

偶氮氯膦-mN-二苯胍-溴化十六烷基吡啶胶束增溶分光光度法测定岩矿中微量铈组稀土

广东省地质矿产局中心实验室 陈达仁

随着稀土矿石分析工作的需要,对铈组稀土的分析测试要求越来越高,不仅要求灵敏度要高,而且选择性要好。

长碳链季胺盐表面活性剂在胶束增溶光度法中的增色作用,为使此显色剂在测定组份较复杂的矿石中铈组稀土的灵敏度和选择性进一步提高,我们在原法(二元络合物光度法)^[2]的体系中,分别引进多种表面活性剂和增色剂进行了一系列筛选性试验,结果发现在显色体系中加入二苯胍与CPB对灵敏度有较显著的提高($\epsilon=1.1 \times 10^5$),选择性除钪、钛、锆外有明显的改善。比二元络合物法提高百分之五十左右,选择性较好,对大部分伴生元素的掩蔽能力强,特别对于钙的允许量达到800微克以上。精密度较好,线性范围宽,操作简便、矿石分析结果符合地质要求,从而提供了一个直接测定矿石中

微量铈组稀土的新方法。

一、主要仪器和试剂

ELKO—II型光电光度计及72型分光光度计

铈组标准溶液:按 $\text{La}_2\text{O}_3:\text{CeO}_2:\text{Pr}_6\text{O}_{11}:\text{Nd}_2\text{O}_3=25:45:10:20$ 的比例配制。其浓度为10微克/毫升

钇组标准溶液:按 $\text{Dy}:\text{Er}:\text{Yb}:\text{Y}=20:10:10:60$ 的比例配制,其浓度为10微克/毫升

偶氮氯膦-mN, 0.048%水溶液

溴化十六烷基吡啶(CPB)1%水溶液。

二苯胍, 1%乙醇溶液

混合提取剂:按0.74% EGTA:6% EDTA:1.6%水杨酸:三乙醇胺(1:1):乙二胺(1:2)为1:1:1:1:1体积比配制(用时混合)。

联合掩蔽剂:按5%柠檬酸:2%磷酸二

氢钠:1.5% EDTA:6% TTHA=1:1:1:1体积比配制(用时混合)。

二、条件试验结果及讨论

基本操作手续见“矿石分析部分”

铈组稀土与CPB和二苯胍形成的多元络合物在676nm有最大吸收峰,而试剂在此吸收较低。络合物在pH1.3—1.7时,铈组吸光度较高而钇组仅略有显色,本法选用酸度为pH1.6。显色剂用量最佳为0.048%偶氮氯膦mN2.5毫升。1%CPB用量为2.8毫升。二苯胍用量选用3毫升。混合提取剂5—8毫升不影响铈组吸光度。络合物可稳定8小时。

三、伴生元素的掩蔽效果及回收试验

加入10微克铈组稀土,在上述显色体系中,分别加入不同的元素,测得结果如下:在25毫升显色体系中,下列各元素的含量低于或等于括号内的数值(微克)时,对测定无显著的影响。

Ca(800)* Fe(400)* Ti(50) Th(1)
Mg(4000)* Cu(400) Na(6000)* 钇组
(15)
Bi(400)* Pb(500)* Mo(40) Ni(100)*
Zr(10) Sc(30) Nb(20)* W(40)
U(6) Sn(200)* Ta(40)*
Al(400)* Mn(600)* Tl(100)*

注*未作最高量

四、岩矿分析部分

称取0.2~0.5克矿样于刚玉坩埚中,加过氧化钠3—4克混匀,再盖上一层,于700℃高温炉中,熔融10分钟,取出稍冷,移入预先盛有30毫升混合提取剂及50毫升水的150毫升烧杯中,以水洗净坩埚,加热至近沸

(如无沉淀时可加入2%氯化镁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1N热盐酸25毫升,分次溶解沉淀于50毫升容量瓶中,用水洗净滤纸,并稀释至刻度,摇匀。

分取2—5毫升试液于25毫升比色管中,加入1%抗坏血酸1毫升,滴入0.1%百里酚兰两滴,以2%氢氧化钠和1N盐酸调至pH1.5,加入7毫升苯甲酸与联合掩蔽剂、混合溶液,再加1%二苯胍3毫升,0.048%显色剂2.5毫升,最后加入1%溴化十六烷基吡啶3毫升,(边加边摇动),稀释至刻度、摇匀、放置20分钟,在675nm处进行光度测量,或在ELKO—II型光电光度计,红色滤光片662nm测量。

工作曲线

按常法绘制:0—18微克铈组稀土绘制标准曲线,曲线呈线性关系。

矿石分析结果对照

样品号码	方法 本 法 $\Sigma\text{CeO}_2 \times \%$	MN—二元络 合物 ΣCeO_2 $\times \%$	某室外检 $\Sigma\text{CeO}_2 \times \%$
3823	0.016	0.0123	0.011
3826	0.025	0.024	0.0234
14446	0.078	0.066	0.082
B124	0.375	0.280	0.274

本操作对含量 ΣCeO_2 0.079%的样品作了12份平行测定,其标准偏差为0.00249%变动系数为3.04%。

参 考 文 献

- [1] 吴斌才、甄煜心、刘恒祿,华东师大理化检验2,16(1980)。

Direct Spectrophotometric Determination of Microamount of Cerium group Rare Earth in Minerals and Rocks with Chlorophosphonazo-mN Dibenzyl Guanidine

Chen Da-ren

This paper presents a direct rapid spectrophotometric method to determine the cerium-group rare earth in minerals and rocks with chlorophosphonazo-mN dibenzyl guanidine as developing reagent. Citric acid, sodium dihydrogen phosphate, EDTA and TTHA were used as masking agents for 22 foreign ions.

www.yskw.ac.cn