

## 应用HDEHP萃淋树脂萃取色谱分离快速测定矿石中微量铈组和钇组稀土

陈达仁

广东省地质局中心实验室

吴子言

广东矿冶学院分析系81年毕业生

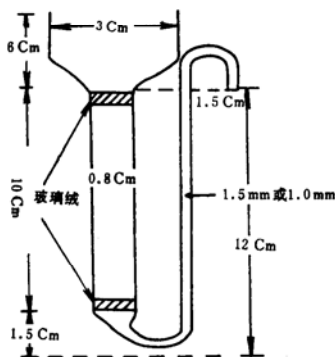
HDEHP萃淋树脂,其载体是苯乙烯-乙烯苯的共聚物,固定相是HDEHP(即二-(2-乙基己基)-磷酸),这种萃淋树脂的主要优点是萃取容量较大、有机固定相不易脱落、洗脱曲线形状良好,但能否用于矿石中稀土元素的分组,尚未见有报导。本实验选用此种萃淋树脂,以不同浓度的盐酸为流动相,进行了铈组、钇组稀土的分离洗脱条件试验。然后分别加大掩蔽剂,直接用光度法测定各组稀土<sup>[1,2]</sup>。标准回收试验及矿石分析质量符合地质要求。铈组稀土回收率为98.8—109%,钇组稀土回收率为93.7—102%。

### 一、主要仪器及试剂

#### 萃淋树脂及色谱管:

HDEHP萃淋树脂(二机部第五研究所研制)60—75目。色谱管如下图。

色谱柱的制备:将干的HDEHP萃淋树脂直接装入垫有少量玻璃丝的色谱管中,(有效高度约8厘米),柱的上端用少量玻璃丝复盖,用5N盐酸80毫升淋洗,除去杂质再用去离子水50毫升淋洗后,以



色谱管

0.4N盐酸20毫升淋洗萃淋树脂,平衡后备用,流速为0.3—0.5毫升/分。

铈组稀土标准液:  $\text{La}_2\text{O}_3:\text{CeO}_2:\text{Pr}_6\text{O}_{11}:\text{Nd}_2\text{O}_3 = 25:45:10:20$ , 1毫升 $\approx 10$ 微克(0.4N盐酸介质)。

钇组稀土标准液:  $\text{Sm}_2\text{O}_3:\text{Eu}_2\text{O}_3:\text{Yb}_2\text{O}_3:\text{Y}_2\text{O}_3 = 5:15:25:55$ , 1毫升 $\approx 10$ 微克(0.4N盐酸介质)。

偶氮氯磷—mA, 0.012%水溶液。

混合提取液:按0.74%EDTA:6%EGTA:乙二胺(1:2):(1.0%水杨酸:三乙醇胺(1:1))为5:5:5:15体积比配制。

联合掩蔽剂(兼作缓冲剂),按10%磺基水杨酸,2%磷酸氢二钠,5%柠檬酸,2%EGTA,1.5%EDTA等体积配制,此时pH约为1.8,再用4N盐酸调至pH为1.0—1.2(用时配制)。

### 二、条件试验及讨论

#### 1. 铈组稀土洗脱试验

洗脱液盐酸浓度为0.4N,只需用45—50毫升即能使20—400微克铈组稀土洗脱完全。

#### 2. 钇、铕的洗脱试验:

如用0.4N、0.5N盐酸,体积在50毫升以内均不能使钇铕洗脱下来,可见钇铕归入钇组一起用0.4N盐酸洗脱时,铈、钇组稀土分离效果较好。

#### 3. 钇组稀土洗脱试验

采用4N盐酸为最佳,仅需50毫升即可将20—200微克钇组稀土洗脱完全。

4. 铈组、钇组稀土的连续洗脱试验:将铈组、钇组稀土各20微克上柱,先用0.4N盐酸50毫升洗脱铈组稀土,然后用4N盐酸50毫升洗脱钇组。

### 三、矿石分析试验

1. 分析手续:称取矿样0.1000—0.2000克于刚玉坩埚中,加过氧化钠3—4克混合,再复盖一层,于700℃熔融10分钟,取出稍冷,移入盛有50毫升水和30毫升混合提取液中(如沉淀很少时可加入

2%氯化铵1毫升), 冷后再加入1毫升30%过氧化氢, 放置、过滤。用2%氢氧化钠洗涤烧杯及滤纸8次, 然后用0.4N热盐酸8毫升分8次把沉淀溶解, 直接移入已平衡好的色谱柱上, 继用0.4N盐酸42毫升洗脱铈组稀土, 流出液用50毫升容量瓶承接至刻度。再用4N盐酸50毫升洗脱铈组稀土, 用50毫升容量瓶承接至刻度, 摇匀, 分别用偶氮胂-mA法或偶氮胂法直接测定其含量(亦可用偶氮胂-mN法测定铈组稀土)。分别分取适量洗脱溶液于25毫升比色管中, 加入1%抗坏血酸1毫升, 滴入0.1%百里酚蓝2滴, 以4%氢氧化钠调至指示剂刚变色(用精密试纸检查, 此时pH为1.0—1.2)加入联合掩蔽剂5毫升, 加入0.012%偶氮胂-mA6毫升, 用水稀至刻度, 摇匀, 在662nm波长处(或红色滤光片)以试剂空白为参比测量吸光度。

矿石分析部分结果对照

含 量 方 法	本法 RE <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %		离子交换法 <sup>[1]</sup> RE <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	
	铈 组	钇 组	铈 组	钇 组
B125	0.0578%	0.0275%	0.071%	0.0230%
B126	0.0145%	0.0125%	0.014%	0.0116%
3824	0.0205%	0.0163%	0.0196%	0.0148%

## 参 考 文 献

- [1] 陈达仁、林明德、李树豪、梁志明《广东地质实验》1980年, 第二期, 分析化学12, 738(1982)。
- [2] 陈达仁、刘小明《中国稀土学会第三次全国稀土分析论文报告会论文摘要汇编》A—26。
- [3] 陈达仁、苏顺爱《1980年中国稀土学会年会文集》。

## Rapid Determination of Ce- and Y-group Rare Earth in Ores by Chromatographic Separation with HDEHP Extraction Resin

Chen Da-ren Wu Zhi-yan

An extraction chromatographic method for rapid separation of Ce- and Y-group of rare earth in ores using HDEHP resin has been studied.

The Ce- group was separated quantitatively from Y-group by elution with 50 ml of 0.4 N hydrochloric acid and the Y-group was eluted quantitatively with 50 ml of 4 N hydrochloric acid. Each component can be determined by direct photometric method.