

## 分析测试

## 蒽油中蒽、咔唑、芴和苊含量的测定

张旭东, 续晶星, 申峻\*, 王玉高, 牛艳霞, 刘刚, 盛清涛

(太原理工大学化学化工学院, 山西太原 030024)

**摘要:**在一定的浓度范围内,利用紫外分光光度法可快速准确地同时测定模拟蒽油中蒽、咔唑、芴和苊的含量。用二氯甲烷作溶剂,在220~400 nm范围内分别对蒽、咔唑、芴和苊的不同浓度标准溶液进行光谱扫描,选择359、292、266、230 nm 4个波长分别作为它们各自的测定波长。结果表明,蒽、咔唑、芴和苊分别在 $0\sim 10\times 10^{-6}$ 、 $0\sim 8\times 10^{-6}$ 、 $0\sim 12\times 10^{-6}$ 、 $0\sim 5\times 10^{-6}$ 范围内,浓度和吸光度呈现良好的线性关系,能较好地符合朗伯比耳定律。为了验证该法的可行性和准确性,对上述4种物质分别进行加标回收实验,蒽、咔唑、芴和苊的相对误差分别为1.7%~4.8%、0.133%~1.9%、0.7%~7.4%、2.967%~9.7%;回收率分别为95.2%~98.3%、98.1%~99.867%、92.6%~104.33%、102.967%~109.7%。

**关键词:**蒽油;蒽;咔唑;芴;苊;紫外分光光度法

中图分类号:TQ52

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2021)10-0232-06

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2021.10.048

**Determination of contents of anthracene, carbazole, fluorene and acenaphthene in anthracene oil**ZHANG Xu-dong, XU Jing-xing, SHEN Jun\*, WANG Yu-gao, NIU Yan-xia,  
LIU Gang, SHENG Qing-tao

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

**Abstract:**The contents of anthracene, carbazole, fluorene and acenaphthene in the simulated anthracene oil within a certain concentration range can be rapidly and accurately determined simultaneously by ultraviolet spectrophotometry. Using dichloromethane as solvent, the standard solutions of anthracene, carbazole, fluorene and acenaphthene under different concentrations are respectively scanned in the 220-400 nm range. According to the UV absorption spectra of four components, the wavelengths of 359 nm, 292 nm, 266 nm and 230 nm are selected as their respective determination wavelengths. It is shown there is a good linear relationship between the concentration and absorbance of anthracene, carbazole, fluorene and acenaphthene in the range of  $0\sim 10\times 10^{-6}$ ,  $0\sim 8\times 10^{-6}$ ,  $0\sim 12\times 10^{-6}$  and  $0\sim 5\times 10^{-6}$ , respectively, which can better comply with Lambert Beer's law. In order to verify the feasibility and accuracy of the method, these four substances are subjected to standard addition and recovery experiments. The relative errors of anthracene, carbazole, fluorene and acenaphthene are 1.7%-4.8%, 0.133%-1.9%, 0.7%-7.4% and 2.967%-9.7%; the recovery rates are 95.2%-98.3%, 98.1%-99.867%, 92.6%-104.33% and 102.967%-109.7%, respectively.

**Key words:**anthracene oil; anthracene; carbazole; fluorene; acenaphthene; ultraviolet spectrophotometry

蒽油可由煤焦油减压蒸馏切取280~360℃馏分段得到<sup>[1]</sup>。蒽、咔唑、芴和苊是蒽油馏分中的主要组分<sup>[2-4]</sup>,作为重要的有机合成原料,广泛应用于染料、医药、材料等领域。蒽是合成蒽醌染料及单宁的重要中间体<sup>[5]</sup>。咔唑可用于生产永固紫RL颜料、硫化还原蓝RNX染料、N-乙烯咔唑塑料、四硝基咔唑、氯化咔唑等杀虫剂,近几年来咔唑在光电新材料领域应用十分广泛<sup>[6-10]</sup>。芴可用于合成杀虫剂、洗涤剂 and 消毒剂等<sup>[11-13]</sup>。苊用于生产1,8-萘二甲酸

酐和苊醌,可用于合成染料、聚酯树脂、聚酯纤维和杀虫剂等<sup>[14]</sup>。

工业上主要采用蒸馏-洗涤结晶法从蒽油中分离上述组分<sup>[15-18]</sup>,对蒽油中分离出来的上述高附加值化学品进行准确的定性和定量,才能为蒽油的分离精制和深加工提供科学依据。通常情况下采用气相色谱法对蒽油中的各组分进行定量。叶翠平等<sup>[19]</sup>采用气相色谱法对蒽渣中的蒽、咔唑和芴的含量进行了定量分析,并优选出氯苯为精制咔唑的溶

收稿日期:2020-11-01;修回日期:2021-07-25

基金项目:国家自然科学基金项目(U1610223,21706172);山西省重点研发项目(201903D321061)

作者简介:张旭东(1994-),男,博士生,研究方向为煤焦油蒽油组分的分离,1014783403@qq.com;申峻(1971-),男,博士,教授,博士生导师,研究方向为煤炭清洁高效利用等,通讯联系人,shenjunc1971@sina.com。

剂。桂娟<sup>[20]</sup>先将葱渣溶于丙酮/二硫化碳(1:1)的混合溶液中,过滤后对滤液进行气相色谱/质谱联用仪分析,测定了葱、菲、呋唑在滤液中的含量。但是利用气相色谱法对其含量进行分析检测所用时间较长,而紫外-可见分光光度法无需任何的分离程序,仪器设备和操作都比较简单,测试费用较低,分析速度较快,灵敏度较高,因此本文中采用此法来测定模拟葱油中的葱、呋唑、茛和茛的含量,为煤焦油葱油中主要组分的定性和定量提供新的分析方法。

## 1 实验部分

### 1.1 实验试剂及仪器

SB25-12D 超声波清洗仪,宁波新艺科技股份有限公司生产;BL-220H 电子天平,北京科伟永兴仪器有限公司生产;GZX-9070MBE 电热鼓风干燥箱,上海博讯实业有限公司生产;UV-1800 紫外-可见分光光度计,岛津仪器(苏州)有限公司生产;试管架、10 mL 容量瓶、烧杯。

葱、呋唑、茛、茛、二氯甲烷。

### 1.2 测定原理

紫外-可见分光光度法定量分析的依据是朗伯比耳定律,即在一定的波长处被测物质的吸光度与其浓度呈线性关系。数学表达式为: $A = \epsilon bc$ 。

对于混合组分的定量分析,从理论上讲,在低浓度范围内,各种组分之间的相互作用很小可以忽略时,这时体系在某一波长处的总吸光度等于混合物中各组分在该波长处的吸光度之和,即吸光度具有加和性,只要从中找到各组分互不干扰的特征吸收波长,就可以对各组分进行定量。因此,利用这一特性可通过解如下方程组来求得混合物中各组分的含量:

$$A_{\lambda_1} = \epsilon_{11}C_1b + \epsilon_{12}C_2b + \epsilon_{13}C_3b + \epsilon_{14}C_4b \quad (1)$$

$$A_{\lambda_2} = \epsilon_{21}C_1b + \epsilon_{22}C_2b + \epsilon_{23}C_3b + \epsilon_{24}C_4b \quad (2)$$

$$A_{\lambda_3} = \epsilon_{31}C_1b + \epsilon_{32}C_2b + \epsilon_{33}C_3b + \epsilon_{34}C_4b \quad (3)$$

$$A_{\lambda_4} = \epsilon_{41}C_1b + \epsilon_{42}C_2b + \epsilon_{43}C_3b + \epsilon_{44}C_4b \quad (4)$$

式中, $b = 1$  cm 为石英比色皿的光程; $\epsilon_{ij}$ 为比吸光系数 [ $L / (\text{mg} \cdot \text{cm})$ ] ( $i = 1, 2, 3, 4$ , 分别代表波长 359、292、266、230 nm,  $j = 1, 2, 3, 4$ , 分别代表葱、呋唑、茛、茛); $A_{\lambda_1}, A_{\lambda_2}, A_{\lambda_3}, A_{\lambda_4}$  为在波长  $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda_4$  处测得混合物的总吸光度值; $C_1, C_2, C_3, C_4$  分别为混合物中葱、呋唑、茛、茛的浓度, mg/L。

因此,只要通过实验测得  $\epsilon_{ij}$  ( $i, j = 1, 4$ ) 及混合

组分在 4 个波长处的总吸光度,利用计算机求解方程组,即可得到待测 4 种组分的浓度。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 溶剂的选择

由于二氯甲烷能够很好地溶解葱、呋唑、茛和茛,而且在测定的波长范围内二氯甲烷没有吸收,不会影响待测组分的测定,因此选择二氯甲烷作为紫外光谱检测的溶剂。

#### 1.3.2 配制葱、呋唑、茛和茛储备溶液

用分析天平准确称取葱 0.1 g 于 100 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,配制成 1 000 mg/L ( $10^{-6}$ ) 的葱标准溶液。取 1 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中稀释到  $20 \times 10^{-6}$  葱标准溶液,分别移取 0.5、1、2、3、4、5、6 mL 于 10 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释,经超声震荡混合均匀后,定容可分别得到  $1 \times 10^{-6}$ 、 $2 \times 10^{-6}$ 、 $4 \times 10^{-6}$ 、 $6 \times 10^{-6}$ 、 $8 \times 10^{-6}$ 、 $10 \times 10^{-6}$ 、 $12 \times 10^{-6}$  的葱标准溶液。用同样的方法配制呋唑、茛和茛不同浓度的标准溶液,标准溶液配制完成后需及时检测。

#### 1.3.3 谱图测定方法

用 1 cm 光程的石英比色皿,以二氯甲烷作参比液建立基线,用紫外-可见分光光度计在 220~400 nm 的扫描范围内分别扫描不同浓度的葱、呋唑、茛和茛的标准溶液,从而可得紫外吸收光谱图。

#### 1.3.4 $\epsilon$ 的求法

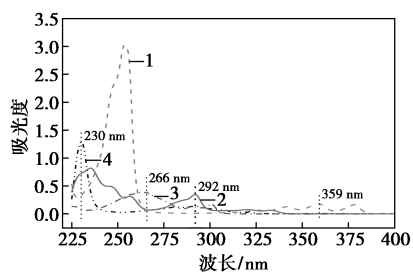
由于单组分溶液在低浓度范围内符合朗伯比耳定律,因此可配制一系列已知浓度梯度的葱、呋唑、茛和茛的标准溶液,在选定的 4 个波长下分别测定 4 种物质不同浓度的标准溶液的吸光度值,然后以对应标准溶液浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。每个标准曲线的斜率即为对应的  $\epsilon$  值。

## 2 结果与讨论

### 2.1 最佳测定波长的确定

首先分别选用浓度为  $3 \times 10^{-6}$  的葱、呋唑、茛和茛 4 组分标准溶液在波长范围为 220~400 nm 进行光谱扫描,将 4 种物质的吸收光谱进行重叠,叠加后的 4 种组分的紫外吸收光谱图如图 1 所示,由图可见,葱、呋唑、茛、茛 4 种组分的吸收曲线发生重叠,因此要选择重叠最小、吸收最大的波长作为测定波长来消除干扰组分对测定过程的影响,从而提高定

量分析的准确度。由此确定了  $\lambda = 359、292、266、230 \text{ nm}$  为计算葱、咪唑、苈、苈比吸光系数的最佳测定波长,其中在  $359 \text{ nm}$  波长处,只存在 1 个葱的吸收峰,因此公式(1)可简化为  $A_{\lambda 1} = \varepsilon_{11} C_1 b$ 。

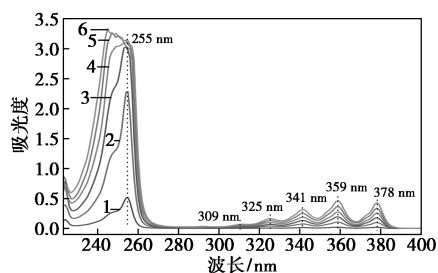


1—葱;2—咪唑;3—苈;4—苈

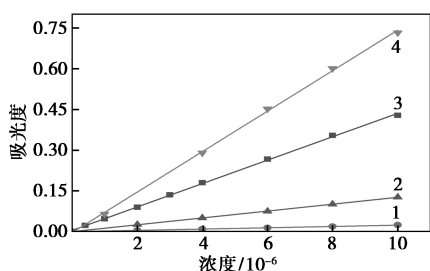
图 1 葱、咪唑、苈和苈在不同波长的紫外吸收光谱图

### 2.2 紫外吸收光谱图分析

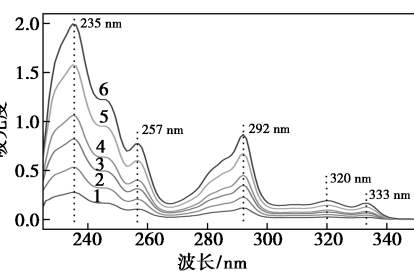
将配制好的  $0 \sim 12 \text{ mg/L}$  的各组标准溶液均进行紫外光谱检测,各组分的紫外吸收光谱如图 2 所示。



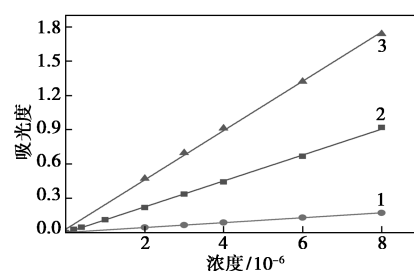
1— $0.4 \times 10^{-6}$ ; 2— $2 \times 10^{-6}$ ; 3— $4 \times 10^{-6}$ ; 4— $6 \times 10^{-6}$ ; 5— $8 \times 10^{-6}$ ; 6— $10 \times 10^{-6}$



1—292 nm; 2—266 nm; 3—359 nm; 4—230 nm

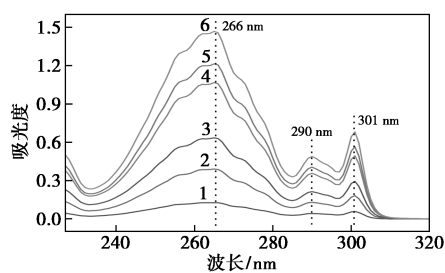


1— $1 \times 10^{-6}$ ; 2— $2 \times 10^{-6}$ ; 3— $3 \times 10^{-6}$ ; 4— $4 \times 10^{-6}$ ; 5— $6 \times 10^{-6}$ ; 6— $8 \times 10^{-6}$

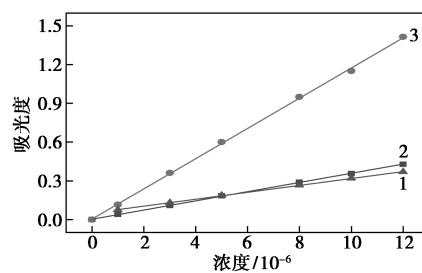


1—266 nm; 2—292 nm; 3—230 nm

(b) 咪唑在不同浓度下的吸收光谱图和吸光度

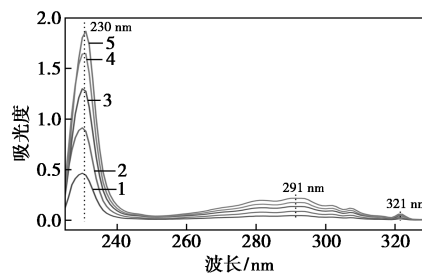


1— $1 \times 10^{-6}$ ; 2— $3 \times 10^{-6}$ ; 3— $5 \times 10^{-6}$ ; 4— $8 \times 10^{-6}$ ; 5— $10 \times 10^{-6}$ ; 6— $12 \times 10^{-6}$

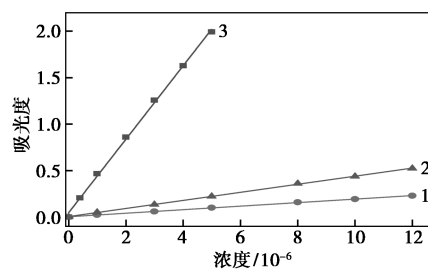


1—230 nm; 2—292 nm; 3—266 nm

(c) 苈在不同浓度下的吸收光谱图和吸光度



1— $1 \times 10^{-6}$ ; 2— $2 \times 10^{-6}$ ; 3— $3 \times 10^{-6}$ ; 4— $4 \times 10^{-6}$ ; 5— $5 \times 10^{-6}$



1—266 nm; 2—292 nm; 3—230 nm

(d) 苈在不同浓度下的吸收光谱图和吸光度

图 2 4 种物质在不同浓度下的吸收光谱图和吸光度

从图 2(a) 可知,葱在  $0 \sim 10 \times 10^{-6}$  浓度范围内,同一波长下随着葱标准溶液浓度的增大,吸光度逐渐增大;在该浓度范围内粒子间相互作用对吸光度影响不大,吸光度随浓度变化呈线性关系;在 359、292、266、230 nm 4 个波长下标准吸收曲线的相关系数分别为 0.999 31、0.999 67、0.999 83、0.999 29,说明葱在此浓度范围内能够很好地符合朗伯比耳定律。同理,由图 2(b)~(d) 可知,呋唑在  $0 \sim 8 \times 10^{-6}$  浓度范围,茛在  $0 \sim 12 \times 10^{-6}$  浓度范围内都能较好地符合朗伯比耳定律,且它们在 292、266、230 nm 3 个波长下标准吸收曲线的相关系数分别为 0.999 34、0.999 78、0.999 25 和 0.999 74、0.999 46、0.999 71,茛

在波长为 292、266 nm,  $0 \sim 12 \times 10^{-6}$  浓度范围内,标准吸收曲线的相关系数分别为 0.999 53、0.999 39,在波长为 230 nm,  $0 \sim 5 \times 10^{-6}$  浓度范围内的标准曲线的相关系数为 0.999 12。

2.3 线性回归方程及比吸光系数  $\epsilon$  的确定

以质量浓度  $c$  (mg/L) 为横坐标,以吸光度值  $A$  为纵坐标,在每个波长下,分别做葱、呋唑、茛、茛的标准曲线,由于葱在 292、266、230 nm 下的吸光度为零,因此葱只有 1 条标准曲线。通过线性拟合所得的线性回归方程如表 1 所示。由标准曲线的斜率可直接得到葱、呋唑、茛、茛在对应波长处的比吸光系数,见表 2。

表 1 葱、呋唑、茛和茛在不同波长处的线性回归方程

波长 $\lambda$ /nm	葱	呋唑	茛	茛
359	$y=0.04307x+0.0047$	—	—	—
292	$y=0.0024x-0.00016667$	$y=0.11328x-0.00185$	$y=0.03555x+0.00348$	$y=0.04345x+0.00418$
266	$y=0.01264x-0.000047619$	$y=0.02146x+0.00107$	$y=0.11689x+0.00474$	$y=0.01902x+0.00191$
230	$y=0.07447x-0.00326$	$y=0.21559x+0.0299$	$y=0.02673x+0.05128$	$y=0.39547x+0.04525$

表 2 葱、呋唑、茛和茛在不同波长下的比吸光系数

波长 $\lambda$ / nm	葱/ ( $L \cdot mg^{-1} \cdot cm^{-1}$ )	呋唑/ ( $L \cdot mg^{-1} \cdot cm^{-1}$ )	茛/ ( $L \cdot mg^{-1} \cdot cm^{-1}$ )	茛/ ( $L \cdot mg^{-1} \cdot cm^{-1}$ )
359	0.04307	—	—	—
292	0.00240	0.11328	0.03555	0.04345
266	0.01264	0.02146	0.11689	0.01902
230	0.07447	0.21559	0.02673	0.39547

2.4 分析方法的建立

由图 1 可知,在 359 nm 处,呋唑、茛和茛的吸光度为零,所以简化以后的四元一次方程组如下:

$$A_{359\text{ nm}} = 0.043\ 07C_1 + 0.004\ 7$$

$$A_{292\text{ nm}} = A_{1\ 292\text{ nm}} + A_{2\ 292\text{ nm}} + A_{3\ 292\text{ nm}} + A_{4\ 292\text{ nm}} = 0.002\ 4C_1 + 0.113\ 28C_2 + 0.035\ 55C_3 + 0.043\ 45C_4 + 0.005\ 643\ 333$$

$$A_{266\text{ nm}} = A_{1\ 266\text{ nm}} + A_{2\ 266\text{ nm}} + A_{3\ 266\text{ nm}} + A_{4\ 266\text{ nm}} = 0.012\ 64C_1 + 0.021\ 46C_2 + 0.116\ 89C_3 + 0.019\ 02C_4 + 0.007\ 672\ 381$$

$$A_{230\text{ nm}} = A_{1\ 230\text{ nm}} + A_{2\ 230\text{ nm}} + A_{3\ 230\text{ nm}} + A_{4\ 230\text{ nm}} = 0.074\ 47C_1 + 0.215\ 59C_2 + 0.026\ 73C_3 + 0.395\ 47C_4 + 0.123\ 17$$

式中,  $C_1$ 、 $C_2$ 、 $C_3$ 、 $C_4$  分别代表葱、呋唑、茛、茛的浓度。

本实验采用 EXCEL 来求解上述四元一次方程组并计算各组分的浓度,具体计算方法如下。

首先将方程式各浓度前的系数按系数矩阵的顺序排列在单元格区域中,形成  $4 \times 4$  数组的系数矩阵,将溶液在 4 个波长下的总吸光度值纵向排列在另一个单元列中,选中系数矩阵,插入 MINVERSE 函数,同时按下 Ctrl+Shift+Enter 键,求得系数矩阵的逆矩阵,选中  $4 \times 1$  的空白列,插入 MMULT 函数,选中逆矩阵及含吸光度值的单元列,同时按下 Ctrl+Shift+Enter 键,即可计算出溶液中 4 个组分的浓度值。

2.5 线性范围

朗伯比耳定律只适用于低浓度范围,浓度太大时,溶液中组分之间的相互作用程度增大,导致吸光粒子之间的平均距离减小,以至于每个粒子均可影响邻近粒子的电荷分布,这种相互作用可以使它们的吸光能力发生改变,因此会使定量分析产生很大的误差。通过实验最终确定,葱、呋唑、茛、茛分别在  $0 \sim 10 \times 10^{-6}$ 、 $0 \sim 8 \times 10^{-6}$ 、 $0 \sim 12 \times 10^{-6}$ 、 $0 \sim 5 \times 10^{-6}$  浓度范围内组分粒子间相互作用对吸光度影响不大,吸光度随浓度变化呈线性关系,且标准曲线的相关系数均  $>0.999$ ,说明在此浓度范围内 4 组分能够很好地符合朗伯比耳定律。

## 2.6 加和性考察

对浓度为  $2 \times 10^{-6}$ 、 $3 \times 10^{-6}$ 、 $4 \times 10^{-6}$  的混合溶液进行加和性考察。在 359、292、266、230 nm 波长处,分别将葱、咪唑、苈、苕单组分标准溶液(同一质量浓度)的吸光度值相加,与相应的 4 组分的混合标准溶液(与单组分标准溶液质量浓度相同)的吸光度值做比较,见表 3。结果表明,单组分标准溶液吸光度加和值与相对应的混合标准溶液的吸光度值相差很小,葱、咪唑、苈、苕的相对误差均小于 4.4%,由此说明葱、咪唑、苈、苕吸光度的加和性较好,满足 4 组分同时测定的要求。

表 3 单组分与混合溶液吸光度值比较

浓度/ $10^{-6}$	波长 $\lambda$ / nm	葱	咪唑	苈	苕	吸光度 加和	测得 吸光度	相对误 差/%
2	359	0.090	0.000	0.000	0.000	0.090	0.091	1.111
	292	0.005	0.218	0.075	0.091	0.388	0.393	1.028
	266	0.026	0.047	0.239	0.040	0.352	0.350	0.568
	230	0.146	0.480	0.105	0.859	1.589	1.565	1.572
3	359	0.135	0.000	0.000	0.000	0.135	0.135	0.000
	292	0.007	0.336	0.109	0.134	0.586	0.579	1.195
	266	0.038	0.065	0.361	0.058	0.522	0.517	0.958
	230	0.220	0.697	0.131	1.258	2.306	2.221	3.686
4	359	0.180	0.000	0.000	0.000	0.180	0.176	2.222
	292	0.010	0.442	0.146	0.178	0.775	0.761	1.933
	266	0.050	0.088	0.472	0.078	0.688	0.689	0.145
	230	0.290	0.931	0.158	1.628	3.007	2.875	4.390

## 2.7 混合试样分析

按照实验方法配制浓度为  $1 \times 10^{-6}$ 、 $2 \times 10^{-6}$ 、 $3 \times 10^{-6}$ 、 $4 \times 10^{-6}$  的混合标准溶液,在 4 个波长处分别测定混合标样的总吸光度,然后将其代入上述建立的方程组中,利用 EXCEL 求解,所得 4 组分的浓度和回收实验结果如表 4 所示,各物质的回收率在 95.8%~103.45%。

表 4 回收实验结果

标准含量/ $10^{-6}$			
葱	咪唑	苈	苕
1.000	1.000	1.000	1.000
2.000	2.000	2.000	2.000
3.000	3.000	3.000	3.000
4.000	4.000	4.000	4.000

6 次测得的平均值/ $10^{-6}$			
葱	咪唑	苈	苕
1.005	1.015	1.015	1.009
2.004	1.950	2.017	2.069
3.025	2.925	3.015	2.937
3.977	3.832	4.069	3.846
回收率/%			
葱	咪唑	苈	苕
100.500	101.500	101.500	100.900
100.200	97.500	100.850	103.450
100.833	97.500	100.500	97.900
99.425	95.800	101.725	96.150

## 2.8 加标回收验证

为了验证该检测方法的可靠性和准确度,对 4 组分的含量进行了加标回收实验。加标回收实验是分析化学实验室检测测试结果准确度的一种常用方法,也是质控重要手段,根据实验结果可分析质量检测结果是否在可控范围之内<sup>[21]</sup>。本实验加标体积对加标试样测定值不产生影响,因此采用浓度法计算。本实验采用回收率  $R$  的计算公式如下<sup>[22]</sup>:

$$R = (\text{加标试样测定值} - \text{试样测定值}) / \text{加标量} \times 100\%$$

具体过程为:在已知浓度的葱、咪唑、苈、苕的混合试样中分别加入一定浓度的标准溶液,分别在 4 个波长下对加标后的不同组分的混合溶液进行吸光度值的测定,重复测定 3 次取平均值,将数据代入上面建立的方程组中利用 EXCEL 求解,分别算出 4 组分的含量,然后计算各个组分的相对误差和回收率。

葱、咪唑、苈、苕加标回收测试结果如表 5 所示。从表中可以看出本方法可以对葱、咪唑、苈、苕同时检测,相对误差在 0.133%~9.7%,样品回收率在 92.6%~109.7%。

表 5 加标回收实验结果

组分	初始量/ $10^{-6}$	加标量/ $10^{-6}$	测得量/ $10^{-6}$	相对误差/ %	回收率/ %
葱	2.004	1.000	2.956	4.800	95.200
	2.004	2.000	3.931	3.650	96.350
	2.004	3.000	4.953	1.700	98.300
咪唑	1.015	1.000	1.996	1.900	98.100
	1.015	2.000	2.997	0.900	99.100
	1.015	3.000	4.011	0.133	99.867

续表

组分	初始量/ 10 <sup>-6</sup>	加标量/ 10 <sup>-6</sup>	测得量/ 10 <sup>-6</sup>	相对误差/ %	回收率/ %
茚	2.017	1.000	2.943	7.400	92.600
	2.017	2.000	4.003	0.700	99.300
	2.017	3.000	5.147	4.333	104.333
葱	1.009	1.000	2.106	9.700	109.700
	1.009	2.000	3.141	6.600	106.600
	1.009	3.000	4.098	2.967	102.967

### 3 结论

利用二氯甲烷作溶剂,配制一系列不同浓度葱、咪唑、茚和茚标准溶液和 4 组分混合溶液,利用朗伯比耳定律作为定量依据,通过实验确定了 4 种物质的最佳测定波长分别为 359、292、266、230 nm,然后在每个波长下分别建立葱、咪唑、茚和茚 4 种物质的标准曲线,确定了它们的线性范围分别为 0~10×10<sup>-6</sup>、0~8×10<sup>-6</sup>、0~12×10<sup>-6</sup>、0~5×10<sup>-6</sup>,将对应波长下的标准曲线相加,得到 4 组分定量分析的方程。通过加和性考察、混合试样分析和加标回收实验对该法进行了验证,即在同一浓度下,4 个波长处由标准混合物直接测定的总吸光度与对应波长下单组分标准溶液吸光度加和值相差甚小,相对误差小于 4.4%。利用建立的定量方程计算得到的 4 组分浓度的回收率在 95.8%~103.45%。对 4 个组分进行加标回收实验,得出各个组分的相对误差在 0.133%~9.7%,回收率在 92.6%~109.7%。结果证明了该方法具有一定的可靠性和准确性,能够满足 4 组分同时测定的要求。

### 参考文献

- [1] 杜明明.煤焦油加工技术现状及深加工发展方向[J].广州化工,2011,39(20):29-30.
- [2] 何选明,陈康,吴梁森,等.葱油加工及分离技术研究进展[J].现代化工,2013,33(3):17-20.
- [3] Jiang J, Wang Q, Wang Y, et al. GC/MS analysis of coal tar composition produced from coal pyrolysis[J]. Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia, 2007, 21(2): 229-240.
- [4] Sun M, Zhang D, Yao Q, et al. Separation and composition analysis

of GC/MS analyzable and unanalyzable parts from coal tar[J]. Energy & Fuels, 2018, 32(7): 7404-7411.

- [5] Somashekar M N, Chetana P R. A Review on anthracene and its derivatives: Applications[J]. Journal of Chemistry, 2016, 5(3): 45-52.
- [6] 张鹏飞,周成合,颜建平.咪唑类化合物研究新进展[J].有机化学,2010,30(6):783-796.
- [7] Gluszyńska A. Biological potential of carbazole derivatives[J]. European Journal of Medicinal Chemistry, 2015, 94: 405-426.
- [8] Grazulevicius J V, Strohriegel P, Pielichowski J, et al. Carbazole-containing polymers: Synthesis, properties and applications [J]. Progress in Polymer Science, 2003, 28(9): 1297-1353.
- [9] Justin Thomas K R, Lin J T, Tao Y T, et al. Light-emitting carbazole derivatives; Potential electroluminescent materials[J]. Journal of the American Chemical Society, 2001, 123(38): 9404-9411.
- [10] Sathiyam G, Sivakumar E K T, Ganesamoorthy R, et al. Review of carbazole based conjugated molecules for highly efficient organic solar cell application[J]. Tetrahedron Letters, 2016, 57(3): 243-252.
- [11] Bernius M, Inbasekaran M, Woo E, et al. Fluorene-based polymers-preparation and applications[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2000, 11(2): 111-116.
- [12] Abbel R, Schenning A P H J, Meijer E W. Fluorene-based materials and their supramolecular properties[J]. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, 2009, 47(17): 4215-4233.
- [13] Yanping H, Xiaoming F, Baohua H, et al. New progress of researches in fluorene compounds[J]. Chinese Journal of Organic Chemistry, 2012, 32(7): 1169-1185.
- [14] 任全胜,郑书海,晋平,等.由茚衍生的有机颜料产品及其开发应用[J].染料与染色,2011,48(5):5-10.
- [15] 叶焯.用结晶-蒸馏法制取精葱-精咪唑[J].燃料与化工,1997, 28(5): 274-276.
- [16] 姚润生,薛永强,王志忠,等.从洗油中分离和精制茚的新工艺研究[J].煤炭转化,2010,(1):86-88.
- [17] 郑环.溶剂结晶法研究葱渣精制高纯咪唑[D].太原:太原理工大学,2012.
- [18] Ye C P, Zheng H, Wu T T, et al. Optimization of solvent crystallization process in obtaining high purity anthracene and carbazole from crude anthracene[J]. AIChE Journal, 2014, 60(1): 275-281.
- [19] 叶翠平,郑环,毋亭亭,等.溶剂结晶法用于葱渣精制高纯咪唑研究[J].煤炭转化,2013,36(1):83-88.
- [20] 桂娟.从葱渣中富集分离咪唑及葱和菲的研究[D].徐州:中国矿业大学,2016.
- [21] 伍云卿,涂杰峰,范超,等.加标回收实验方案探讨[J].福建分析测试,2010,19(3):67-71.
- [22] 任成忠,毛丽芬.加标回收实验的实施及回收率计算的研究[J].工业安全与环保,2006,32(2):9-11. ■

欢迎订阅《现代化工》杂志,邮发代号 82—67。