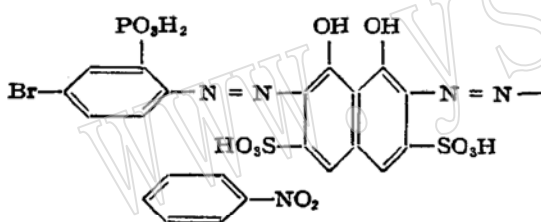


稀土元素新型显色剂偶氮溴磷-PN 测定地质样品中稀土总量

本文首次报导用[2-(4-溴-2-磷酸基苯偶氮)-7-(4'-硝基苯偶氮) 1,8-二羟基-3,6-萘二磺酸](简称偶氮溴磷-PN)作为稀土元素的新显色剂,研究了它与稀土元素的显色条件,并将其用于矿石中稀土总量的测定。该试剂为深紫红色粉末,易溶于水,在0.08~0.32N 硝酸介质中,它与稀土元素形成蓝紫色络合物,其稳定时间可高达25小时以上。络合物的摩尔吸光系数(以铈计)为 7.53×10^4 。样品经通常的碱熔, PMBP-苯萃取分离后,即可用它测定稀土总量。



实验部分

一、试剂:

偶氮溴磷-PN: 0.04% 水溶液。

稀土元素标准溶液: 用光谱纯稀土氧化物配制成每毫升10微克的溶液。

PMBP-苯溶液 0.01M。

六次甲基四胺缓冲溶液, pH = 5.5。

甲酸反萃取液 pH = 2.4

二、实验方法

在25毫升容量瓶中, 准确移取稀土标准溶液20微克, 加入2N硝酸2毫升, 0.04%偶氮溴磷-PN 4毫升, 用水稀释至刻度。摇匀, 以试剂空白为参比, 在 SP500 分光光度计上用 690 纳米波长, 2 厘米比色杯, 测其吸光度。

结果和讨论

一、试剂和络合物吸收曲线:

分取0.20微克 CeO_2 按“实验方法”显色。以水作参比；测得偶氮溴磷-PN的最大吸收峰在550纳米处；以试剂作参比，测得偶氮溴磷-PN与铈络物的最大吸收峰在690—700纳米处。本实验选用690纳米测吸光度。

二、最佳条件的选择：本法选用2N- HNO_3 2毫升，偶氮溴磷-PN 4毫升。

三、本方法用20微克混合稀土($\text{Yb}_2\text{O}_3:\text{CeO}_2:\text{La}_2\text{O}_3:\text{Y}_2\text{O}_3=1:1:1:2$)，按“实验方法”分析10次测得变动系数为0.41%；标准偏差为0.00224。

分析步骤

称取0.5克试样于铂坩埚中，加5克粉状过氧化钠，混匀，上面复盖约2克氢氧化钠，将坩埚放入 $520^\circ \pm 10^\circ\text{C}$ 的马弗炉中，熔融25分钟，空白熔3分钟，取出坩埚，冷却后用滤纸擦净坩埚底部，放入250毫升烧杯中，用热的5%三乙醇胺100毫升提取熔块，洗出坩埚，将烧杯置于低温电热板上煮沸3分钟，取下稍冷后用中速滤纸过滤，用1%氢氧化钠洗烧杯和沉淀各6—7次，沉淀用10毫升(1:1)的盐酸分2—3次溶解于100毫升量瓶中，用热的1%盐酸洗滤纸约20次，冷却后，用水稀至刻度，摇匀。移取上述溶液(视试样中稀土含量而定)于60毫升分液漏斗，水稀至约10毫升，加2%抗坏血酸1毫升，10%磺基水杨酸2毫升，混合指示剂1滴，用1:4氨水调至蓝色，立即用5%盐酸调至红色，加入 $\text{pH}=5.5$ 的六次甲基四胺缓冲溶液3毫

升，0.01M PMBP-苯萃取液20毫升，振荡1分钟，分层后弃去水相，准确加入甲酸反萃取液10毫升，振荡1分钟，分层后，将反萃取液放入25毫升容量瓶中，加入2N硝酸2毫升，其余手续同“实验方法”。

标准曲线：在一系列分液漏斗中，加入0、5、……25微克混合稀土。

($\text{Yb}_2\text{O}_3:\text{CeO}_2:\text{La}_2\text{O}_3:\text{Y}_2\text{O}_3=1:1:1:2$)按分析步骤萃取、反萃取。按“实验方法”显色后用试剂空白为参比测其吸光度。

稀土元素在0—20微克内符合比耳定律。

分析结果对照表

Analytical results

含量百分数 (%)	本法结果	原结果
样号		
1	0.30	0.32
2	0.170	0.171
3	0.060	0.061

中国地质科学院西安地矿研究所 杨丽华

华东师范大学化学系 吴斌才