

电热石墨管炉原子吸收法测定 铝土矿中镓

吴 精 如

广西地质局中心实验

罗 肇 思 容 炳 池

广西冶金研究所

铝土矿中镓的测定多沿用罗丹明B光度法，无火焰原子吸收法测定镓国内外也有一些资料[1,2,3]报导，但都经萃取分离再用石墨管炉测定。

电热石墨管炉法测定镓，其中铝的干扰严重，资料[2]曾为此选用萃取法来消除影响。其它资料对一些干扰影响萃取法事先分离。我们分析的矿物是铝土矿，其中铝对镓测定的干扰是首先要解决的问题，我们反复试验，证明铝对镓用电热石墨管炉法测定，是一种增感作用，但这种增感作用而引起的影响，当铝达到一定值时又趋于恒定，我们就是利用这一现象以提高灵敏度同时达到了消除干扰的影响，此次试验解决了不用有机试剂萃取直接在溶液中进行测定。

拟定了在碱熔、水提、过滤的条件下，直接用电热石墨管原子化测定铝土矿中镓的方法。

对铝土矿的一些共生元素进行了影响试验。

日立 056 型记录器。

氩气，广西南宁氩气站。

三、条件试验

1. 介质试验

参考了资料[1-2]及反复试验，认为硝酸介质较好，盐酸介质灵敏度太差。曾试验了0.5~3%硝酸酸度时结果一致，更高的硝酸酸度对石墨管有影响未进行试验。

2. 波长选定

参考了资料[3]287.4nm的Zeeman效应分裂图谱较好，根据资料[1-2]亦选用287.4nm故我们亦选用287.4nm为测定波长。

3. 参照仪器说明书选定干燥条件，

灰化 100A, 30 秒，原子化 280A, 7.5 秒。

电 流 (A)	16	18	20	22	24	26	28	30	32
峰值	26.2	31	37	37.2	39	39.4	37.5	41	42.5

表列数据与资料[2]不一致，但20-22A区间比较平稳，且干燥时温度不宜过高，故选用20A 20秒为干燥条件，根据仪器说明查得20A约为125℃。

4. 参照仪器说明书选定灰化条件

干燥 20A, 20 秒、原子化 280A, 7.5 秒。

电流 (A)	60	70	80	90	100	110	120
峰值	30.4	30.2	37.7	44.7	73.3	69.5	55.5

从表列数据故选用60A 30秒为灰化条件，从仪器说明书查得100A温度为1180℃。

5. 参照仪器说明书选定原子化条件，

干燥 20, A20 秒, 灰化 100A, 30 秒

选定 280A 7.5 秒为原子化条件，查仪器说明书

试验部分

一、试剂

1. 镓标准溶液 称取光谱纯三氧化二镓0.0672克即50毫克镓，溶于王水中，用硝酸两次蒸干，加入5毫升硝酸，转入500毫升量瓶，用水冲至刻度摇匀，每毫升为100微克镓，1%硝酸介质。

2. 高纯铝溶液 称取高纯金属铝0.529克溶于盐酸中，然后用硝酸两次蒸干，加入1毫升硝酸，转入100毫升量瓶。用水冲至刻度摇匀，每毫升10毫克三氧化二铝，1%硝酸介质。

3. 其它试剂均见试验部份及操作手续。

二、仪器

日立 170-70 蔡曼效应原子吸收分光光度计。

上海电光器件厂镓空心阴极灯。

280 A 温度为 2750℃。

电流(A)	240	250	260	270	280	290
峰值	42.0	53.0	57.8	60.9	67.4	66.4

6. 其它条件均参照仪器说明书拟定条件,
氩气 护气3升/分, 载气关至“0”处,
记录器 10mV或20mV 纸速5mm/分,
响应2, 扩展 一般不用。

7. 灯电流 每只空心阴极灯, 最大灯电流不一定一致, 因此要具体进行试验, 一般使用10mA。

8. 仪器噪声 当E×3(扩展三倍)记录器5mA时仪器噪声为2格, 此时0.01μgGa/ml读数为5.5格, 此时检测极限可以认为是0.01μgGa/ml。

9. 线性关系 试验了0.01、0.04、0.06、0.08、0.10及0.1、0.4、0.6、0.8、1.0微克镓/毫升, 按上述条件测得的峰值成一直线。

按上述试验给定条件, 做了如下三种镓标准溶液曲线:

(1) 纯镓标准溶液曲线, 记录器10mV(图1)

Ga标准浓度(μg/ml)	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
峰值	7.6	14.1	27.8	38.3	51.8	63.8

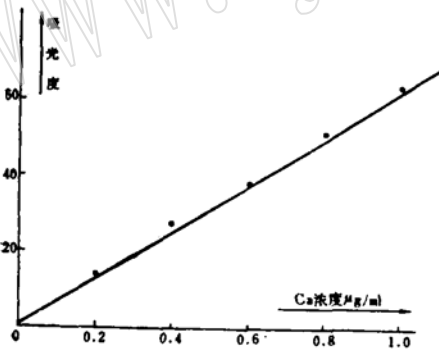


图 1 镓标准曲线

(2) 铝基镓标准溶液曲线, 记录器20mV(图2)。在镓标准溶液中定量加进Al₂O₃溶液。

(3) 铝基+钠盐+镓标准溶液曲线, 记录器10mV(图3), 在镓标准溶液中, 定量加进Al₂O₃以及定量地引进钠盐, 其结果如下:

四、干扰影响试验

1. 铝土矿中镓的测定, 首先要考虑的是含有

Ga标准浓度(μg/ml)	1.0	0.4	0.6	0.8	1.0
加入Al ₂ O ₃ 浓度(mg/ml)	0	2	2	2	2
峰值	29.4	32.1	45.1	54.0	65.0

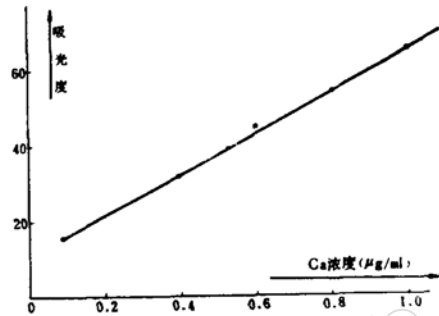


图 2 铝基镓标准曲线

Ga标准浓度(μg/ml)	0.04	0.06	0.08	0.10	0.12
加进Al ₂ O ₃ 浓度(mg/ml)	2	2	2	2	2
加进NaOH浓度(mg/ml)	20	20	20	20	20
峰值	9	14.1	18.5	23.5	27.8

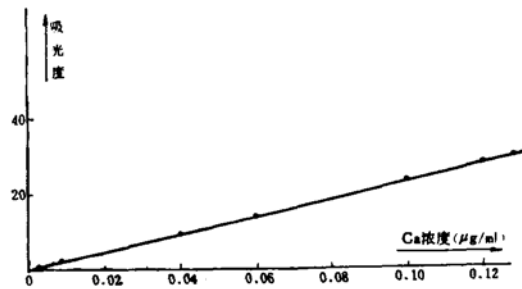


图 3 铝基-钠盐-镓标准曲线

大量的铝, 为了探讨铝的干扰情况, 反复进行了很多试验, 当1μgGa/ml峰值读数为34.8(20mV), 而1μgGa/ml + 1mg/mlAl₂O₃, 测峰值读数为57.5, 假如认为Al₂O₃是增感作用而提高峰值读数, Al₂O₃在多大范围内产生多大的影响。

经过多次试验说明Al₂O₃在2mg/ml以上对Ga的峰值影响趋于恒定值。

2. 根据全国主要铝土矿矿区的组份含量情况, 于25毫升容量瓶中, 加入10微克镓、60毫克

Al₂O₃ 分别加入以下毫克量元素 (均为1%硝酸介质)。

TiO₂(5)、P₂O₅(0.5)、CaO(0.4)、MgO(0.4)、Mn(0.5)、Zn(0.3)、Zr(0.2)、V₂O₅(0.1)、Cr₂O₃(0.1)、Fe(30)、

除Fe、Mn、Zr峰值读数增加约10%外,其余元素不干扰测定。

考虑到铝土矿样品通过碱熔,水提过滤,Fe、Mn、Zr均可定量分离,即可消除其影响。

3. 试验加入Al₂O₃为增感作用而消除Al₂O₃的干扰影响,因而在含铝的条件下重复试验了干燥、灰化、原子化等条件,结果与纯镓溶液情况一致。

4. 考虑到熔样时引入的钠盐,一般认为钠盐造成的分子吸收可以用氘灯或利用蔡曼效应进行扣除,我们试验了钠盐的影响,情况恰恰相反,不仅不会引起分子吸收而增加峰值读数,反而使峰高降低6%(25毫升体积中0.45克钠盐)因此在标准溶液中亦加入相当熔矿时带进的钠盐量以消除其影响。

样品分析

1. 分析条件

元素: 镓 波长: 287.4nm, 记录器: 10mV, 取样体积: 10^μl

响应	扩展	狭缝	灯电流(mA)	干燥		灰化		原子化		护套(Ar)气流量 (升/分)	载气(Ar)流量 (升/分)
				电流(A)	时间(秒)	电流(A)	时间(秒)	电流(A)	时间(秒)		
2	0	2	10	20	20	100	30	280	7.5	3	0.1

2. 分析程序

称取0.1克样品,于30ml银坩埚中,加入NaOH约2克及少许Na₂O₂(约50—100mg)先于低温脱水,升至750℃熔融10分钟,用热水提取,转入100毫升量瓶中,用水稀至刻度摇匀,干过滤于100毫升塑料瓶中取25毫升滤液于100毫升烧杯中,使溶液为1%硝酸酸度,加入高纯铝溶液(视样品中铝含量多少补足为2mgAl₂O₃/ml)于电热板

上加热浓缩体积,然后转入25毫升量瓶。用水稀至刻度,摇匀,倒入小塑料瓶中即可进行测定(一般用10^μl注样)。

样品分析结果

以下六个矿区进行了至少六次不同时间的分析,结果见下表。

	样品编号	本法结果 (%)						平均值	比色法结果	苏联标准 比色法结果
		0.0053	0.0051	0.0053	0.0045	0.0051	0.0057			
1	贵铝 A 8001	0.0053	0.0051	0.0053	0.0045	0.0051	0.0057	0.0052	0.0052	0.0053
2	广西平果 1号	0.0071	0.0080	0.0082	0.0085	0.0082	0.0081	0.0080	0.0078	0.0079
3	郑铝 2号	0.0085	0.0084	0.0084	0.0082	0.0079	0.0079	0.0082	0.0080	0.0086
4	山东湖田矿	0.0105	0.0101	0.0100	0.0090	0.0088	0.0106	0.0098	0.0096	0.0104
5	贵铝 A 8004	0.0085	0.0084	0.0082	0.0080	0.0080	0.0078	0.0082	0.0079	0.0088
6	山西 1号	0.0032	0.0032	0.0031	0.0033	0.0034	0.0024	0.0031	0.0030	0.0034

讨论

一、石墨管质量好坏关系很大,根据我们实践,使用石墨管开始几个数据不稳定,到快烧坏时又不稳定,应取中间一段,不过这与原子化温度有关,测定镓原子化算是高温。

二、我们注入样品10微升,手工进样需熟练掌握,开始时可用一标准溶液多次加入,取得稳定峰值读数。

三、原子化时耗电很大,电源电压需稳定,我们加一个5KW电子稳压器。

四、注样器塑料咀要求洁净，加样后须仔细观察尖咀有无液体粘挂现象。

五、微量铍标准溶液，宜用塑料瓶盛装。

六、银坩埚熔矿曾进行空白试验无影响。

参 考 文 献

1. 王. A. X., (1979), 4. 693—701.
2. 岩矿测试: (1980), 山东地质局实验室

3. 科学院环化所Zeeman效应元素分裂图谱(未发表)。

4. Pelosi, C. and Attolini, G., (1976), *Anal Chim Acta*, **84**, 177—183.

5. Akbar Montaser and Mehrabzadeh, A. A., (1979), *Anal Chim Acta*, **111**, 297—300.

6. Langmyhr, F. J. and Rosnussen, S., 1974, *Anal Chim Acta* **72**, 79—83.

Atomic Absorption Determination of Gallium in Bauxite by using a Flameless Atomizer

Wu Jingru Luo Zhaosi Yung Bingchi

Abstract

This paper reports the determination of Gallium in Bauxite by using flameless atomizer. Aluminium possesses the behavior to increase the sensitivity of Gallium. When Aluminium oxide content is above 2 mg/ml, this effect maintains constant.

This procedure is simple and rapid. The detection limit is 0.01 $\mu\text{g/ml}$ of Gallium.