

## 偶氮氯磷-mN直接光度法测定矿石中铈族稀土元素

广东省地质局第九实验室

叶年咏

本文研究了偶氮氯磷-mN在磷酸-草酸-焦磷酸钠体系中以锌-EDTA二乙酯作缓冲掩蔽剂①在钪族稀土和常见元素存在下,不经分离,直接测定铈族稀土元素的可能性。

### 一、实验部分

偶氮氯磷-mN: 0.05%水溶液(上海师大)。

Zn-EDTA二乙酯0.15%水溶液:称取EDTA二乙酯15克;乙酸锌15克溶于1000毫升水中,摇均。

混合铈组稀土标准:用光谱纯的稀土氧化物按La:Ce:Pr:Nd:Sm等于50:30:20:10:10配成每毫升含10微克的酸性稀土溶液(0.1N盐酸)。

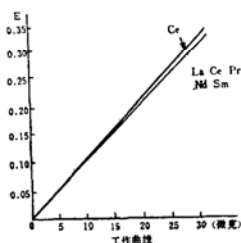
混合钪族稀土标准:按Y:Ho:Yb:Lu等于66:4:18:6配制成每毫升10微克的标准溶液(0.1N盐酸)。

我们做了以下的条件试验和干扰试验:偶氮氯

磷-mN与铈族稀土的络合物在670毫微米处有最大吸收峰,该络合物的组成为1:4。本方法最佳条件为50毫升体积内1:1磷酸2—6毫升,0.05%显色剂4—6毫升,10%草酸8—12毫升,0.15%Zn-EDTA二乙酯1—6毫升,5%焦磷酸钠10—20毫升。测定10微克铈时干扰离子允许量:Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Pb<sup>2+</sup>、Zn<sup>2+</sup>为5毫克,Al<sup>3+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup>为3毫克,Fe<sup>3+</sup>为2毫克,B<sup>3+</sup>、Ti<sup>4+</sup>为0.5毫克,Co<sup>2+</sup>、Mo<sup>6+</sup>为0.3毫克,W<sup>6+</sup>、V<sup>5+</sup>为0.5毫克,Sn<sup>2+</sup>、Zr<sup>4+</sup>为0.1毫克,UO<sub>2</sub><sup>2+</sup>为0.05毫克,Th<sup>4+</sup>为0.035毫克,SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>大于10毫克,并允许6倍量的重稀土存在。

工作曲线:混合铈组稀土元素的工作曲线:吸取5—30微克混合铈族稀土标准溶液于50毫升容量瓶中,分别加入4毫升1:1磷酸,10毫升10%草酸,10毫升5%焦磷酸钠,5毫升0.15%锌-EDTA二乙

酯, 5毫升0.05%偶氮氯磷—mN, 以水稀至刻度, 摇匀, 在72型比色计上试剂空白为参比, 于670毫微米处, 1厘米比色皿测定消光, 见图。



铈组稀土元素的工作曲线

## 二、矿石分析

称取一定量矿样置于刚玉坩锅中, 加入3—4克过氧化钠, 搅匀再复盖一层过氧化钠, 在700℃马弗炉中焙10分钟, 取出冷却, 于250毫升烧杯中, 分别加入2毫升30%过氧化氢, 1毫升0.2M EDTA, 1毫升乙二胺, 2毫升10%碘基水杨酸及少许纸浆②加热煮沸10分钟, 冷却后用中速过滤纸过滤。用2%氢氧化钠洗烧杯及沉淀各3次, 用热的1:4盐酸

矿石分析结果对照

样品号码	本法结果%	X 萤光光谱结果%	钇族稀土结果%
B012	6.40	6.443	0.310
7304	1.04	1.120	0.180
7306A	2.54	2.470	0.380
73AB—11	0.63	0.650	0.098

注 ① 武汉大学化学系现代分析化学教研室, 缓冲掩蔽体系光度法测定稀土(会议资料)

② 叶年咏、温增森P507—HCl 体系分离偶氮 k 偶比色测定矿中铈(内部资料)

30毫升溶解沉淀于100毫升容量瓶中, 加入一滴0.05%甲酚红指示剂, 用1:1氨水调节溶液呈淡黄色, 以水稀至刻度摇匀备用。

分取部分溶液于50毫升容量瓶中, 与工作曲线同条件比色测定。

本法对73AB—11分析次, 求得标准偏差为0.010。

# Direct Spectrophotometric Determination of Microamount of Cerium-Group Rare Earths in Minerals and Rocks with Chlorophosphonazo-mN

Ye Nianyong

This paper presents a direct rapid spectrophotometric method to determine the cerium-group rare earth elements in minerals and rocks with chlorophosphonazo-mN as a developing reagent. Oxalic acid, phosphoric acid and sodium pyrophosphate were used as masking agents for yttrium-group earths and Zn-EDTA-diethylester as masking agent for other foreign ions.