

交换纤维柱分离 ICP-AES 测定高纯氧化镱中 La、Nd、Eu 和 Gd

龚琦, 陈杰, 吉日文, 潘雪珍, 伍娟

广西大学化学化工学院, 广西南宁 530004

摘要 以强酸型离子交换纤维柱分离富集高纯 Yb_2O_3 中 La, Nd, Eu 和 Gd 等痕量杂质元素, 并用 Optima 5300 DV ICP-AES 测定分离富集后的这 4 种元素。供试纤维对 Yb 的动态吸附容量为 $134 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 4.0 g 纤维柱的分离条件为: pH 3.00 的试液以 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 流速上柱后, 分离柱先以流速为 $1.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 的 pH 3.00 HNO_3 溶液 80 mL 预淋洗, 再以同样流速 pH 5.00 的 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 铵溶液淋洗。结果表明: 10 mg Yb 与各为 0.100 μg 的 La, Nd, Eu 和 Gd 能达到基线分离; 分离含 100 mg Yb 的试液后, 在杂质富集液中 Yb 的残留浓度仅为 $0.017 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。研究显示, 当待测试液中 Yb_2O_3 的浓度小于 $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (如 Yb $87.8 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 时, 它对测定 La, Nd, Eu 和 Gd 等杂质元素的基体干扰可以忽略不计。富集倍数分别为 La_2O_3 3.68×10^5 , Nd_2O_3 4.20×10^5 , Eu_2O_3 3.82×10^5 , Gd_2O_3 4.01×10^5 。方法检出限分别为 La_2O_3 $0.005 \text{ pg} \cdot \text{mL}^{-1}$, Nd_2O_3 $0.014 \text{ pg} \cdot \text{mL}^{-1}$, Eu_2O_3 $0.001 \text{ pg} \cdot \text{mL}^{-1}$, Gd_2O_3 $0.008 \text{ pg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。本方法已用于 99.99% Yb_2O_3 样品中 4 种稀土杂质的测定, 标准加入的平均回收率分别为 La_2O_3 94.2%, Nd_2O_3 107%, Eu_2O_3 97.8%, Gd_2O_3 102%, RSD (%) ($n=5$) 分别为 La_2O_3 6.2, Nd_2O_3 5.9, Eu_2O_3 7.3, Gd_2O_3 2.5, 校正曲线不需进行 Yb 的基体匹配, 分析周期为 4 h。

关键词 高纯氧化镱; 强酸型离子交换纤维; 分离; 稀土杂质; ICP-AES

中图分类号: O657.3, TF845 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2010)02-0523-05

引言

高纯稀土氧化物中其他稀土杂质的测定研究, 集中于电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 和电感耦合等离子体光谱 (ICP-AES) 法, 而试样基体的干扰则是这两种方法所面临的一个共同需要解决的问题^[1-9]。ICP-AES 法测定高纯氧化镱或其他稀土氧化物中的稀土杂质大多采用直接法^[10-12]。Aleksieva 等对 ICP-AES 直接法的研究显示, Yb 对其他 16 种稀土元素存在严重的光谱干扰和非光谱干扰, 当基体 Yb 的浓度达到 $8.78 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ (Yb_2O_3 $10 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 时, 它在其他稀土元素出峰附近的干扰线数量比人们曾观察到的多 36%, 与此同时其他稀土元素分析线净强度则比在 $22 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液中降低约 14%, 为了准确测定其他稀土杂质, 除了需优化 ICP 操作参数外, 还需对标准溶液进行基体匹配^[13]。当 Yb 的浓度进一步增大时, 可以预计其干扰程度将进一步加大, 单靠优化 ICP 操作参数和基体匹配来消除干扰将难以奏效。另外, 直接法不是绿色的分析方法, 因为它需要大量纯度更高的氧化镱作为标准溶液的基体匹配剂, 而进

入 ICP 后的镱难以回收, 造成镱资源的极大浪费。有文献^[14, 15]采用萃淋树脂色层法将 Yb 或其他稀土基体与待测稀土杂质分离, 然后再测定稀土杂质, 既消除了基体干扰, 又避免了资源的浪费。但是, 萃淋树脂中的萃取剂在使用过程中易流失, 固定相的负载量及分离效率都会随之下降^[16], 不利于建立稳定的分析方法。

Wang 等^[17]研究了聚四氟乙烯纤维接枝顺丁烯二酸富集环境样品中的超痕量稀土元素, 除去了基体中大量的碱金属及碱土金属, 消除了 ICP-MS 测定的基体干扰。作者研究了强酸型离子交换纤维富集水系沉积物中稀土元素及其电感耦合等离子体光谱测定法^[18]。目前尚未见用离子交换纤维分离高纯氧化镱中痕量稀土杂质及其测定的报道。本文旨在探讨聚丙烯基强酸型离子交换纤维柱分离高纯氧化镱基体, 并使其中的稀土杂质得以富集, 消除氧化镱基体对 ICP-AES 测定所造成的干扰。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

收稿日期: 2009-02-12, 修订日期: 2009-05-16

基金项目: 国家自然科学基金项目 (20366001) 和玉林市校科技攻关项目 (0875-01) 资助

作者简介: 龚琦, 1957 年生, 广西大学化学化工学院教授 e-mail: gongqi@gxu.edu.cn, gxugong@163.com

Optima 5300 DV 型 ICP-AES(美国 PerkinElmer 公司), RF 发生器频率 40.68 MHz, Scott 雾室正交雾化器, 蠕动泵进样, 中阶梯光栅双光路二维色散分光系统, 双 SCD 检测器。元素测量条件: 入射功率 1 300 W, 等离子体气 15 L·min⁻¹, 雾化气 0.8 L·min⁻¹, 辅助气 0.2 L·min⁻¹, 蠕动泵提升量 1.5 mL·min⁻¹, 观测距离 15 mm, 自动控制信号采集时间 1~5 s, 高分辨率档, 峰处理用 3 点峰面积法, 2 点光谱背景校正; Yb 径向观测, La, Nd, Eu 和 Gd 轴向观测, 分析线分别为: Yb 289.138 nm, La 379.478 nm, Nd 401.225 nm, Eu 381.967 nm, Gd 342.247 nm。

光谱纯 Yb₂O₃, La₂O₃, Nd₂O₃, Eu₂O₃ 和 Gd₂O₃ (99.999%, 上海试剂总厂), 高纯 Yb₂O₃ (99.99%, 国药集团化学试剂有限公司), 强酸型离子交换纤维(先锐科技有限责任公司提供), HNO₃, H₂O₂, EDTA, NaCl, 五水合硫酸铜、氨水均为分析纯, 实验用水为去离子水。

1.2 稀土标准溶液的配制

1.2.1 Yb₂O₃ 标准储备溶液

准确称取 2.500 g 光谱纯 Yb₂O₃ 于 50 mL 烧杯中, 加入浓硝酸 10 mL 及少量 H₂O₂ 加热溶解, 蒸至湿盐状, 用 0.1 mol·L⁻¹ HNO₃ 溶解并定容至 25 mL 容量瓶中, 摇匀备用, 该溶液浓度为 100.0 mg·mL⁻¹ Yb₂O₃。Yb₂O₃ 或 Yb 的其他浓度溶液均用此溶液逐级稀释得到。

1.2.2 稀土杂质标准储备溶液

分别准确称取 0.100 0 g 光谱纯 La₂O₃, Nd₂O₃, Eu₂O₃ 和 Gd₂O₃, 按 1.2.1 的处理方法分别配成稀土氧化物质量浓度均为 1.00 mg·mL⁻¹ 标准储备液各 100 mL。这些元素的其他浓度溶液均用此溶液逐级稀释得到。

ICP-AES 所用的标准溶液, 需根据洗脱流出液稀释情况用一定浓度的 EDTA 溶液匹配基体。

1.3 强酸型离子交换纤维柱的制备

将强酸型离子交换纤维剪成 3~5 mm 长度, 用去离子水浸泡 24 h 活化, 然后将纤维抽滤干, 置于烘箱 35 °C 干燥 6 h, 放入干燥器保存, 待用。称取处理过的干纤维 4.00 g, 用去离子水浸泡 20 min 后, 采用湿法自由下降式填充到下端垫有少量脱脂棉的 25 mL 酸式滴定管中, 在高度约 30 cm 的纤维柱上端再铺垫少量脱脂棉。用 3.0 mol·L⁻¹ NaCl 以 1.0 mL·min⁻¹ 流速淋洗纤维柱, 待流出 35 mL 时, 关闭活塞, 令柱内 NaCl 淋洗液浸泡纤维柱 20 min, 待纤维转为钠型后, 再用去离子水洗至流出液不含氯离子。

1.4 实验方法

称取一定量的高纯氧化镱(99.99%)于 50 mL 烧杯中, 按 1.2 的方法将其溶解、稀释并定容, 作为待测试液。准确取一定体积待测试液, 用稀氨水调至 pH 3.0 后, 以 1.0 mL·min⁻¹ 流速上柱。上柱结束后, 先用 80 mL pH 3.0 的稀 HNO₃ 溶液预淋洗分离柱, 再以流速为 1.5 mL·min⁻¹, pH 5.0 的 0.01 mol·L⁻¹ EDTA 铵溶液淋洗分离柱。若上柱的 Yb 量接近 100 mg(即 Yb₂O₃ 114 mg), 当洗脱的流出液为 135 mL 左右时, 绝大部分 Yb 已经被分离。然后收集随后的流出液 20 mL, 并定容至 25 mL, 按选定的仪器工作条件测定杂质元素。

2 结果与讨论

2.1 氧化镱对 ICP-AES 测定的影响

考察了 0.200 μg·mL⁻¹ La₂O₃, Nd₂O₃, Eu₂O₃ 和 Gd₂O₃ 分别在浓度为 0.00, 20.0, 50.0, 100, 200 μg·mL⁻¹ Yb₂O₃ 溶液中的 ICP-AES 的测量结果, 由表 1 可知, 当基体氧化镱浓度 < 100 μg·mL⁻¹ 时, 其的影响较小。当氧化镱浓度 ≥ 100 μg·mL⁻¹ 时, 镱对其他稀土杂质的干扰较显著。若不对标准溶液进行基体匹配, 直接测定高纯氧化镱中 La₂O₃, Nd₂O₃, Eu₂O₃ 和 Gd₂O₃ 则难以保证准确度。

Table 1 Measuring error of 0.200 μg·mL⁻¹ La₂O₃, Nd₂O₃, Eu₂O₃ and Gd₂O₃ in presence of Yb₂O₃

基体/(μg·mL ⁻¹)	0.200/(μg·mL ⁻¹)杂质的测量误差 RE%			
Yb ₂ O ₃	La ₂ O ₃	Nd ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃
0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
20.0	0.00	0.00	0.00	0.00
50.0	+2.50	+0.50	+0.50	+3.50
100	+4.00	+1.00	+3.00	+7.00
200	+3.00	+1.00	+2.00	+10.5

2.2 离子交换纤维柱类型选择

称取 3 份 0.400 g 强酸型离子交换纤维, 分别装柱, 并将所装纤维分别转成 Na 型、H 型和 Cu-H 型。移取 3 份等量上柱液, 每份含 Yb 10.00 μg, La, Eu 和 Gd 各含 1.00 μg, 调至 pH 3.0 后过柱。用 80 mL pH 3.0 的稀硝酸预淋洗, 再用 pH 5.0 的 0.01 mol·L⁻¹ EDTA 铵溶液淋洗, 每份接 2 mL 流出液, 稀释定容至 10 mL, 按选定的条件连续测量淋洗液中稀土元素浓度变化, 并绘制淋洗曲线。试验表明, Na 型和 H 型纤维均可使基体与杂质分离(图 1, 图 2), 而 Cu-H 型纤维则不能。但是, 与 H 型纤维柱比较, 在 Na 型纤维柱上完全洗脱稀土所消耗的 EDTA 铵溶液较少, 实验耗时较短。因此, 本文选用 Na 型纤维柱进行试验。

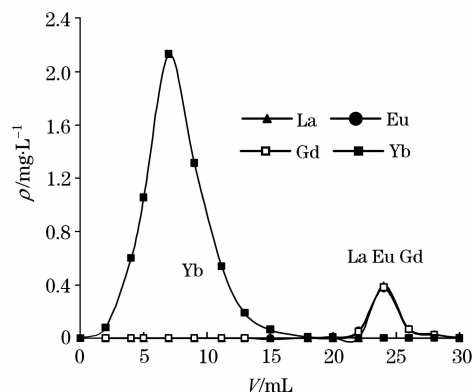


Fig. 1 Elution curve of Yb, La, Eu, Gd on Na form fiber column

2.3 纤维对 Yb 的动态吸附容量

将 0.2 g 强酸型离子交换纤维装柱并转为钠型后, pH

3.0的 $1.70 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ Yb 溶液以 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 流速连续过柱,同时收集流出液,测定收集的每 1.00 mL 流出液中 Yb 的浓度。图 3 即为 Yb 的穿漏曲线。该种离子交换纤维的动态吸附容量为 Yb $134 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

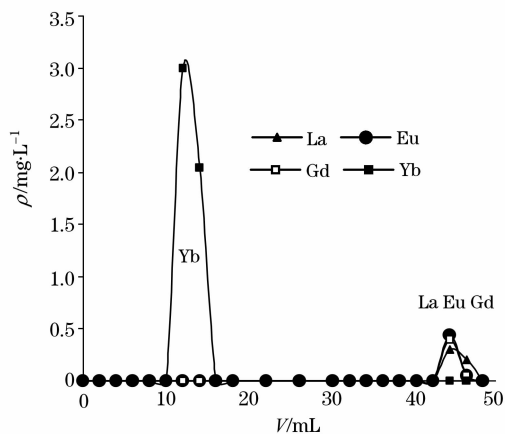


Fig. 2 Elution curve of Yb, La, Eu, Gd on H form fiber column

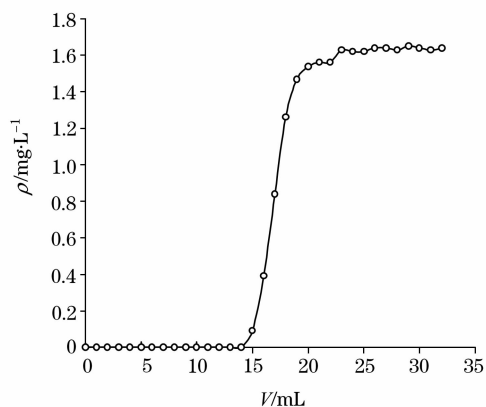


Fig. 3 Breakthrough curve of Yb fiber, 0.2 g, Yb $1.70 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, flow rate $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$

2.4 淋洗剂对分离的影响

试验表明,仅用 HNO_3 淋洗纤维柱上的稀土,不能使 La, Eu 和 Gd 与基体 Yb 分离。若试液上柱后先以 pH 3.0 的稀硝酸溶液 80 mL 预淋洗,再以 pH 5.0 的 $0.010 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 铵淋洗纤维柱,则 0.4 g 纤维柱就能够使 $100 \mu\text{g}$ Yb 与 $0.100 \mu\text{g}$ 的 La, Eu 和 Gd 完全分离(如图 4)。

2.5 镱负载量对分离的影响

试验了在 4.0 g 强酸性型离子交换纤维柱上 Yb 的负载量分别为 1.00 , 10.0 和 100 mg , La, Eu 和 Gd 均为 $0.100 \mu\text{g}$ 时的分离情况。当 Yb 的负载量为 1.00 mg 时,它与 La, Eu 和 Gd 能完全分离;当 Yb 的负载量为 10.0 mg 时,它与 La, Eu 和 Gd 恰能达到完全分离(图 5)。随着 Yb 负载量的加大, Yb 的淋洗峰增高,峰宽变大,淋洗曲线拖尾,与杂质的淋洗峰部分重叠。当 Yb 负载量为 100 mg 时(图 6),虽然它与 La, Eu 和 Gd 不能完全分离,但是,在 $135 \sim 150 \text{ mL}$ 包含全部 La, Eu 和 Gd 的 15 mL 流出液中, Yb 的浓度仅为 $0.017 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

进一步计算得到 Yb 在 La, Eu 和 Gd 的富集液中的回收率仅为 $2.56 \times 10^{-4} \%$ 。由表 1 可知,在如此低浓度的 Yb 溶液中测定 La, Nd, Eu 和 Gd 等杂质稀土元素,则不会受到 Yb 的干扰。因此,在 99.99% Yb_2O_3 配成的上柱液中, Yb 的量须小于等于 100.00 mg ,即 Yb_2O_3 的上柱量应

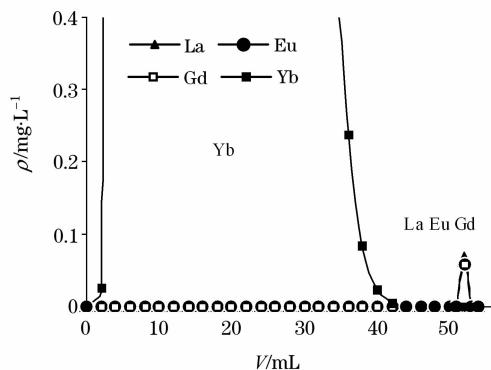


Fig. 4 Elution curves of Yb, La, Eu and Gd

The exchange fiber 0.4 g , Yb $100 \mu\text{g}$, La, Eu and Gd $0.100 \mu\text{g}$, eluted by $0.010 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ammonia EDTA after preleaching with 80 mL pH 3.0 dilute nitric acid

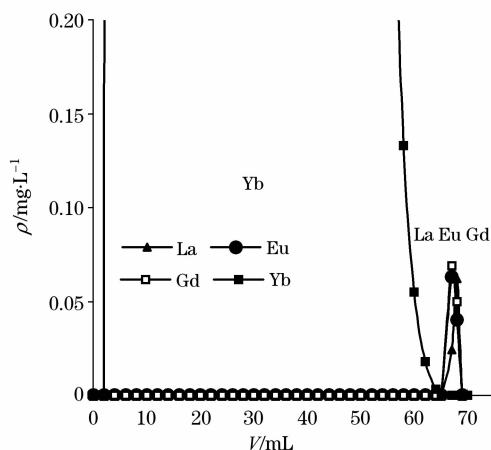


Fig. 5 Elution curve of Yb, La, Eu, Gd, fiber 4.00 g , Yb 10.0 mg , La, Eu, Gd $0.100 \mu\text{g}$

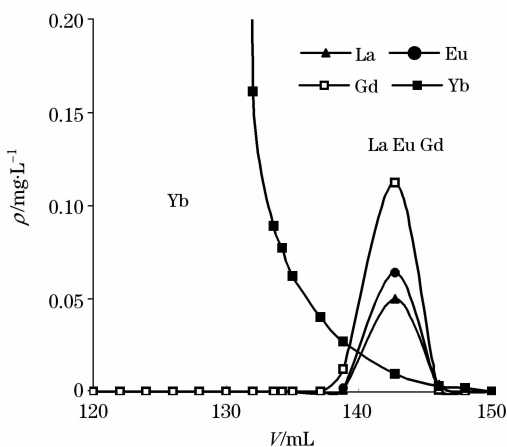


Fig. 6 Elution curve of Yb, La, Eu, Gd, fiber 4.00 g , Yb 100 mg , La, Eu, Gd $0.100 \mu\text{g}$

小于等于 114 mg。图 6 中 La, Eu 和 Gd 的淋洗峰比图 5 中高而宽的原因主要是, 这些杂质除了实验加入的之外, 99.99% Yb_2O_3 自身也带有这些杂质元素, 而且它们的量随 Yb_2O_3 上柱量的增加而增加。

2.6 样品分析

准确移取含 100 mg Yb_2O_3 (纯度为 99.99%) 待测试液 5

份, 按照 1.4 进行平行实验, 样品分析结果如表 2。

2.7 标准加入回收实验

在 5 份含 100 mg 氧化镱 (纯度为 99.99%) 试液中均分别加入 La_2O_3 , Nd_2O_3 , Eu_2O_3 和 Gd_2O_3 各 0.100 μg , 按 1.4 进行平行加标回收实验, 测定结果如表 3。

Table 2 Sample analysis ($n=5$)

稀土杂质 RE	含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	平均含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
La_2O_3	0.33, 0.35, 0.33, 0.29, 0.31	0.32	6.2
Nd_2O_3	0.24, 0.26, 0.24, 0.24, 0.22	0.24	5.9
Eu_2O_3	0.61, 0.70, 0.61, 0.58, 0.62	0.62	7.3
Gd_2O_3	2.83, 2.86, 2.99, 2.92, 2.82	2.88	2.5

Table 3 Results of recovery test ($n=5$)

稀土杂质 RE	含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	加入量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	测得总量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	回收率/%	RSD/%
La_2O_3	0.32	1.00	1.27, 1.16, 1.32, 1.30, 1.26	94.2	6.6
Nd_2O_3	0.24	1.00	1.35, 1.27, 1.28, 1.36, 1.31	107	3.8
Eu_2O_3	0.62	1.00	1.52, 1.60, 1.66, 1.63, 1.58	97.8	5.4
Gd_2O_3	2.88	1.00	3.81, 3.93, 3.97, 3.90, 3.92	102	5.8

2.8 富集倍数、方法检出限和定量限

取 10 份空白溶液按 1.4 的方法上柱分离, 并用 ICP-AES 测量, 得到各稀土杂质氧化物的浓度标准差为 s , 分别以 3 倍 s 和 10 倍 s 再除以富集倍数算出方法的检出限和定量下限, 见表 4。

3 结 论

用强酸性离子交换纤维制成的交换柱分离高纯氧化镱中轻稀土和中稀土 La, Nd, Eu 和 Gd 等杂质元素, 经稀硝酸和 EDTA 先后淋洗, 对杂质稀土元素有较高的富集倍数。不仅能够有效地消除 ICP-AES 测定 La, Nd, Eu 和 Gd 时镱产生的光谱干扰和非光谱干扰, 还避免了标准溶液需用更高纯度的高浓度氧化镱匹配基体的弊端。该纤维的性能稳定, 再生后能够反复使用。本方法大大改善了 ICP-AES 测定高纯氧化镱中 La, Nd, Eu 和 Gd 等时的抗干扰能力、选择性和检出

限。试验还预示, 若适当增大纤维的用量, 进一步优化柱条件, 则钪以后的稀土杂质元素也可望得到有效分离, 或者可分离更高纯度氧化镱中的 La, Nd, Eu 和 Gd 等元素。

Table 4 Enrichment factor*, detection limit and quantitative limit

稀土杂质 RE	标准差($n=10$) / $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$	富集倍数* $\times 10^5$	检出限/ $\times 10^{-5}$ $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$	定量限/ $\times 10^{-5}$ $(\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1})$
La_2O_3	0.61	3.68	0.50	1.7
Nd_2O_3	1.98	4.20	1.4	4.7
Eu_2O_3	0.23	3.82	0.18	0.60
Gd_2O_3	1.09	4.01	0.82	2.7

* 富集倍数: 杂质回收率与基体回收率之比

致谢: 非常感谢广西贺州金源稀土功能材料有限公司给予的宝贵支持。

参 考 文 献

- [1] RU Ni-chung, CHANG Wu-min, JIANG Zu-cheng, et al. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 1983, 38: 175.
- [2] JIANG Zu-cheng, CHEN Hao, ZHANG Shu-xiu (江祖成, 陈浩, 张书秀). Chemical Journal of Chinese Universities (高等学校化学学报), 1990, 11(11): 1283.
- [3] Stijfhoorn D E, Stray H, Hjelmseth H. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 1993, 48: 507.
- [4] LIU Xiang-sheng, CAI Shao-qin, LIU Feng-fen, et al (刘湘生, 蔡绍勤, 柳风粉, 等). Chinese Journal of Analytical Chemistry (分析化学), 1997, 25(6): 652.
- [5] LIU Jing-lei, ZHANG Xin-quan, TONG Ying-dong (刘晶磊, 章新泉, 童迎东). Chinese Journal of Analytical Chemistry (分析化学), 1997, 25(12): 1417.
- [6] CAO Xin-de, YIN Ming, LI Bing. Talanta, 1999, 48: 517.
- [7] YIN Ming, LI Bing, CAO Xin-de, et al (尹明, 李冰, 曹心德, 等). Chinese Journal of Analytical Chemistry (分析化学), 1999, 27(3): 304.

- [8] ZHANG Xin-quan, YI Yong, LIU Yong-lin, et al. *Analytica Chimica Acta*, 2006, 555: 57.
- [9] ZHANG Xin-quan, LIU Jing-lei, YI Yong, et al. *International Journal of Mass Spectrometry*, 2007, 260: 57.
- [10] LIAN Ping, ZHONG Hai-shan(练 萍, 钟海山). *Chinese Rare Earths(稀土)*, 2006, 27(6): 86.
- [11] ZHAO Jin-wei, FENG Ya-hui, CHENG Wei, et al(赵金伟, 封亚辉, 程 薇, 等). *Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析)*, 2003, 23(5): 972.
- [12] DENG Han-qin, ZHONG Xin-wen, SONG Yao, et al(邓汉芹, 钟新文, 宋 耀, 等). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2004, 24(4): 24.
- [13] Aleksieva L, Daskalova N, Velichkov S. *Spectrochimica Acta Part B*, 2002, 57: 1339.
- [14] ZHENG Yong-feng, GE Xiao-hong, SHI Wen-ge(郑永凤, 葛晓红, 史文革). *Uranium Geology(铀矿地质)*, 1999, 15(5): 310.
- [15] DONG Ren-jie, XIN Ren-xuan(董仁杰, 辛仁轩). *Physical Testing and Chemical Analysis(Part B: Chemical Analysis)(理化检验·化学分册)*, 2004, 40(3): 135.
- [16] HUANG Li-huang(黄礼煌). *Extraction Technology of Rare Earths(稀土提取技术)*. Beijing: Metallurgical Industry Press (北京: 冶金工业出版社), 2006. 359.
- [17] WANG Zhao-hui, YAN Xiu-ping, WANG Zhi-peng. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.*, 2006, 17: 1258.
- [18] GONG Qi, HONG Xin, WU Juan, et al(龚 琦, 洪 欣, 伍 娟, 等). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2008, 28(10): 5.

Separation with Ion Exchange Fiber Column and Determination of La, Nd, Eu and Gd in High Purity Ytterbium Oxide by ICP-AES

GONG Qi, CHEN Jie, JI Ri-wen, PAN Xue-zhen, WU Juan

College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, China

Abstract In the present paper, trace La, Nd, Eu and Gd were separated and enriched with strong acid ion exchange fiber column from high purity Yb_2O_3 , and then determined by Optima 5 300 DV ICP-AES. The ion exchange fiber's breakthrough capacity for Yb was $134 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$. The separation condition using 4.0 g fiber column was that after the test solution ($\text{pH}=3.0$) was fed into the ion exchange fiber column at $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, the column was pre-leached by dilute nitric acid ($\text{pH}=3.00$) of 80 mL at $1.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ at first, and then was eluted by $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ammonium EDTA ($\text{pH}=5.00$) at the same flow rate. The results showed that 10 mg Yb could reach the baseline separation with $0.100 \mu\text{g}$ of the four rare earth impurities, and after 100 mg Yb in feed solution had been separated, only $0.0171 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ Yb remained in the impurities enriched effluent. When the concentration of Yb_2O_3 is less than $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ($87.8 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ Yb), the matrix interference from Yb on with determination of La, Nd, Eu and Gd can be neglected. The enrichment factors were 3.68×10^5 for La_2O_3 , 4.20×10^5 for Nd_2O_3 , 3.82×10^5 for Eu_2O_3 , and 4.01×10^5 for Gd_2O_3 , and the detection limits of the method were 0.005 0, 0.014, 0.001 8 and 0.008 2 $\text{pg} \cdot \text{mL}^{-1}$ for La_2O_3 , Nd_2O_3 , Eu_2O_3 and Gd_2O_3 respectively. The proposed method was applied to the analysis of 99.99% Yb_2O_3 with RSD (% , $n=5$) of 6.2, 5.9, 7.3 and 2.5 for La_2O_3 , Nd_2O_3 , Eu_2O_3 and Gd_2O_3 respectively, and the average recoveries of standard addition were 94.2%, 107%, 97.8% and 102% for La_2O_3 , Nd_2O_3 , Eu_2O_3 and Gd_2O_3 respectively. The calibration curve did not need matrix matching with Yb, and the analysis period was within 4 hour.

Keywords High purity ytterbium oxide; Strong acid ion exchange fiber; Separation; Rare earth impurities; ICP-AES

(Received Feb. 12, 2009; accepted May 16, 2009)