

苯基荧光酮沉淀捕集-GFAAS 测定痕量镓、锗、钼和铟

龚琦, 李向欣, 韦小玲, 李兴扬, 陆建军, 欧阳开

广西大学化学化工学院, 广西南宁 530004

摘要 以苯基荧光酮沉淀捕集溶液中的痕量镓、锗、钼和铟, 用石墨炉原子吸收法进行测定。研究了溶液酸度、苯基荧光酮(PF)用量、陈化时间、溶液体积以及共存元素的影响。最佳条件分别为: Ga(III): 500 mL pH \approx 2 溶液中加入 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF 2.00 mL, 陈化 4h; Ge(IV): 500 mL pH \approx 2 溶液中加入 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF 4.00 mL, 陈化 10 h; Mo(V): 1 000 mL pH \approx 3 溶液中加入 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF 3.00 mL, 陈化 6 h; In(III): 100 mL pH \approx 5 溶液中加入 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF 4.00 mL, 陈化 10 h。实验显示, 苯基荧光酮沉淀对痕量镓、锗、钼和铟的捕集过程以后沉淀为主。方法检出限(3s): 镓 0.12 ng \cdot mL $^{-1}$, 锗 0.30 ng \cdot mL $^{-1}$, 钼 0.046 ng \cdot mL $^{-1}$, 铟 2.7 ng \cdot mL $^{-1}$ 。该方法成功地用于石墨炉原子吸收测定水溶液、国家地质标准物质和锌精矿中痕量镓、锗、钼和铟。

主题词 苯基荧光酮; 沉淀; 捕集; 石墨炉原子吸收法

中图分类号: O657.3; O652.6; O653 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2006)06-1162-05

引言

苯基荧光酮及其衍生物作为显色剂的研究较多, 一般待测元素浓度最低也只能达到几个 ng \cdot mL $^{-1}$ [1]。但是将其应用于原子吸收分析法中痕量元素分离富集的研究很少, 仅鲍长利等[2]用苯基荧光酮螯合锗, 四氯化碳萃取该螯合物, 再用 N,N-二甲基甲酰胺反萃取, 然后用石墨炉原子吸收法进行测定。本文根据苯基荧光酮及其螯合物微溶于水这一特点, 利用它从水溶液中析出对痕量镓、锗、钼和铟进行捕集, 富集后的痕量元素用石墨炉原子吸收法直接进行测定, 由于石墨炉原子吸收法本身具有较高的选择性和灵敏度, 再加上测量前的预富集, 进一步提高石墨炉原子吸收法测定这些元素的选择性和灵敏度。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

Z-8000 型偏振塞曼原子吸收分光光度计(日立); Ga, Ge, Mo 和 In 元素空心阴极灯(信息产业部电子第十二研究所); 普通石墨管(核工业部北京第五研究所); 全热解石墨管(日立); 涂 W 石墨管: 按文献[3]的方法, 用普通石墨管制作; CS 型高压消解瓶(北京轻工业学院机电设备厂); 玻璃

砂芯漏斗(35-3)(上海申迪玻璃有限公司)。

N,N-二甲基甲酰胺(上海试剂厂, AR); 苯基荧光酮(上海试剂总厂, AR)。

10 mg \cdot mL $^{-1}$ 苯基荧光酮(PF)溶液: 称取 1.000 0 g 苯基荧光酮于 50 mL 的烧杯中, 加入 25 mL 1 mol \cdot L $^{-1}$ 的氢氧化钠溶液, 搅拌, 至苯基荧光酮完全溶解, 然后将溶液转移到 100 mL 容量瓶, 用蒸馏水定容, 将溶液转移到棕色瓶, 在冰箱冷藏保存备用。

1.00 mg \cdot mL $^{-1}$ Ga 标准储备液: 称取光谱纯 Ga 0.050 0 g 于 50 mL 烧杯中, 用 10 mL 水微热溶解, 加热蒸发至溶液呈湿盐状, 冷却后加入少量水, 转移至 50 mL 容量瓶中, 用 1+10 HNO₃ 定容。使用时, 取该储备液适量, 用 1+10 HNO₃ 逐级稀释到所需浓度。

1.00 mg \cdot mL $^{-1}$ Ge 标准储备液: 称 GeO₂(GR) 0.072 1 g 于 50 mL 烧杯中, 用 5 mL 1 mol \cdot L $^{-1}$ NaOH 加热溶解, 冷却后, 用 1+10 HNO₃ 中和溶液中剩余 NaOH, 转移至 50 mL 容量瓶, 用 1+10 HNO₃ 稀释至刻度。使用时取该储备液适量, 用 1+10 的 HNO₃ 逐级稀释至所需浓度。

100 μ g \cdot mL $^{-1}$ Mo 标准储备液: 准确称取 MoO₃ 0.015 0 g(AR)于 50 mL 烧杯中, 用 1+9 NH₃ \cdot H₂O 溶解, 并用 1+9 NH₃ \cdot H₂O 定容至 100.00 mL。使用时用蒸馏水逐级稀释至所需浓度。

1.00 mg \cdot mL $^{-1}$ In 标准储备液: 准确称取 0.050 0 g In

收稿日期: 2005-05-10, 修订日期: 2005-08-06

基金项目: 国家自然科学基金(20366002-2)和广西教育厅科研基金(桂教科研[2003]22号)资助

作者简介: 龚琦, 1957年生, 广西大学化学化工学院教授

(GR)于 50 mL 烧杯中,用 5 mL 1+1 HNO₃ 加热溶解并蒸发至溶液呈湿盐状,转移至 50 mL 容量瓶中,用 1+10 HNO₃ 稀释刻度。使用时,移取适量该储备液,用 1+10 的 HNO₃ 逐级稀释至所需浓度。

1.2 实验方法

1.2.1 Ga 的捕集

取 10.00 mg · mL⁻¹ PF 2.00 mL 加至 500 mL 含 Ga 试液中,边搅拌边用 1+1 HNO₃ 调节溶液 pH ≈ 2.0,在电炉上加热至产生深红色絮状沉淀,取下,室温静置 4 h。用玻璃砂芯漏斗减压过滤,用少量蒸馏水洗涤沉淀 3 次。沉淀用含 0.5 mol · L⁻¹ NaOH 1~3 滴的 2.0 mL N,N-二甲基甲酰胺溶解,并收集到 25 mL 容量瓶中,加入含 3 mg Ni 的基体改进剂溶液,用蒸馏水定容,用石墨炉原子吸收测定。以同样方法做一个空白试验。

1.2.2 Ge 的捕集

取 10.00 mg · mL⁻¹ PF 4.00 mL 加至 500 mL 含 Ge 试液中,边搅拌边用 1+1 HNO₃ 调节溶液 pH ≈ 2.0,在电炉上加热 5~9 min,产生深红色絮状沉淀,取下,室温静置 10h。用玻璃砂芯漏斗减压过滤,用少量蒸馏水洗涤沉淀 3 次。沉淀用含 0.5 mol · L⁻¹ NaOH 1~3 滴的 2.0 mL N,N-二甲基甲酰胺溶解,并收集到 25 mL 容量瓶中,加入含 3 mg La 的基体改进剂溶液,用蒸馏水定容,用石墨炉原子吸收测定。以同样方法做一个空白试验。

1.2.3 Mo 的捕集

在不断搅拌下,往 1 000 mL 含 Mo 试液加入 10 mg · mL⁻¹ 苯基荧光酮 3.00 mL,用 2+1 HCl 溶液调节 pH ≈ 3.0,在电炉上加热 5~9 min,产生深红色絮状沉淀,取下,室温静置 6 h。用玻璃砂芯漏斗减压过滤,以蒸馏水洗涤沉淀 3 次,沉淀用加入 1~3 滴 1 mol · L⁻¹ NaOH 的 N,N-二甲基甲酰胺 2.00 mL 溶解,并收集到 25 mL 容量瓶中,加入含 2 mg CaF₂ 的基体改进剂溶液,用蒸馏水定容,用石墨炉原子吸收测定。用同样的方法做一个空白试验。

1.2.4 In 的捕集

取 100 mL 含 In 待测液,加入少量 1+10 HNO₃ 至酸性,在不断搅拌下加入 10 mg · mL⁻¹ 苯基荧光酮 4.00 mL,再用 1+10 HNO₃ 调节 pH ≈ 5.0,在电炉上加热 5~9min,产生深红色絮状沉淀,取下,室温静置 10 h。用玻璃砂芯漏斗减压过滤,用蒸馏水洗涤沉淀 3 次,沉淀用加入 1~3 滴 1 mol · L⁻¹ NaOH 的 N,N-二甲基甲酰胺 2.00 mL 溶解,并收集于 25 mL 容量瓶中,同时加入 3 mg Ag 基体改进剂,用蒸馏水定容,用石墨炉原子吸收测定。用同样的方法做一个空白试验。

1.3 Ga, Ge, Mo 和 In 的石墨炉原子吸收测量

1.3.1 仪器测量条件

石墨炉原子吸收测量 Ga, Ge, Mo 和 In 的仪器条件如表 1 所示。

Table 1 Condition of GFAAS measurement

Element	Wavelength/nm	Lamp current/mA	Drying/°C, s	Ashing/°C, s	Atomization/°C, s	Clean/°C, s	Graphite tuber
Ga	294.3	7.5	80~120, 30	1 100, 15	2 400, 4	2 700, 5	Common
Ge	265.2	7.5	80~120, 20	1 100, 20	2 500, 8	2 800, 5	Coated W
Mo	313.3	7.5	80~120, 35	1 300, 10	2 500, 8	2 900, 5	Pyrolytical
In	325.6	5.0	80~120, 15	400, 15	1 800, 4	2 400, 3	Common

1.3.2 标准曲线

在盛有蒸馏水(其中 In 100 mL, Mo 1 000 mL, Ga 和 Ge 500 mL)的 20 只烧杯中,加入 1.00 μg · mL⁻¹ (Mo 为 0.100 μg · mL⁻¹) 待测元素标准溶液,它们的体积分别为 Ga: 0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00 mL; Ge: 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL; Mo: 0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00 mL; In: 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL。其余操作按 1.2 和 1.3。所得标准曲线的回归方程分别为 Ga: $A = 0.613c_{Ga} + 0.0035$, $r = 0.9999$; Ge: $A = 0.695c_{Ge} + 0.0034$, $r = 0.9989$; Mo: $A = 1.144c_{Mo} + 0.001$, $r = 0.9989$; In: $A = 0.2254c_{In} + 0.0035$, $r = 0.9985$ 。

2 结果与讨论

2.1 溶液酸度对富集效果的影响

Ga(III), Ge(IV), Mo(V) 和 In(III) 等金属离子的存在形式随溶液酸度的变化而变化,而苯基荧光酮在水中的溶解度以及其金属离子络合的稳定性也与溶液酸度密切相关。考察了溶液酸度对富集效果的影响,如图 1 所示。实验表明,

在 pH 2~4, 富集 Ga(III); 在 pH ≈ 2 时, 富集 Ge(IV); 在 pH 1~7, 富集 Mo(V); 在 pH ≈ 5 时, 富集 In(III), 均可得到较好的回收率。考虑在较高酸度下的干扰较少, Ga(III) 和 Mo(V) 的富集酸度分别控制在 pH ≈ 2 和 3。

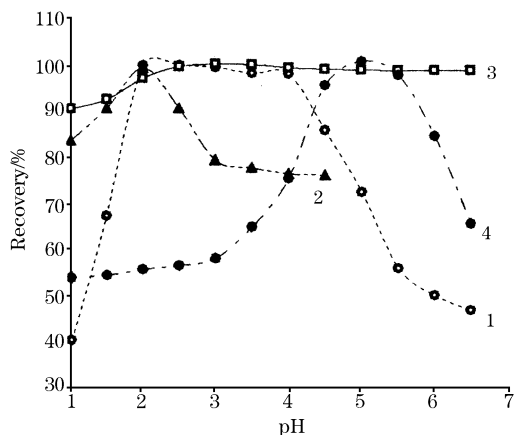


Fig. 1 Effect of pH on enrichment recoveries

1: Ga 5.00 μg; 2: Ge 2.50 μg;
3: Mo 5.00 μg; 4: In 5.00 μg

2.2 苯基荧光酮用量的影响

苯基荧光酮作为络合剂与溶液中待富集痕量元素形成疏水性络合物,随后当苯基荧光酮从酸性水溶液中析出时,痕量元素的疏水性络合物被携带下来。若苯基荧光酮加入量太少,则无法形成足够的沉淀去捕集痕量元素的络合物。加入量过多的苯基荧光酮,则会对沉淀与溶液的分选造成困难。另一方面,试液中高浓度苯基荧光酮会造成原子吸收测量的原子化和背景干扰。如图 2 所示, $10 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 苯基荧光酮的用量,对富集 Ga(III), Ge(IV), Mo(V), In(III), 分别为 2.00, 4.00, 3.00 和 4.00 mL 时,可以获得较好的富集回收率。

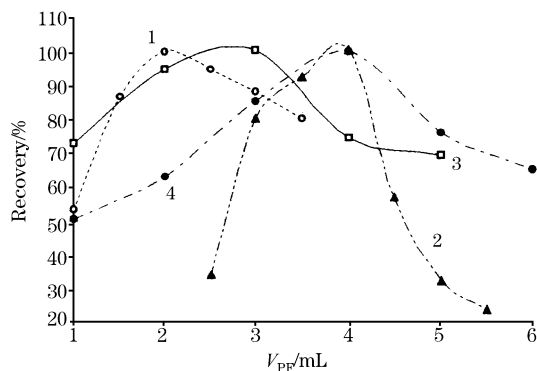


Fig. 2 Effect of PF amount

1: Ga $5.00 \mu\text{g}$; 2: Ge $2.50 \mu\text{g}$;
3: Mo $0.500 \mu\text{g}$; 4: In $5.00 \mu\text{g}$

2.3 沉淀陈化时间的影响

实验表明,苯基荧光酮沉淀捕集被测元素的效果与它在试液中的陈化时间有关。通过陈化,苯基荧光酮沉淀能够充分吸附溶液中的被测元素,同时形成较大的颗粒而易于过滤洗涤。陈化时间过短,吸附不完全,且沉淀悬浮在溶液中,不易过滤;陈化时间过长,因 PF 的缓慢分解,部分吸附在其表面的被测物又会重新进入溶液。为弄清沉淀捕集被测元素属的属性,除了按 1.2 节的方法,改变陈化时间进行试验外(图 3~图 6 中的实线),还在相同条件下考察了先形成苯基荧光酮沉淀,然后再加入被测元素进行捕集的情况(图 3~图 6 中的虚线)。图 3 和图 5 表明,共沉淀对苯基荧光酮沉淀捕集 Ga(III) 和 Mo(V) 有一定贡献,对 Mo 的贡献比较突出,

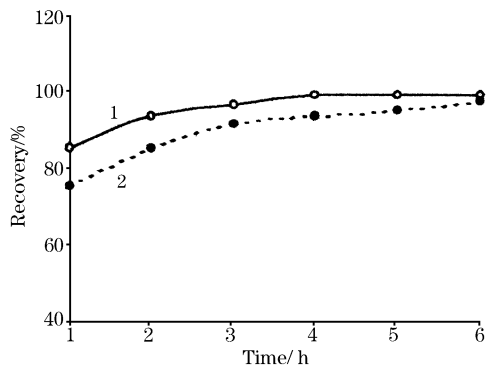


Fig. 3 Effect of ageing time on recovery of Ga

1: PF 在待测试液中沉淀; 2: PF 沉淀后加入待测试液

但是后沉淀仍起主导作用。由图 4 和图 6 可知,苯基荧光酮沉淀捕集 Ge(IV) 和 In(III), 则基本是后沉淀的贡献。

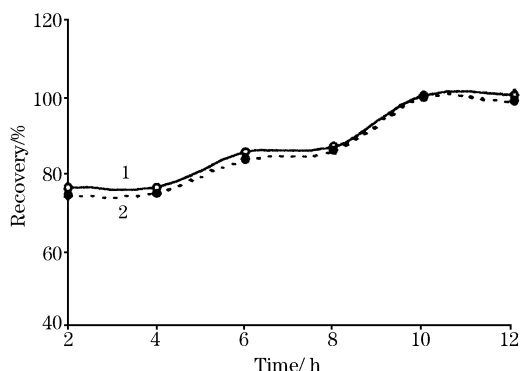


Fig. 4 Effect of ageing time on recovery of Ge

1: PF 在待测试液中沉淀; 2: PF 沉淀后加入待测试液

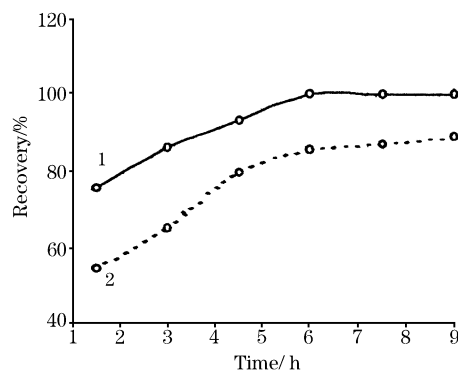


Fig. 5 Effect of ageing time on recovery of Mo

1: PF 在待测试液中沉淀; 2: PF 沉淀后加入待测试液

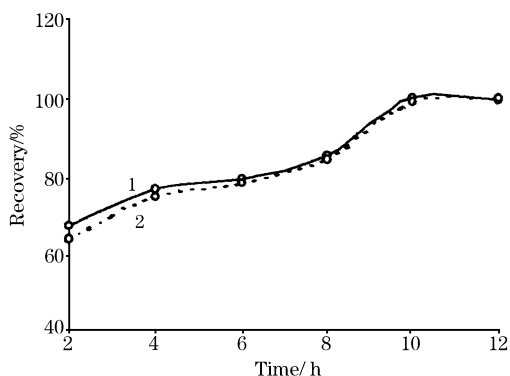


Fig. 6 Effect of ageing time on recovery of In

1: PF 在待测试液中沉淀; 2: PF 沉淀后加入待测试液

2.4 待富集液体积的影响

按 1.2 的方法,考察改变待富集液体积对富集效果的影响。如图 7 所示,对于 Ga(III) 和 Ge(IV) 的富集,溶液体积在 $100 \sim 1000 \text{ mL}$, 都能获得较好的效果,而且回收率变化很小; Mo(V) 需在较大体积 ($\geq 1000 \text{ mL}$) 的溶液中才能获得较好回收率,这可能是在稀溶液中 Mo(V) 的同多酸根解聚,形成易于富集的简单钼酸根;而 In(III) 则要在较小体积 ($100 \sim 250 \text{ mL}$) 的溶液中进行富集,这可能由于 In(III) 的亲 O 能

力不及 Ga(III), Ge(IV) 和 Mo(V), 因此与苯基荧光络合时, 必须在较浓的溶液中进行。

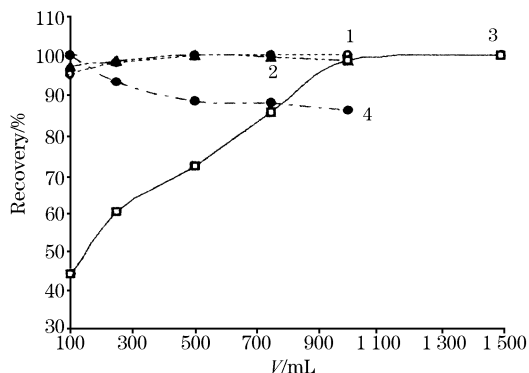


Fig. 7 Effect of solution volume

1: Ga 5.00 μg ; 2: Ge 2.5 μg ;
3: Mo 0.50 μg ; 4: In 5.0 μg

2.5 方法检出限

每个元素按照 1.2 节配制 8~10 个空白溶液, 测量镓、锗、钼、铟的标准偏差 s 分别为 0.000 5, 0.001 4, 0.000 7, 0.000 8, 考虑从试液到待测液的浓缩倍数, 得到方法检出限 ($3s$): 镓 $0.12 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, 锗 $0.30 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, 钼 $0.046 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, 铟 $2.7 \text{ ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.6 共存元素对富集的影响

按测量误差 $\leq 5\%$ 计, Ga 的量为 $5 \mu\text{g}$ 时, 共存离子的允许量为 (mg): Cu^{2+} (20), Zn^{2+} (5), Cd^{2+} (1), Ca^{2+} (1), Pb^{2+} (0.5), Mn^{2+} (1), Ag^+ (0.1), Al^{3+} (1), Au^{3+} (0.5), Na^+ (1), K^+ (1), Co^{2+} (0.5), Mg^{2+} (0.01), As^{3+} (0.5), Fe^{3+} (0.02), Ti(IV) (0.05), V(V) (0.02), W(VI) (0.1)。Ge 的量为 $2.5 \mu\text{g}$ 时, 共存离子的允许量为 (mg): Na^+ (5), K^+ (1), Mg^{2+} (0.5), Mn^{2+} (1), Ag^+ (1.5), Co^{2+} (0.1), Cd^{2+} (0.2), Pb^{2+} (0.5), Ca^{2+} (3), Au^{3+} (0.5), Al^{3+} (1), Zn^{2+} (2.5), Cu^{2+} (0.1), Sn^{4+} (1), Sr^{2+} (1), Fe^{3+} (0.05), W(VI) (1), Ti(IV) (0.1), V(V) (0.02)。Mo 的量为 $0.5 \mu\text{g}$ 时, 下列离子的允许量为 (mg): Al^{3+} (10), Fe^{3+} (0.5), Mn^{2+} (5), Ag^+ (10), Co^{2+} (1), Mg^{2+} (0.5), K^+ (1), Na^+ (3), Pb^{2+} (1), Cu^{2+} (50), Ca^{2+} (10), Zn^{2+} (5)。In 的量为 $5 \mu\text{g}$ 时, 下列离子的允许量为 (mg): Na^+ (10), K^+ (3), Ca^{2+} (0.1), Au^{3+} (0.5), As^{3+} (5), Ag^+ (0.1), Mn^{2+} (0.5), Pb^{2+} (1), Mg^{2+} (0.3), Cd^{2+} (0.5), Cu^{2+} (0.5), W(VI) (0.1), Ti(IV) (0.05), V(V) (0.1), Co^{2+} (0.2), Al^{3+} (0.1), Fe^{3+} (0.05), Zn^{2+} (1)。

2.7 样品分析

2.7.1 水样中 Ga(III), Ge(IV), Mo(V) 和 In(III) 的富集

按 1.2 节实验方法, 分别富集用自来水配制的含 Ga, Ge, Mo 和 In 试液, 结果如表 2 所示。

Table 2 Results of enrichment of Ga(III), Ge(IV), Mo(V) and In(III) in water samples

Elements	Content/ μg	Found/ μg	Average/ μg	Recovery/%	RSD%
Ga	2.50	2.52, 2.44, 2.32, 2.40, 2.46, 2.38	2.42	96.8	2.9
	4.00	4.01, 4.30, 4.10, 4.25, 4.21, 3.90	4.13	103	3.7
	5.00	4.95, 4.90, 4.96, 4.80, 4.92, 4.70	4.87	97.4	2.1
	6.00	5.86, 5.90, 5.70, 5.65, 5.80, 5.56	5.75	95.8	2.3
Ge	1.50	1.42, 1.40, 1.48, 1.52, 1.46, 1.48	1.46	97.3	3.0
	2.00	1.92, 1.86, 1.78, 1.84, 1.80, 1.90	1.85	92.5	3.0
	2.50	2.46, 2.50, 2.48, 2.58, 2.60, 2.55	2.53	101	2.2
	3.00	2.94, 2.98, 2.90, 3.02, 2.96, 3.00	2.97	99.0	1.5
Mo	0.30	0.33, 0.30, 0.31, 0.32, 0.33, 0.30	0.32	107	4.4
	0.40	0.40, 0.41, 0.43, 0.40, 0.44, 0.42	0.42	105	3.9
	0.60	0.59, 0.58, 0.60, 0.61, 0.60, 0.61	0.60	100	2.0
	0.70	0.73, 0.70, 0.73, 0.72, 0.69, 0.70	0.71	101	2.4
In	3.00	2.96, 2.78, 2.80, 2.84, 2.86, 2.90	2.86	95.3	2.3
	4.00	4.10, 3.96, 4.02, 3.90, 4.20, 4.08	4.04	101	2.6
	5.00	4.96, 4.90, 5.00, 5.08, 4.98, 5.02	4.99	99.8	1.2
	6.00	6.02, 6.20, 5.96, 6.12, 5.90, 5.98	6.03	100	3.9

2.7.2 标准样中 Ga, Ge 和 Mo 的富集

称取一定量的标准物质于 CS 高压消解瓶的聚四氟乙烯瓶内, 加少量水润湿, 依次加入 4 mL 混酸 ($3\text{HNO}_3 : 1\text{HClO}_4$), 4 mL HF, 将高压消解瓶盖拧紧, 摇匀, 然后将其放入干燥箱中, 在 170°C 下加热 4 h, 其间每隔 1 h 摇动 5 min, 取出后在室温下冷却, 启封, 将消解液转移至烧杯, 加入一定量的蒸馏水后, 按 1.2 节中的方法进行富集, 测定结果见表 3。

2.7.3 锌精矿中 In 的富集

称取经 80°C 干燥 1 h 的锌精矿 0.200 g (编号 664, 冶金部北京矿冶研究院) 至 50 mL 烧杯中, 加少许蒸馏水润湿, 在电板上低温缓慢加热, 并滴加王水 3 mL, 同时滴加几滴氢氟酸, 待矿样溶解后, 继续加热至湿盐状。用少量水溶解, 过滤, 在滤液中加入 9 mL $15 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 酒石酸, 8 mL $10 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 抗坏血酸, 再补加蒸馏水至 100 mL, 按 1.2 节方法进行富集, 测定结果见表 4。

本文用石墨炉原子吸收法测定水样和矿样中的四种痕量 墨炉原子吸收法测定样品中的痕量杂质也有所报道, 例如文
杂质的含量, 这是一项很有实际应用的研究。近年来, 此石 献[4]。

Table 3 Results of enrichment of Ga, Ge, Mo in reference materials

Reference materials	Element	Found/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	Average/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	Reference/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
GBW07405	Ga	3.10, 3.22, 3.24, 3.08, 3.15, 3.14	3.16	3.17	2.0
	Ge	2.3, 2.2, 2.4, 2.6, 2.4, 2.5	2.4	2.6	5.9
	Mo	4.7, 4.8, 4.6, 4.5, 4.4, 4.6	4.6	4.6	3.1
GBW07107	Ga	2.48, 2.50, 2.60, 2.64, 2.52, 2.40	2.52	2.56	3.4
	Ge	3.1, 2.9, 3.0, 2.9, 3.2, 2.8	3.0	3.1	4.9
GBW07103	Mo	3.7, 3.5, 3.4, 3.5, 3.6, 3.3	3.5	3.5	4.0

Table 4 Results of enrichment of In in zinc concentrate

Found/ μg	Added/ μg	Found/ μg	Average/ μg	Recovery/%	RSD/%
4.10	1.50	5.70, 5.64, 5.80, 5.76, 5.60, 5.66	5.69	106.0	1.3
	2.00	5.88, 5.90, 6.10, 5.96, 6.04, 6.08	5.99	94.5	1.7
	2.50	6.51, 6.68, 6.48, 6.46, 6.58, 6.60	6.55	98.0	1.3
	3.00	7.00, 6.90, 7.10, 7.06, 6.96, 6.88	6.98	96.0	1.2

参 考 文 献

- [1] DUAN Qun-zhang(段群章). Metallurgical Analysis(冶金分析), 1995, 15(3): 35.
 [2] BAO Chang-li, LIAN Hong-zhou, CHEN Bo, et al(鲍长利, 连洪洲, 陈博, 等). Physical Testing and Chemical Analysis(Part B: Chemical Analysis)(理化检验-化学分册), 2001, 37(12): 537.
 [3] LIN Shu-qin, CHEN Shu-yu, BI Mao-hua(林淑钦, 陈树榆, 毕茂华). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 1999, 19(1): 81.
 [4] SONG Guang-sen(宋光森). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2005, 25(4): 570.

Precipitation Trapping with Phenylfluorone and Determination of Trace Gallium, Germanium, Molybdenum and Indium by GFAAS

GONG Qi, LI Xiang-xin, WEI Xiao-ling, LI Xing-yang, LU Jian-jun, OUYANG Kai
 College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, China

Abstract The preconcentration of trace gallium, germanium, molybdenum and indium by trapping with precipitation of phenylfluorone (PF), and the determination of the elements by GFAAS were developed. The effects such as those of acidity, amounts of PF, aging time, volume of test solution, and the coexistent ions on the preconcentration of the trace elements were examined in detail. The optimum conditions of preconcentration for Ga(III) were pH \approx 2 test solution 500 mL with added 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF (2.00 mL) and aging for 4 h, those for Ge(IV) were pH \approx 2 test solution 500 mL with added 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF (4.00 mL) and aging for 10 h, those for Mo(V) were pH \approx 3 test solution 1 000 mL with added 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF (3.00 mL) and aging for 6 h, and those for In(III) were pH \approx 5 test solution 100 mL with added 10.00 mg \cdot mL $^{-1}$ PF (3.00 mL) and aging for 10 h. The experiment results showed that the main contribution to trapping trace gallium, germanium, molybdenum and indium with PF precipitation was post-precipitation instead of coprecipitation. The detection limits (3s) were 0.12 ng \cdot mL $^{-1}$ for gallium, 0.30 ng \cdot mL $^{-1}$ for germanium, 0.046 ng \cdot mL $^{-1}$ for molybdenum and 2.7 ng \cdot mL $^{-1}$ for indium. The developed methods were successfully applied to the determination of trace amount of the elements in water samples, geological standard reference materials, and zinc concentrate samples by graphite furnace atomic absorption spectrometry.

Keywords Phenylfluorone; Precipitation; Trapping; Graphite furnace atomic absorption spectrometry

(Received May 10, 2005; accepted Aug. 6, 2005)