

Z Katedry Chemii Nieorganicznej Wydziału Mat. Fiz. Chem. UMCS  
Kierownik: prof. dr Włodzimierz Hubicki

Janina WYSOCKA-LISEK

**Ilościowe oznaczanie lantanowców ciężkich w koncentratkach tlenku itru  
za pomocą spektrografu średniej dyspersji**

Количественное определение тяжелых лантанидов в иттриевых концентратах  
с помощью спектрографа средней дисперсии

Quantitative Determination of Heavy Lanthanons in the Crude Yttrium Oxide  
by Means of a Medium Spectrograph

W porównaniu z widmami lantanowców itru posiada widmo stosunkowo proste [1], charakteryzujące się występowaniem linii różnej intensywności o ostro zarysowanych konturach. W zakresie ultrafioletu itru posiada niewiele linii, dzięki temu podjęto próby oznaczania zawartości lantanowców ciężkich w koncentratkach tlenku itru na spektrografie średniej dyspersji. Oznaczano terb, holm, erb, tul, iterb i lutet z zastosowaniem manganu jako wzorca wewnętrznego [2]. Już w czasie wstępnych pomiarów fotometrycznych zauważono, że nie zawsze względne stosunki zaczerwień linii na płycie fotograficznej są proporcjonalne do intensywności linii tego samego pierwiastka, podanych w tablicach Gatterera i Junkesa [1].

Wszystkie oznaczenia wykonano w takich samych warunkach jak oznaczanie lantanu [3].

ROZTWORY WZORCOWE

Z odczynników tej samej czystości co przy oznaczaniu lantanowców ciężkich w ich mieszaninach [4] sporządzono roztwory wzorcowe, w których zawartość poszczególnych pierwiastków zmieniała się w przedziałach:  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  i  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  od 0,05 do 2,5%;  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  od 0,15 do 2,5%  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Tb}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Er}_2\text{O}_3$  od 0,25 do 4,0%;  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  od 0,5 do 8,0%;  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  od 1,0 do 15,5%;  $\text{Y}_2\text{O}_3$  od 60,1 do 98,5%.

## DOBÓR LINII ANALITYCZNYCH

W miarę zmniejszania się zawartości lantanowców w tlenkach, do ich oznaczania należy dobierać linie o większej intensywności, najczęściej powinny to być linie ostatnie. Linie pierwiastków oznaczanych oraz linie wzorca wewnętrznego dobierano na podstawie tablic [1, 6, 5]. Linie dobrano tak, aby nie koincydowały z nielicznymi w tym zakresie widma liniami itru, natomiast ich koincydencja ze słabymi liniami innych lantanowców nie jest groźna ze względu na małą zawartość tych pierwiastków. Ponieważ intensywne linie takich pierwiastków, jak terb i holm, leżą w długofalowej części widma, oznaczenia prowadzono posługując się niezbyt mocnymi liniami (nie pozwoliło to na oznaczenie niższych wartości niż 1%).

Tabela 1

Tlenek oznaczany	Zawartość średnia $\bar{x}$ %	Liczba oznaczeń	s	$\bar{s}$	v	B
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,048	5	0,005	0,0002	11,6%	4,0%
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,15	5	0,017	0,008	11,5%	5,1%
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,37	5	0,342	0,131	14,4%	5,5%
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,16	4	0,007	0,004	4,8%	2,4%
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,02	4	0,086	0,043	8,4%	4,2%
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,20	4	0,143	0,071	6,5%	3,2%
Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,13	6	0,012	0,005	9,6%	3,8%
Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,39	6	0,022	0,009	5,7%	2,3%
Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,80	6	0,147	0,060	8,0%	3,3%
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,51	4	0,074	0,037	14,7%	5,4%
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,19	5	0,126	0,056	10,0%	4,7%
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,54	6	0,276	0,114	7,8%	3,2%
Ho <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,60	4	0,036	0,020	2,2%	1,3%
Ho <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,77	4	0,088	0,051	2,3%	1,2%
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	1,92	3	0,281	0,161	14,3%	8,3%
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	3,98	3	0,152	0,088	3,8%	2,2%

Fotometrowano następujące linie poszczególnych pierwiastków: Tb3078,86A, Ho3181,50A, Er2904,467A, Er3122,67A, Tm3131,257A, Yb2970,564A, Yb3289,37A, Lu2615,42A i Lu2911,39A. Zauważono, że linia Er3122,67A przy wzbudzeniu w łuku prądu zmiennego przy natężeniu ok. 5 A wywołuje większe zaczernienie na płycie niż linia Er2904,467A, chociaż według tablic posiada niższą intensywność. Odpowiednio do długości fali pierwiastka oznaczanego stosowano następujące linie manganu: Mn2584,308A, Mn2925,57A, Mn3044,57A i Mn3243,78A.

В исследуемых концентратах итрит определяли также гадолин и самар на основании линий поданных в работе [2], принимая соответственно их совпадение с линиями итрит.

#### ОЦЕНКА СТАТИСТИЧЕСКАЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЙ ЛАНТАНОВЦЕВ ТЯЖЕЛЫХ В КОНЦЕНТРАТАХ ОКИСЛА ИТРИТА

На основании данных, сопоставленных в таб. 1, вытекает, что анализ спектральный количественный концентратов окисла итрит на содержание лантановцев тяжелых может быть выполнен на спектрографии средней дисперсии, только в определенном разумном диапазоне концентраций элементов тяжелых — концентраций содержащихся в различных границах для отдельных элементов. Ввиду отсутствия линий последних лантановцев в области ультрафиолета определения малых количеств требуют аппаратуры с большой дисперсией.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Gatterer A., Junkes J.: Atlas der Restlinien. Italia, Specola Vaticana, Bd. II, Spektren der seltenen Erden, 1945.
2. Wysocka J.: Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska, Lublin, sectio AA, **15**, 71 (1960).
3. Wysocka-Lisek J.: Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska, Lublin, sectio AA, **24**, 105 (1969).
4. Wysocka-Lisek J.: Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska, Lublin, sectio AA, **24**, 111 (1969).
5. Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Шрейдер Е. Я., Райский С. М.: Таблицы спектральных линий, Москва 1962.
6. Wysocka-Lisek J.: Spectrum Lines of Rare Earths Arranged by Wavelengths. Lubelskie Towarzystwo Naukowe, Lublin 1970.

#### РЕЗЮМЕ

В работе описан метод применения кварцевого спектрографа средней дисперсии для количественного определения тяжелых лантанидов в концентратах окисла итрит. Градуировочные графики строили для следующих линий и концентраций:

- лютеций — от 0,005 до 2,5%  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ; Lu 2615,42А; Lu 2911,39А
- иттербий — от 0,005 до 2,5%  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ; Yb 2970,564А; Yb 3289,37А
- тулий — от 0,15 до 2,5%  $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ; Tm 3131,257А
- эрбий — от 0,25 до 4,0%  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ; Er 2904,467А; Er 3122,67А
- гольмий — от 1,0 до 4,0%  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ; Ho 3181,50А
- тербий — от 1,0 до 4,0%  $\text{Tb}_4\text{O}_7$ ; Tb 3078,86А

## SUMMARY

The paper describes the use of a medium spectrograph for the quantitative spectrographic determination of heavy rare earths in crude yttrium oxide. The working curves of Lu, Yb, Tm, Ho, Er and Tb were plotted for the following lines and concentration ranges:

lutetium — from 0.005 to 2.5%  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ; Lu2615.42A and Lu2911.39A

ytterbium — from 0.005 to 2.5%  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ; Yb2970.564A and Yb3289.37A

thulium — from 0.15 to 2.5%  $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ; Tm3131.257A

erbium — from 0.25 to 4.0%  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ; Er2904.467A and Er3122.67A

holmium — from 1.0 to 4.0%  $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ; Ho3181.50A

terbium — from 1.0 to 4.0%  $\text{Tb}_4\text{O}_7$ ; Tb3078.86A.

Element	Concentration Range (%)	Working Lines (Å)
Lutetium	0.005 to 2.5	Lu2615.42A, Lu2911.39A
Ytterbium	0.005 to 2.5	Yb2970.564A, Yb3289.37A
Thulium	0.15 to 2.5	Tm3131.257A
Erbium	0.25 to 4.0	Er2904.467A, Er3122.67A
Holmium	1.0 to 4.0	Ho3181.50A
Terbium	1.0 to 4.0	Tb3078.86A