 中, 0.01 M PMBP 萃取<sup>95</sup>Zr 的萃取平衡时间, 并且作了加与不加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的比较。发现不加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 萃取平衡比较快, 3 分钟就能萃取完全 (图 1); 而加入 0.5~1.0% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 后, 萃取平衡比较慢, 10 分钟还未萃取完全 (图 2)。

(3) 有铀、氟、铝存在下, PMBP 对锆的萃取 施鼎等<sup>[11]</sup>认为, PMBP (0.01 或 0.02 M) 萃取时, 当水相铀浓度达到 150 毫克/毫升即出现三相沉淀。我们实验表明, PMBP

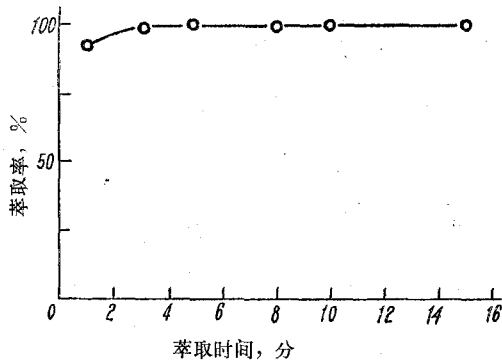


图 1 在 2 N HNO<sub>3</sub> 中 0.01 M PMBP 萃取 <sup>95</sup>Zr 的平衡时间

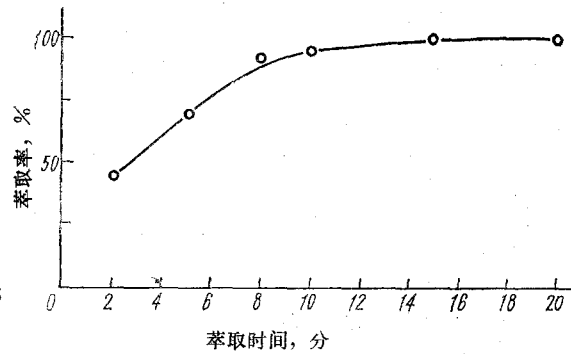


图 2 在含有 0.5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的 2 N HNO<sub>3</sub> 中, 0.01 M PMBP 萃取 <sup>95</sup>Zr 的平衡时间

为 0.01 M, 水相铀浓度为 110~150 毫克/毫升, 未出现三相沉淀。但是用含有 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的酸洗涤有机相时, 发现管壁有少量过氧化铀沉淀产生; 如果萃取时加入 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 铀浓度为 20~30 毫克/毫升也会出现沉淀, 一旦有沉淀产生, <sup>95</sup>Zr 的萃取率受影响。我们控制铀浓度小于 100 毫克/毫升, 萃取时不加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 而改为从洗涤酸中加入 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 来改善 <sup>95</sup>Nb 的去污, 这样 <sup>95</sup>Zr 能被定量萃取。有 F<sup>-</sup> 存在时, 只要加入足够量的 Al<sup>3+</sup>, 不影响 <sup>95</sup>Zr 的萃取率。有机相与水相的相比分别为 2:2, 2:3, 2:4 时, <sup>95</sup>Zr 均能定量萃取 (表 2)。

表 2 有铀、氟、铝存在下 0.01M PMBP 对 <sup>95</sup>Zr 的萃取率\*

相比 (有:水)	[HNO <sub>3</sub> ], N	
	3	2
	[F <sup>-</sup> ], M	
	5.8 × 10 <sup>-4</sup>	5.8 × 10 <sup>-4</sup> 1.8 × 10 <sup>-3</sup>
2:2	99.4	99.2      99.3
2:3	98.4	99.7      —
2:4	—	98.3      —

\* 铀浓度为 91 毫克/毫升, 铝浓度为 6.3 × 10<sup>-3</sup> M。

## 2. PMBP 萃取程序对 <sup>95</sup>Nb、<sup>239</sup>Pu、<sup>239</sup>Np 的萃取

(1) 对 <sup>95</sup>Nb 的萃取 在 HNO<sub>3</sub> 介质, PMBP 对长寿命裂片元素 <sup>106</sup>Ru, <sup>137</sup>Cs, <sup>144</sup>Ce, <sup>90</sup>Sr 等的萃取很少, 去污因数可达 10<sup>3</sup>; 在加入少量 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 时, 能抑止 PMBP 对 <sup>95</sup>Nb 的萃取, 去污因数可达 10<sup>2</sup>[8,10], 但是在 HNO<sub>3</sub> 介质没有 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 存在时, 0.1 M PMBP 能定量萃取 <sup>95</sup>Nb[12]。然而, 当 PMBP 浓度为 0.005 M 时, 在 2 N HNO<sub>3</sub> 中, <sup>95</sup>Nb 的萃取率也只有 0.5% 左右[8]。

我们的实验表明, 在 2 N HNO<sub>3</sub> 中, 0.01 M PMBP 对 <sup>95</sup>Nb 的萃取小于 0.5%; 而有大量铀存在时, <sup>95</sup>Nb 的萃取要增加, 即使洗涤时加入浓度为 0.5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 仍然有少量 <sup>95</sup>Nb 萃取; 但是样品中含有 F<sup>-</sup> 时, 能改善 <sup>95</sup>Nb 的去污 (表 3)。然而, 对于比色测定微量铈来说, 即使有少量 <sup>95</sup>Nb 被萃取也不会产生影响。

(2) 对 <sup>239</sup>Pu 的萃取 PMBP 能定量萃取 Pu(IV)[13], 而 Pu(III) 的分配系数比较低。我们采用浓度为 15 毫克/毫升的抗坏血酸作还原剂, 放置 20 分钟, 将 Pu(IV) 还原为

表 3 在 2N HNO<sub>3</sub> 介质中 0.01 M PMBP 对 <sup>95</sup>Nb 的萃取

铀浓度, 毫克/毫升	HF 浓度, M	洗 涤 酸	<sup>95</sup> Nb 萃取率, %
—	—	—	< 0.5
91	—	—	33.4
91	—	7NHNO <sub>3</sub> -0.5%H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 与1NHNO <sub>3</sub>	3.9
91	5.8 × 10 <sup>-4</sup>	7NHNO <sub>3</sub> -0.5%H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 与1NHNO <sub>3</sub>	< 0.5

表 4 0.01 M PMBP 萃取程序对 <sup>239</sup>Pu 的去污因数

加入 <sup>239</sup> Pu 量, 微克	洗 涤 酸	萃 取 率, %	去 污 因 数
20	7NHNO <sub>3</sub> -0.5%H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 与1NHNO <sub>3</sub>	0.023	4.4 × 10 <sup>3</sup>
10	1NHNO <sub>3</sub>	0.26	4.2 × 10 <sup>2</sup>

Pu(III), 使本分析程序对 Pu 的去污因数大于 10<sup>3</sup>(表 4)。

(3) 对 <sup>239</sup>Np 的萃取 PMBP 也能定量萃取 Np(IV)<sup>[14]</sup>。一般情况下热铀溶液中的 Np 不会以四价状态存在。但是为了防止 PMBP 萃取 Pu, 加入抗坏血酸作还原剂, 结果 Np(V) 也被还原为 Np(IV)。我们采用 7 N HNO<sub>3</sub> 洗涤的办法来降低 Np(IV) 的分配比, 使得 Np 的萃取率小于 3%。热铀溶液中 <sup>237</sup>Np 的含量比铀小一个数量级以上, 所以 Np 萃取率小于 3% 时, 对二甲酚橙比色测定不会产生影响。

表 5 PMBP 萃取程序对 <sup>239</sup>Np 的萃取

加入 <sup>239</sup> Np 量, 计数/分	洗 涤 酸	有机相 <sup>239</sup> Np 量, 计数/分	萃 取 率, %
1.94 × 10 <sup>5</sup>	1NHNO <sub>3</sub>	8.24 × 10 <sup>4</sup>	42.6
1.94 × 10 <sup>5</sup>	7NHNO <sub>3</sub> -0.5%H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 与1NHNO <sub>3</sub>	5.13 × 10 <sup>3</sup>	2.6

### 3. PMBP-Zr-二甲酚橙的显色条件

(1) 加热显色条件 Zr-0.01 M PMBP-氯代苯/二甲苯与二甲酚橙-乙醇溶液混合后, 在常温下有机相中 Zr-二甲酚橙的显色很慢, 放置 6~7 小时也显色不完全。如果 PMBP 浓度高于 0.01 M, 显色时间就更长。但是在水浴中加热能加速显色, 加热的温度和时间的影响列于表 6。我们采用的显色条件是在 50°C 水浴加热半小时。显色后络合物的颜色能稳定两小时以上。Zr-二甲酚橙在 0.01 M PMBP 有机相中的吸收曲线表明, 测定吸光度的波长选用 537 毫微米为宜 (图 3)。

表 6 加热温度和时间对吸光度的影响

水 浴 温 度, °C	50			55		
	20	25	30	15	20	25
测得吸光度	0.346	0.358	0.366	0.347	0.350	0.355

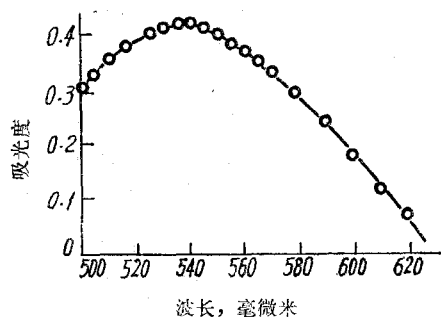


图 3 Zr-二甲酚橙在 0.01 M PMBP-氯代苯/二甲苯有机相中的吸收曲线

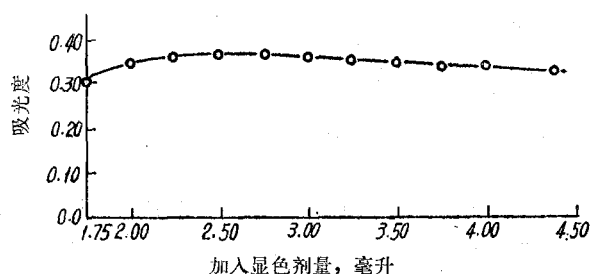


图 4 显色剂量对吸光度的影响

(2) 洗涤酸浓度与  $H_2O_2$  加入方式的影响 为了提高对 U、Np 的去污，采用 7 N 或 5 N  $HNO_3$  洗涤。但是 PMBP 中硝酸浓度增加后，结果 Zr-二甲酚橙不显色，再用 1 N  $HNO_3$  洗涤以降低 PMBP 所萃的酸度才能显色正常。然而 7 N  $HNO_3$  有时会使 PMBP 部分破坏而颜色变浅，尤其是硝酸经光照分解后更是如此，结果 PMBP-二甲酚橙的空白吸光度变小，而且不稳定。加入  $H_2O_2$  可以抑制这种作用。但是洗涤时先加 7 N  $HNO_3$ ，后加  $H_2O_2$  也不行，必须采用 7 N  $HNO_3$  和  $H_2O_2$  的混合液，试剂空白的吸光度才能稳定。因此在分析程序中先用 7 N 或 5 N  $HNO_3$ -0.5%  $H_2O_2$  洗涤，再用 1 N  $HNO_3$  洗涤，这样既保证程序对 U、Np 的去污，又保证 Zr-二甲酚橙的正常显色。

如果 Np 的含量小于 4 微克/毫升时，可不采用 7 N  $HNO_3$  洗涤，只用 5 N  $HNO_3$  就行了。酸度低些将有利于试剂空白吸光度的稳定。

(3) 显色剂用量对吸光度的影响 不同量的 0.05% 二甲酚橙-乙醇(95%)溶液对吸光度的影响，其结果见图 4。显色剂量在 2.25~3.00 毫升的范围内，吸光度不变。程序采用的显色剂量为 2.6 毫升。

#### 4. 工作曲线

加入已知量的标准锆溶液，按照萃取程序操作，制得锆浓度分别为 5.9 微克/毫升和 11.8 微克/毫升的 Zr-PMBP 有机相。准确量取不同锆量的有机相于 10 毫升容量瓶中，并补充加入经过同样程序操作的 PMBP 试剂空白，使其总加入的有机相量为 1.0 毫升。然后按显色条件进行显色，在 537 毫微米波长处，使用 2 厘米厚度的比色槽测量吸光度绘制工作曲线(图 5)。在 1~12 微克范围内服从比尔定律。

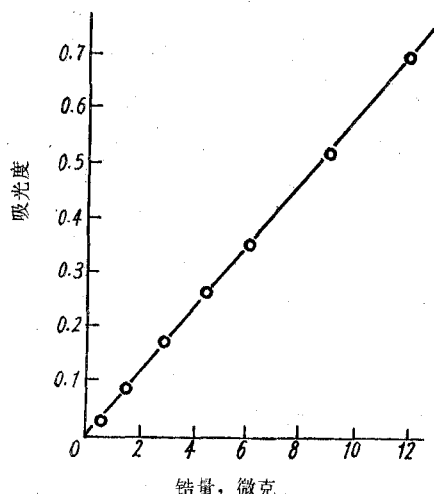


图 5 比色测定锆的工作曲线(波长为 537 毫微米)

5.9 微克锆在工作曲线查得吸光度为 0.353。按分析程序作了六个纯锆的平行样品，测得 5.9 微克锆的吸光度为  $0.355 \pm 0.003$ ，相对标准误差小于 1%。

### 5. 杂质离子对 Zr 比色测定的影响

在 HNO<sub>3</sub> 介质中, PMBP 能萃取 Fe(III), Pu(IV), Np(IV), Ti(IV) 和 Nb(V) 等。在低酸时 PMBP 也能萃取小部分的 U(VI)。在 2 NHNO<sub>3</sub> 中, 当加入抗坏血酸后, Fe(III)、Pu(IV) 均还原到低价而不被萃取。但是硝酸浓度高于 2 N 时, Fe(II) 不稳定, 仍会有部分以三价形式存在而被 PMBP 萃取。采用 7 NHNO<sub>3</sub> 洗涤后, Np(IV)、U(VI) 在 PMBP 的分配比大大降低, 消除了对锆比色的干扰。采用 5 NHNO<sub>3</sub> 洗涤, 效果也比较好。在洗涤酸中加入 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 后, 能将 Ti(IV) 和 Nb(V) 从有机相中洗下来。F<sup>-</sup> 的存在影响 PMBP 对锆的萃取, 但是加入适量的 Al<sup>3+</sup> 后, 也消除了 F<sup>-</sup> 的干扰。各种离子的影响结果列于表 7。

表 7 其他离子对测定 Zr 的影响  
(加入 Zr 量 5.9 微克)

加入形式	加入离子及加入量, 毫克	Zr 测得量, 微克	加入形式	加入离子及加入量, 毫克	Zr 测得量, 微克
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Al <sup>3+</sup> 1.0	5.9	<sup>237</sup> Np(V)*	NpO <sub>2</sub> <sup>+</sup> 0.004	6.1
Th(NO <sub>3</sub> ) <sub>4</sub>	Th <sup>4+</sup> 0.10	6.1	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Fe <sup>3+</sup> 0.083	6.1
Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Ni <sup>2+</sup> 1.0	5.9	UO <sub>2</sub> (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	UC <sub>2</sub> <sup>2+</sup> 91	5.9
CrCl <sub>3</sub>	Cr <sup>3+</sup> 1.0	6.0	$\left\{ \begin{array}{l} \text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \\ \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \\ \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \end{array} \right\}$	UO <sub>2</sub> <sup>2+</sup> 91	6.0
TiCl <sub>4</sub>	Ti <sup>4+</sup> 1.0	6.0		Fe <sup>3+</sup> 0.085	
				Al <sup>3+</sup> 0.67	
$\left\{ \begin{array}{l} \text{HF} \\ \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \end{array} \right\}$	F <sup>-</sup> 0.067	5.9	$\left\{ \begin{array}{l} \text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \\ \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \\ \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \end{array} \right\}$	UO <sub>2</sub> <sup>2+</sup> 91	6.2
	Al <sup>3+</sup> 0.23			Fe <sup>3+</sup> 0.25	
				Al <sup>3+</sup> 0.67	

\* 含 Np, U 杂质的样品, 高酸洗涤时分别使用 7N 和 5NHNO<sub>3</sub>, 其结果相同。

## 四、推荐的分析程序

(1) 取 0.2~0.5 毫升热铀溶液于磨口离心管中, 配成 2 NHNO<sub>3</sub> 溶液 2.0~2.5 毫升, 加入 60 毫克抗坏血酸, 放置 20 分钟。

(2) 加入 1.5 毫升 0.01 MPMBP-氯代苯/二甲苯(1:1), 振荡萃取 8 分钟, 离心分相。然后分别用 5 N 或 7 NHNO<sub>3</sub>-0.5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 和 1 NHNO<sub>3</sub> 洗涤 4 分钟。

(3) 取 1.0 毫升有机相于 10 毫升容量瓶中, 加入 2.6 毫升 0.05% 二甲酚橙-乙醇(95%)溶液, 再加入约 3 毫升 95%乙醇, 在 50°C 水浴中加热半小时。冷却, 用 95%乙醇稀释至刻度。

(4) 比色使用的试剂空白 0.01 MPMBP-氯代苯/二甲苯经过同样程序操作制得。

(5) 使用 2 厘米厚度的比色槽, 在 537 毫微米波长处测量样品的吸光度, 从工作曲线中求得锆含量。

## 五、讨 论

1. 为了避免过氧化铀沉淀, 萃取时不加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 改从洗涤酸中加入。在高酸洗涤中加入 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 有两个目的: ① 改善<sup>95</sup>Nb 的去污; ② 抑制 HNO<sub>3</sub> 对 PMBP 的破坏作用。把 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

的浓度加大些,大概还能提高 $^{95}\text{Nb}$ 的去污。

2. 为了防止 PMBP 被破坏,高酸洗涤最好使用  $5\text{ N HNO}_3$ , 而不要用  $7\text{ N HNO}_3$ 。只要  $\text{Np}$  量小于 4 微克/毫升,  $5\text{ N HNO}_3$  洗涤即可。所用的洗涤硝酸要避光保存,以免分解。

3. PMBP-Zr 与二甲酚橙-乙醇在常温下显色时间长达 6~7 小时。这可能是由于 PMBP 与锆的络合能力比较强造成的。但是加热能加速显色反应,大大缩短显色时间,使得此程序应用于实际分析成为可能。

4. 如果样品溶液中铀的含量大,可将水相稀释至铀浓度小于 100 毫克/毫升,这样萃取和洗涤时不会出现沉淀。水相体积过大,可以改变萃取相比,水相:有机相为 2:1,也不影响锆的萃取率。

5. 使用此程序分析了后处理流程的热铀溶液中的微量锆,得到了比较满意的结果。

### 参 考 文 献

- [1] R. 蒲希比, 络合滴定及其应用, 科学出版社, 1961 年。  
 [2] K. L. Cheng, *Talanta*, 2, 61 (1959).  
 [3] K. L. Cheng, *Talanta*, 2, 187 (1959).  
 [4] 陈云舫等, 化学学报, 27, 181 (1961).  
 [5] В. Ф. Луквянов и др., *ЖАХ*, 16, 248 (1961).  
 [6] 倪哲明等, 化学学报, 30, 290 (1964).  
 [7] 毕木天等, 原子能科学技术, 9, 817 (1965).  
 [8] 柴之芳、毛家骏, 原子能, 4, 254 (1966).  
 [9] 钱鉴芳, 锆(铪)-PMBP 螯合物的溶剂萃取及矿石中少量锆(铪)的测定, 湖南冶金地质研究所 (1973), 内部资料。  
 [10] 崔安智等, Purex 流程中 $^{90}\text{Zr}$ 、 $^{95}\text{Nb}$ 及 $^{95}\text{Zr}$ - $^{95}\text{Nb}$ 的放射测定 (1966), 内部资料。  
 [11] 施鼎等, PMBP 萃取分离铀的研究, 北京大学, (1964), 内部资料。  
 [12] М. К. Чмутова и др., *ЖАХ*, 23, 1476 (1968).  
 [13] Ю. А. Золотов и др., *ЖАХ*, 21, 1217 (1966).  
 [14] Л. И. Мосеев и др., *Радиохимия*, 10, 309 (1968).

(上接第 235 页)

### 参 考 文 献

- [1] F. Oehme et al., *Z. Anal. Chem.*, 251, 1(1970).  
 [2] Fu Chung Chang et al., *Anal. Chim. Acta*, 71, 477(1974).  
 [3] 韩英敏等, 分析化学, 2, 467(1974).  
 [4] 丘星初, 化学分析手册, 化学工业出版社, 1960 年, 316 页。  
 [5] G. Goldstein et al., *Anal. Chem.*, 34, 358 (1962).