

萃取色层法测定钐钕钆

江西八一稀土矿 邓平才 刘连文

·摘要· 用Cl—P₅₀₇萃淋树脂分析测定钐钕钆中各元素含量,快速价廉,可用于稀土分组分分离的中间控制和产品自检。本文研究了淋洗酸度、温度、流动相速及料液中其它稀土元素含量对分析计价元素钐的影响。

·关键词· 萃淋树脂 分析 钐钕钆

一、前 言

萃取色层法是50年代末发展起来的一种分离技术,60年代以后,才在分析化学上开始应用(1)(2),70年代初,西德Meyel等人提出了萃淋树脂的制造方法(3)。1983年,我国成功地合成了P₅₀₇萃淋树脂,利用这种树脂,可分析钐钕钆中各元素含量。

二、实验方法

(一)仪器:上海产501型超级恒温槽,PHS—29A型酸度计,直径19.3×500mm色层柱。

(二)样品和主要试剂

1.钐钕钆富集物样品(50g/L, PH3)

表1 钐钕钆样品标准配分

La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y
				49	7	44								
<0.3	<0.3	<0.3	0.50	43.83	9.15	39.55	0.89	1.82	0.54	0.34	<0.3	0.37	<0.3	2.31
<0.3	<0.3	0.81	19.67	32.39	4.89	35.26	3.17	1.83	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	1.09
<0.3	<0.3	0.83	20.36	31.1	3.42	35.63	2.46	2.61	0.31	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	2.65
0.4	<0.3	<0.3	1.38	37.34	8.14	47.39	2.22	1.45	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	<0.3	0.91

由>99%氧化物配制。

2.P₅₀₇萃淋树脂粒度100—200目,含量49.96%;

3.AR·EDTA配成0.0025M液。余皆为分析纯。

(三)分析方法

1.解方程,求得氧化钐的大致含量。

2.用H₄(CH₂)₆作缓冲液,偶氮胂Ⅲ为指示剂,用0.0025MEDTA络合滴定稀土

浓度。

3.序号2—5样品标准配分为赣州有色冶金研究所X—荧光分析仪测定结果。

(四)实验及淋洗曲线绘制 取料液5毫升加入色谱柱,流速0.2—0.3厘米/分钟,吸附完全后,分别用0.17N、0.25N、0.60N、4.0N盐酸淋洗,流速1厘米/分钟,温度50℃,每次收集10毫升溶液,用0.0025MEDTA滴定稀土浓度,以稀土浓度对淋洗体积作图,绘制出淋洗曲线。

三、结果与讨论

1.淋洗酸度影响。上柱2号样,按实验方法(四),改变淋洗酸浓度,分别用下列三组盐酸进行梯度淋洗:

A 0.12N, 0.2N, 0.4N, 4 N,

B 0.17N, 0.23N, 0.45N, 4 N,

C 0.22N、0.30N、0.50N、4 N。

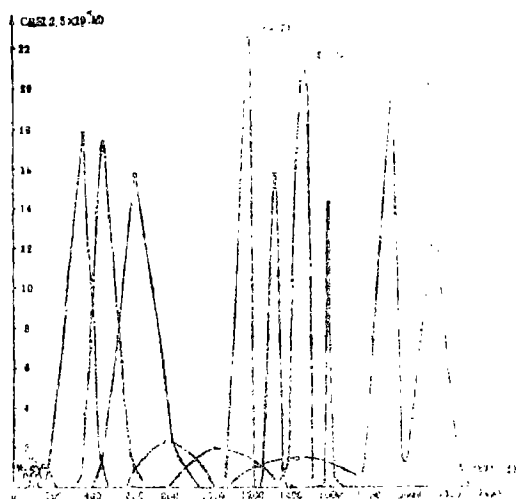


图 1 不同浓度组HCl的钕钕钆淋洗曲线

×: A组HCl淋; ●: B组HCl淋; ○: C组HCl淋;

* : 在 0—80 ml 范围内, 三条曲线重合.

结果如图 1 所示。可见,淋洗液盐酸浓度对淋洗峰影响很大,是分析的关键因素,随盐酸浓度升高,淋洗峰迅速前移,峰值增大,峰宽变窄,钨钼分离度减小,柱子分离能力降低。

实验中对含锑3%以上的试样,选定B组盐酸作淋洗剂,锑钒和钒铀都能得到基线分离,周期约15小时,分析准确度高。盐酸浓度过高,锑、钒和钒、铀交叉大,难于分离,分析误差也大。盐酸浓度降低,锑钒和钒铀分离好,测定准确度有所提高,但淋洗周期太长,淋洗液耗量大。

2. 淋洗温度影响。上柱 2 号样, 按二、

(四) 实验方法, 改变淋洗温度为 20℃、30℃、50℃, 结果如图 2 示。淋洗温度由 30℃ 升至 50℃, 峰稍向前移, 峰值增大, 峰宽减少。锑、钼和钒、铀间交叉变小, 分析准确度有所提高。当温度高于 55℃, 由于气阻导致流速不准, 难于分析, 当温度低于 20℃ 峰值较小, 峰间交叉大且峰拖尾严重, 不宜用于分析。故在 45℃—50℃ 分析, 效果最佳。

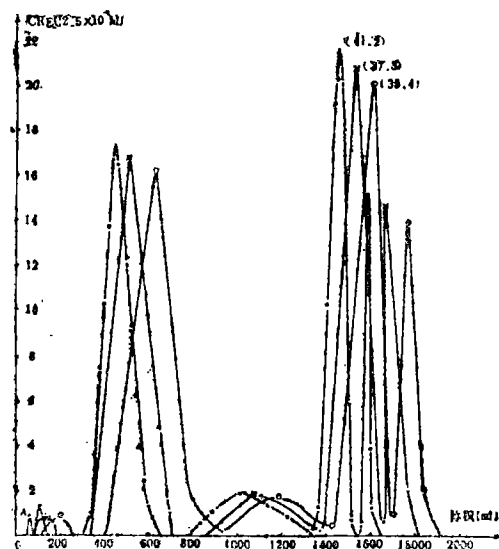


图 2 不同温度的衫锁乳淋洗曲线

○—20℃, ×—30℃,

●—50℃

3. 流速影响。上柱 2 号样, 按二、(四)实验法, 改变流动相流速为 0.6 厘米/分钟、1.0 厘米/分钟、1.2 厘米/分钟, 结果如图 3 所示。随着流动相流速增大, 淋洗峰峰值减小, 峰宽增大, 峰间交叉大, 淋洗液用量大大加大。但周期稍短, 选择 0.6~1.0 cm/min 的流速淋洗, 对于含钨大于 3 % 的钨钼钨富集物, 都可以得到较好的分析效果。

4. 其它稀土元素含量影响。按二(四)实验方法改上柱料液为 1、2、3、4、5 结果为:

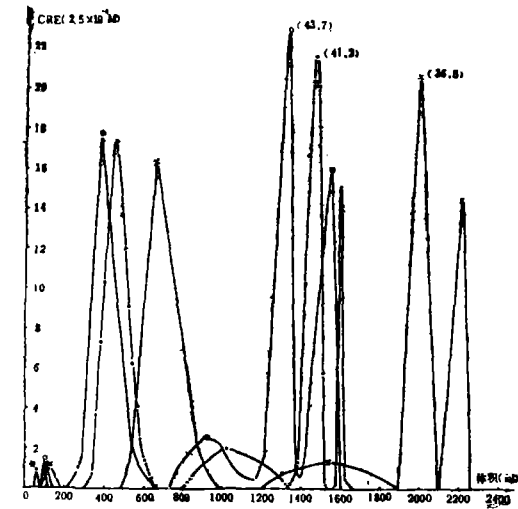


图3 不同流速的钕钆淋洗曲线
×●、○、分别代表0.6、1.0和1.2厘米/分钟淋洗

表2 不同料液分析结果							
测定结果					Eu测定	Eu偏差	
La—Nd	Sm	Eu	Gd	Tb—Lu(Y)	误差	差	
0.015	48.809	7.011	43.765	0.30(0)	0.011	+0.16	
1.162	43.76	9.197	39.51	7.371(22)	0.047	+0.51	
20.712	32.496	4.843	36.077	5.872(1.1)	0.047	-0.96	
21.02	31.356	3.454	35.931	8.244(2.7)	0.034	+0.98	
2.10	37.36	8.123	47.421	4.992(0.5)	0.017	-0.21	

由表2、表3可知，料液中的不同组份对分析准确性有一定的影响，对淋洗剂酸度、温度、流速来说较小些，其中Gd、Tb、Y三组分的含量影响大些。一般来说，随着

表3 不同组分中的影响因素

上柱料标准配分			Gd Eu	Eu测定 误差	Eu测定 偏差
Gd	Tb	Y			
44	0	0	6.286	0.011	+0.16
39.55	0.89	2.31	4.322	0.047	+0.51
35.26	3.17	1.09	7.211	0.047	-0.96
35.63	2.46	2.65	10.418	0.034	+0.98
47.39	2.22	0.91	5.822	0.017	-0.21

Gd/Eu值的增大，分析Eu的误差也增大，不同组分中，Gd/Eu是最主要的影响因素，当Tb和Y含量增加时，分析Eu的误差也稍为增大。

四、结 论

利用φ19.3×500mm的砂芯色谱柱，装填粒度为100~200目，含P₆₀₇49.96%的P₆₀₇萃淋树脂，上柱含钕大于3%，含稀土170mg的钕钆料液，控制淋洗液流速为0.6~1.0cm/min，淋洗温度50℃，用0.17N、0.23N、0.58N、4.0N组盐酸分别进行淋洗，淋洗周期约15小时，与x—荧光分析结果相比，计价元素钕的绝对误差小于0.1，相对偏差小于1%，钐和钆的绝对误差小于2，相对偏差小于3%，利用萃取色层法测定钕钆中各元素含量的方法，可广泛应用于稀土分组分离的中间控制和产品自检，实用性很强。

参考文献（略）

龙南重稀土耐磨件投产

江西龙南稀土材料厂和南方冶院合作，利用前者生产的钕基重稀土硅铁合金作球化剂，生产耐磨铸铁球和砂泵叶轮，机械性能达冲击值1.1kg—M/cm²。硬度51HRC，金

相观察为较细的针状马氏体，经钨矿和水泥厂使用性能良好，为锻钢和白口铁寿命的2.5倍，已形成年产1000吨的生产能力。

（龙南稀土公司 钟龙青）