

# 醋酸丁酯萃取火焰原子吸收分光光度法测定岩石矿物中的镓

刘虹 许珉 张玥 蒋新平

(成都理工学院,成都 610059)



**【摘要】** 本文研究了在50%氢卤酸介质中,用醋酸丁酯萃取富集,火焰原子吸收分光光度法于波长287.4 nm,灯电流7.5 mA等最佳条件下测定岩石矿物中的镓。该法灵敏度为 $1.35 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}/1\%$ ,变异系数(RSD)为2.31%,且简便、快速、适用性强。

**【关键词】** 镓;萃取;火焰原子吸收

中图分类号:O652.62;O657.31 /文献标识码:A

## 0 前言

稀散元素镓在自然界中大都呈同晶型杂质散于其他矿物的晶格中,其发现和应用较晚。但是现已作为新材料在国民经济各部门得到广泛应用<sup>[1]</sup>。

由于镓属稀散元素,寻找高灵敏、简便、快速准确的测定方法是广大分析工作者的任务之一。目前镓的测定方法主要为无火焰原子吸收分光光度法。本文选择醋酸丁酯萃取富集分离、火焰原子吸收分光光度法直接测定。该法的基本原理是在氢卤酸介质中镓先与氢卤酸形成络阴离子,这些络阴离子可与含氧的活性溶剂形成配合物而被有机相萃取<sup>[2~4]</sup>。然后有机相直接喷雾火焰原子吸收分光光度法测定。本文对萃取条件、仪器工作条件、共存元素的干扰等诸多因素进行了较为详细地研究,取得了良好的效果。

## 1 仪器和主要试剂

### 1.1 仪器

日立180-80型偏振塞曼原子吸收分光光度计。

### 1.2 主要试剂

镓标准溶液:准确称取 $\text{Ga}_2\text{O}_3$  0.1344 g,用10 ml盐酸溶解后转入100 ml容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度、摇匀,此溶液含镓 $1 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

## 2 实验方法

准确移取镓标准溶液于25 ml比色管中,加12.5 ml浓盐酸,用蒸馏水稀至刻度、摇匀,加5.0 ml醋酸丁酯,振荡萃取3 min,静置分层后直接火焰原子吸收分光光度法测定镓的吸光度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 仪器工作条件的选择

按实验方法,研究了测定镓的仪器工作条件,其最佳条件为:波长287.4 nm;灯电流7.5 mA;燃烧器高度7.5 mm;狭缝宽度1.3 nm;空气流量 $8.5 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ;乙炔流量 $1.1 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

### 3.2 萃取条件的选择

3.2.1 萃取剂的选择 按照实验方法,本文研究了醋酸丁酯,甲基异丁基酮等在不同介质中对镓的萃

取效果。实验结果表明,醋酸丁酯效果最佳,故选择醋酸丁酯为铍萃取剂。

3.2.2 萃取介质的选择 因铍先与卤素离子形成( $\text{GaX}_4^-$ )配阴离子,再与含氧活性溶剂形成配合物而被有机溶液萃取。本文分别对氯化物、溴化物、碘化物介质进行了对比试验,结果表明,三种卤化物介质对铍的萃取都较理想。因氯化物价格便宜,故选用氯化物介质为萃取介质。

3.2.3 萃取酸度的选择 按实验方法和已选定的条件对萃取酸度进行试验,当萃取体系的盐酸浓度 $\varphi(\text{HCl}) > 50\%$ 时,吸光度达最大且趋于稳定。故萃取酸度选择为盐酸浓度50%即可。

3.2.4 萃取时间的选择 本文对萃取时间进行了试验,萃取 $t > 2 \text{ min}$ 时,萃取率已达98%以上,延长时间,萃取率基本不变。本文将萃取时间选择为3 min。

### 3.3 线性范围

本文对测铍的线性范围进行试验,结果在 $0 \sim 160 \times 10^{-6}$ 范围内,线性良好,因此铍的工作曲线可根据需要在 $0 \sim 160 \times 10^{-6}$ 范围内选择。

### 3.4 共存元素的影响及消除

本文根据矿物中共存元素的存在情况,对30多种共存元素进行了干扰实验。结果表明 $0.05 \text{ mg}$ 的 $\text{Se}^{4+}$ ,  $\text{Te}^{4+}$ ;  $0.25 \text{ mg}$   $\text{Rb}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ ;  $0.25 \text{ mg}$   $\text{Ge}^{4+}$ ,  $\text{Au}^{3+}$ ;  $1.0 \text{ mg}$   $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ ,  $\text{Ag}^+$ ;  $0.5 \text{ mg}$

$\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Zr}^{5+}$ ;  $2.0 \text{ mg}$   $\text{V}^{5+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Sb}^{5+}$ ;  $4 \text{ mg}$   $\text{Bi}^{3+}$ ;  $7 \text{ mg}$   $\text{As}^{5+}$ ;  $35 \text{ mg}$   $\text{Mo}^{6+}$ ,  $\text{W}^{6+}$ ;  $43 \text{ mg}$   $\text{Al}^{3+}$ ;  $60 \text{ mg}$   $\text{Na}^+$ ,  $5 \text{ mg}$   $\text{Cr}^{3+}$ ;  $5 \text{ mg}$   $\text{In}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^+$ ;  $200 \text{ mg}$   $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ;  $130 \text{ mg}$   $\text{SO}_4^{2-}$ 对 $0.125 \text{ mg}$   $\text{Ga}^{3+}$ 的测定无干扰。 $150 \text{ mg}$   $\text{Fe}^{3+}$ 对测定 $\text{Ga}^{3+}$ 有干扰,当加抗坏血酸后,干扰消除。

## 4 样品分析

称取 $0.1000 \text{ g} \sim 0.5000 \text{ g}$ 试样于 $50 \text{ ml}$ 聚四氟乙烯坩锅内,用少许水润湿,加入 $\text{HF}$   $20 \text{ ml}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4(1:1)$   $1.0 \text{ ml}$ ,于电热板上加热分解,如分解不完全再补加 $10 \text{ ml}$   $\text{HF}$ ,待试样分解完全后,以浓盐酸浸取转入 $25 \text{ ml}$ 比色管中,用浓盐酸稀释至 $12.5 \text{ ml}$ ,加入 $1.0 \text{ g}$ 柠檬酸,  $0.5 \text{ g}$ 抗坏血酸,用水稀释至刻度。摇匀,加 $5.0 \text{ ml}$ 醋酸丁酯,振荡萃取 $3 \text{ min}$ ,静置分层后与铍标准系列同时按本文选出的实验条件进行测定。

表1 样品测定结果

Table 1 Result of analysis of the samples

样品编号	本法测量值/%	原推荐值/%	相对误差 RD/%
A39 管理样	0.012 3	0.012 7	-3.15
96A1 034	0.028 1	0.028 4	-1.06
98A057	0.009 1	0.008 9	2.25

用本方法对样品A39进行平行测定7次,其变异系数(RSD)为2.31%,灵敏度为 $1.35 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,线性范围 $0 \sim 160 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

## 参考文献

- 1 稀有金属编写组. 稀有金属[M]. 北京:冶金工业出版社,1978.
- 2 缪礼信,伍先任. 溶剂萃取原子吸收法连续测定地质样品中的铍、铜、铈[J]. 分析化学,1988,16(10):918.
- 3 黄进宇,范健. 铍及其氧化物中杂质元素分析方法研究进展[J]. 理化检验-化学分册,1999,35(4):190.
- 4 岩石矿物编写小组. 岩石矿物分析[M]. 北京:地质出版社,1974,555~569.

## FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY DETERMINATION OF GALLIUM EXTRACTED BY BUTYL ACETATE

LIU Hong XU Min ZHANG Yue JIANG Xin-ping

(Department of Material Science and Engineering,  
Chengdu University of Technology, Chengdu 610059)

**Abstract** In the medium of 50% hydrohalic acid, butyl acetate is used to extract and accumulate the gallium in the rocks and minerals. Flame atomic absorption spectrophotometry is applied to the determination of gallium under the suitable condition of 287.4 nm wavelength and 7.5 mA electric current. The sensitivity of the method is  $1.35 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  and the variability coefficient is 2.31%. This method is proved to be speedy, simple, convenient and applicable.

**Key words** gallium; extraction; flame atomic absorption

ISSN 1001-6872(2000)01-0099-00; CODEN: KUYAE2

**Synopsis of the first author** Liu Hong, female, 40 years old. An Engineer of Industrial Analytic Chemistry with Department of Material Science and Engineering, Chengdu University of Technology. Now she is engaged in testing for rocks and mineral, and research of related subject.