

음이온 교환수지에 의한 고순도 희토류산화물의 분리 및 정량에 관한 연구

車基元† · 戚允範

인하대학교 이과대학 화학과

(1990. 7. 2 접수)

Study on the Separation and Determination of Pure Rare Earth Oxides by Anion Exchange Resin

Ki-Won Cha† and Yun-Beom Ham

Department of Chemistry, College of Science, Inha University, Incheon 402-751, Korea

(Received July 2, 1990)

요 약. 음이온 교환수지를 이용하여 CeO_2 , Sm_2O_3 및 La_2O_3 에 잔류물로 포함된 미량의 희토류원소들을 분리하였고, MTB(Methyl-Thymol Blue)를 가지고 분리된 원소들의 흡광도를 측정하여 순도를 측정하였다. Y^{3+} , Yb^{3+} , Eu^{3+} , Sm^{3+} , Nd^{3+} , Pr^{3+} , Ce^{4+} 및 La^{3+} 이 각각 1 mg/ml 들어있는 혼합시료 1 ml를 수지 상단에 흡착시키고 여러 가지 조성의 메탄올과 질산의 혼합용액을 용리액으로 사용하여 분리하였다.

그 결과를 이용하여 순도의 CeO_2 , Sm_2O_3 그리고 La_2O_3 에 불순물로 들어있는 미량의 다른 희토류원소를 정량하였다.

ABSTRACT. The purity of CeO_2 , Sm_2O_3 and La_2O_3 have been determined by separating the impurity of rare earth-elements in those oxides with anion exchange resin and measuring the absorbance of the separated element with MTB. 1 ml of the mixture solution containing each 1 mg/ml of Y^{3+} , Yb^{3+} , Eu^{3+} , Sm^{3+} , Nd^{3+} , Pr^{3+} , Ce^{4+} and La^{3+} is loaded in top layer of anion exchange resin column, Amberlite CG400 and separated with the mixture solution of the various concentration of methyl alcohol and nitric acid as an eluent. Using the result, the impure rare earth elements in pure CeO_2 , Sm_2O_3 and La_2O_3 are determined.

서 론

고순도 희토류산화물에 미량의 잔류물로 들어있는 희토류원소들을 정량하는 문제는 희토류원소간 간섭이나 분석법에 있어서 감도의 결함 등으로 대단히 어렵다. 특히, 한 성분의 희토류원소는 많고 다른 성분의 희토류원소는 미량 들어있는 고순도 희토류산화물에서 불순물을 정량하는 것은 더욱 어렵다.

지금까지는 동위원소 회색 질량분석법¹, 중성자 방사화법^{2,3}, 유도쌍 플라즈마 원자방출분광법(ICP-

AES)^{4,5} 등의 방법이 이런 분석에 이용되고 있다. 그러나 이들 방법에서 감도는 좋으나 선택성이 부족하여 이온간섭을 수반하고 시간과 비용이 수반될 뿐만 아니라 정확성이 없다. 그러므로 본 연구에서는 이런 점을 해결하기 위하여 음이온 교환수지로 각 희토류원소들을 분리하고 감도가 좋은 MTB(Methyl Thymol Blue)⁶ 발색법으로 희토류원소를 정량하여 간편하고 정확한 분석법을 개발하고자 하였다. 저자는 이미 각 희토류원소들을 MTB로 정량

하는 분리방법^{7,8}을 발표한 바 있다.

6.5로 맞추고 표선까지 뚫힌 후 610 nm에서 흡광도를 측정한다.

시약 및 기기

희토류원소들은 Sigma계 희토류산화물을 사용하였고 그 외 시약은 분석용 시약을 사용하였으며, 매탄올로 분별증류하여 사용하였다.

음이온 교환수지는 Amberlite CG 400(200~400 mesh)를 사용하였고, 수지관은 직경이 2 cm이고 높이가 30 cm인 유리관 끝에 stopcock가 달려있는 것을 사용하였고 용출액은 자동분액수집기를 사용하였다.

실험방법

수지관에 수지를 일정부피 채운 후 각 용리액을 약 300 ml 통과시켜 수지를 평형시킨 후, 각 희토류 혼합용액 1 ml를 수지 상단에 서서히 가해 수지가 움직이지 않도록 흡착시킨다.

용리액 1 ml를 흘려 넣어 씻어 용리하고 이런 조작을 2~3회 반복한 후 용리액을 일정 유속으로 가하여 용리하고, 용출액을 일정 분액으로 받아 MTB로 발색시켜 흡광도를 측정하여 용리곡선을 얻는다. 분석방법⁶은 50 ml 메스플라스크에 일정량의 용출액을 넣고 0.05%의 MTB 용액 2 ml와, Hexamethylenetetramine의 완충용액 5 ml를 가해 pH를

결과 및 고찰

각 희토류원소의 분리. 이미 발표된 연구⁸에서 용리액을 여러 가지 조성의 메틸알코올과 질산의 혼합용액을 용리액으로 사용하여 Y³⁺, Sm³⁺, Pr³⁺, Ce⁴⁺ 및 La³⁺의 분리곡선을 얻은 바 있다.

본 연구에서 이외에 Monazite 광에 포함되어 있는 Yb³⁺, Eu³⁺ 그리고 Nd³⁺의 희토류원소가 더 함유된 혼합물의 분리곡선을 얻고자 하였다.

이미 발표된 연구에서 이들 이온의 용리순서를 보면 Y³⁺을 제외하면 원자번호가 작은 희토류원소가 늦게 용리되는 순서였다. Yb³⁺과 Eu³⁺은 Sm³⁺보다 원자번호가 크고 Nd³⁺는 Sm³⁺보다 원자번호가 작으므로 Yb³⁺과 Eu³⁺은 Sm³⁺보다 먼저 나오고 Nd³⁺는 이보다 늦게 용리되리라 예상된다.

이를 이용하여 이들 이온이 각각 1 mg/ml씩 들어있는 혼합시료 1 ml를 수지 상단에 흡착시키고 여러 가지 용리액으로 용리하여 분리한 결과는 Fig. 1과 같다. 이 때, 수지의 높이는 10 cm이었다.

Fig. 1의 결과를 보면 여러 조성의 용리액을 단계적으로 가하면 각 희토류가 완전 분리됨을 알았다.

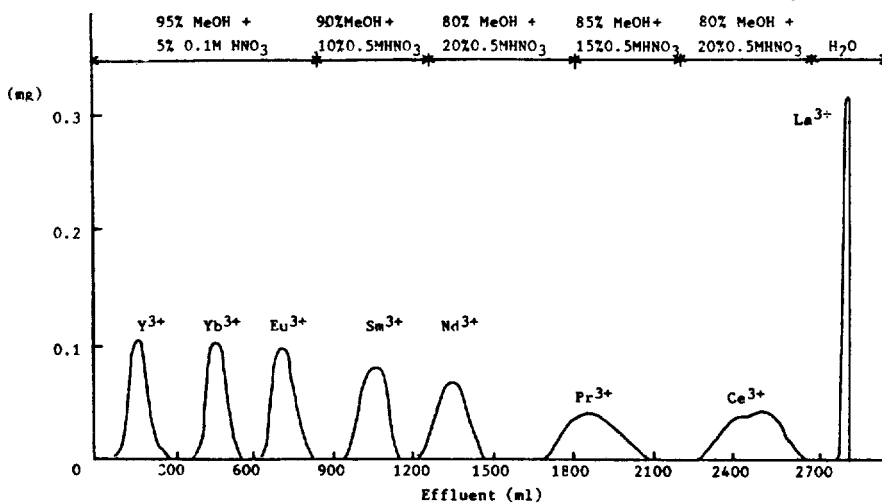


Fig. 1. Elution curves of rare earth elements. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm² × 10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Y, Yb, Eu, Sm, Nd, Pr, Ce and La.

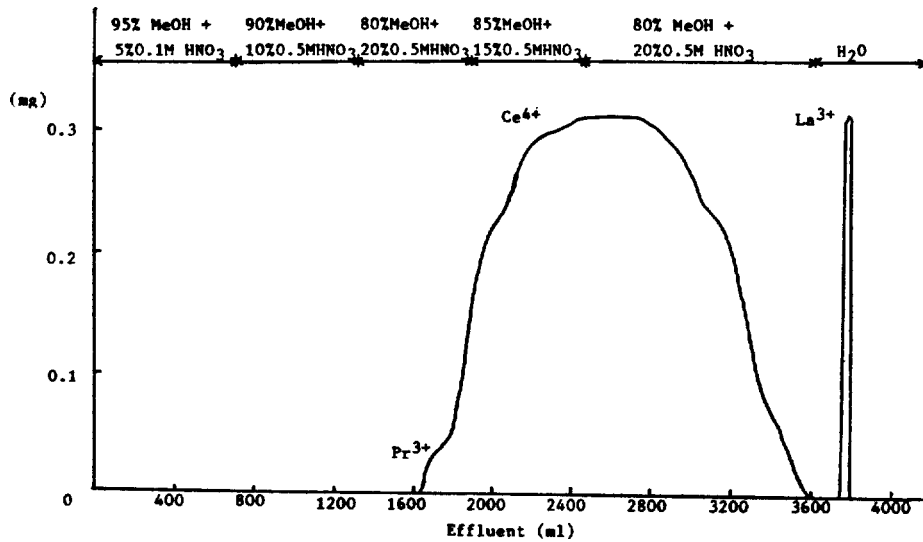


Fig. 2. Elution curves of Pr, Ce and La. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm² × 10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Pr, La and 100 mg/ml of Ce.

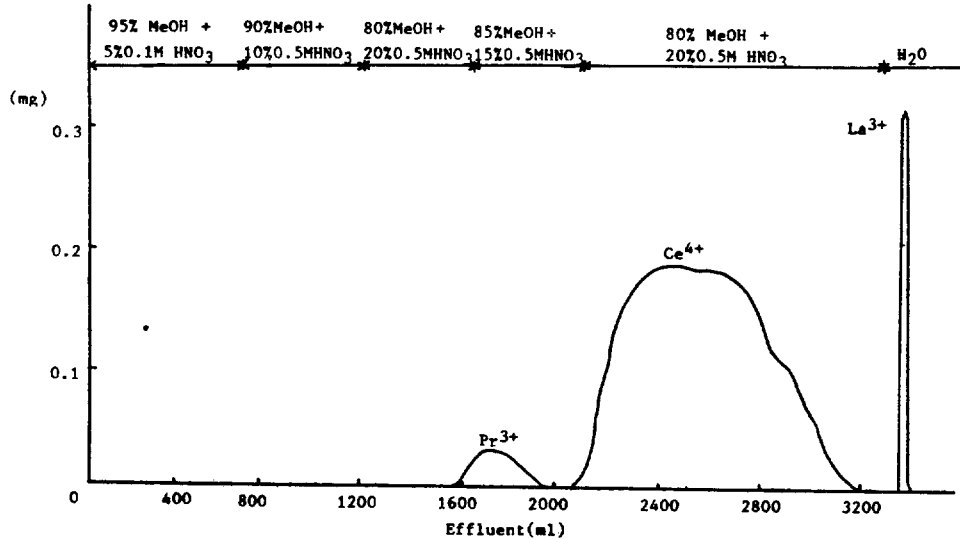


Fig. 3. Elution curves of Pr, Ce and La. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm² × 10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Pr, La and 20 mg/ml of Ce.

CeO₂의 정량. 고순도 CeO₂에는 불순물로 Ce⁴⁺에 인접해있는 La³⁺, Pr³⁺, Nd³⁺, Sm³⁺ 및 기타 다른 희토류원소가 함유되어 있다.

따라서 Ce⁴⁺이 대부분이고 인접해 있는 희토류원소가 미량 있을 때 분리 정도를 알기 위해 1ml당 100mg씩의 Ce⁴⁺과 1mg씩의 Pr³⁺, La³⁺이 들어있는 혼합 표준용액을 흡착시키고, 용리시킨 결과는

Fig. 2와 같다. Ce⁴⁺의 양이 많아 Pr³⁺과 Ce⁴⁺은 완전 분리되지 않고 Ce⁴⁺과 La³⁺은 완전 분리를 알았다.

그리고 1mg씩 들어있을 때는 Ce⁴⁺이 2,200ml에서 2,700ml까지 용리되었으나 여기서는 Ce⁴⁺이 80% MeOH + 20% 0.5M HNO₃에서 3,600ml까지 용리되었다.

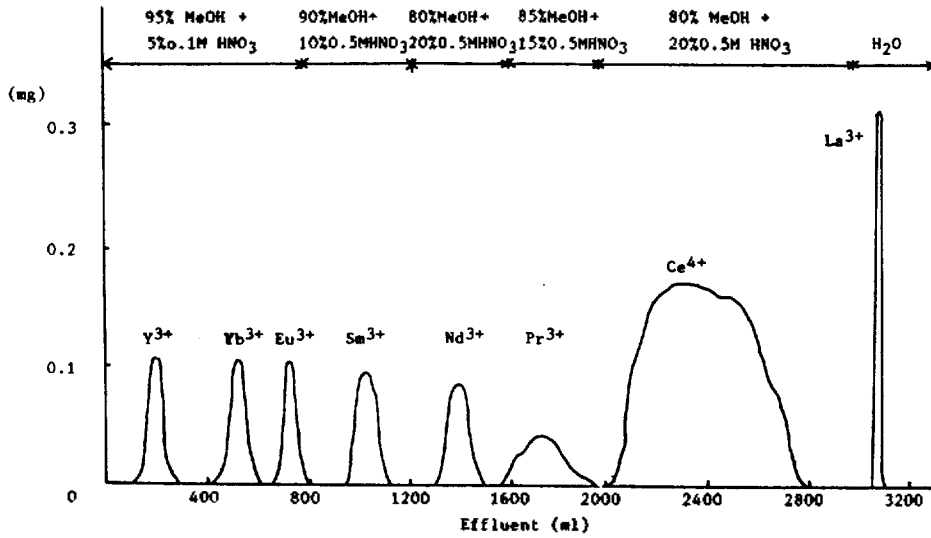


Fig. 4. Elution curves of Y, Yb, Eu, Sm, Nd, Pr, Ce and La. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm²×10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Y, Yb, Eu, Sm, Nd, Pr, La and 100 mg/ml of Ce.

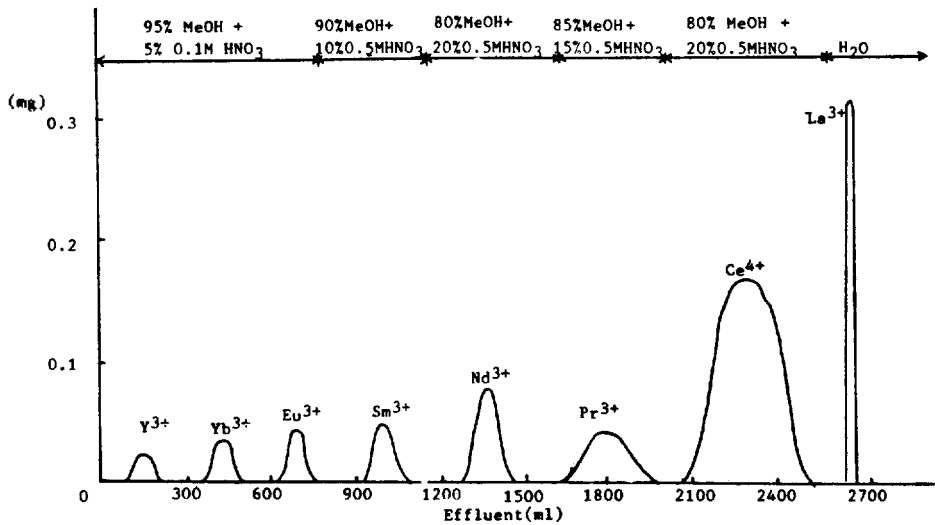


Fig. 5. Separation curves of 90% CeO₂ sample. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm²×10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; 5 mg/ml of Ce⁴⁺.

1 ml당 20 mg의 Ce⁴⁺과 1 mg씩의 Pr³⁺, La³⁺이 들어있는 혼합 표준용액을 용리시킨 결과는 Fig. 3과 같다.

여기서 세 이온이 완전 분리되고 Ce⁴⁺이 2,000 ml에서 3,200 ml까지 용리되었다.

아와 같이 Ce⁴⁺의 양에 따라 Ce⁴⁺이 용리되는 용리액의 부피가 다름을 알았다.

Fig. 4는 1 ml당 10 mg의 Ce⁴⁺과 각각 1 mg씩의 Y³⁺, Yb³⁺, Eu³⁺, Sm³⁺, Nd³⁺, Pr³⁺ 그리고 La³⁺이 들어있는 혼합 표준용액을 흡착시키고 단계적으로 용리시켜 얻은 결과이다.

Fig. 4의 결과로부터 Ce⁴⁺ 외에 나머지 7개의 이온이 완전 분리를 알았다. 따라서, Monazite 광에서 최수한 순도가 90% 정도되는 CeO₂의 순도를

Table 1. Analytical data of rare earth impurities in CeO₂ (90%)

Rare earth	Volume (ml)	Eluent	Abs	Impurities mg	%
Nd	0- 300	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.070	0.015	0.031
Yb	301- 500	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.041	0.018	0.36
Eu	501- 800	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.017	0.010	0.20
Sm	801-1200	90%MeOH + 10%0.5M HNO ₃	0.099	0.058	1.16
Nd	1201-1500	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.158	0.094	1.87
Pr	1501-1700	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.279	0.120	2.40
	1701-1900	85%MeOH + 15%0.5M HNO ₃			
La	2701-2800	H ₂ O	0.476	0.255	5.10

Table 2. Analytical data of rare earth impurities in CeO₂ (90%)

Rare earth	Volume (ml)	Eluent	Abs	Impurities mg	%
Y	0- 300	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.149	0.033	0.33
Yb	301- 500	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.086	0.037	0.37
Eu	501- 800	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.034	0.019	0.19
Sm	801-1200	90%MeOH + 10%0.5M HNO ₃	0.195	0.120	1.20
Nd	1201-1500	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.289	0.174	1.74
Pr	1501-1700	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.273	0.242	2.42
	1701-1900	85%MeOH + 15%0.1M HNO ₃			
La	2801-2900	H ₂ O	0.241	0.515	5.15

정량하기 위해 0.5000 g의 시료를 달아 질산과 과염소산에 소량의 과산화수소수를 가한 혼산에 녹인 후 용액이 거의 건조할 때까지 가열하고, 95% MeOH + 5% 0.1 M HNO₃의 용리액으로 녹여 100 ml 메스플라스크에 옮기고 이 용액으로 표선까지 묽힌 후, 여기서 1 ml를 취해 수지층에 흡착시키고 Fig. 4와 같이 용리시켜 희토류원소를 MTB로 발색시켜 정량한 결과는 Fig. 5와 Table 1과 같다.

Table 1에서 각 이온이 분리된 분액을 일정부피로 농축한 후 여기에 MTB를 가해 발색시키고 흡광도를 측정하여 검량선으로부터 함량을 계산하였다. Table 1의 결과는 시료를 5 mg 취하여 분석한 결과이다. 시료의 양을 10 mg 취하여 같은 방법으로 용리시키고 정량한 결과는 Table 2와 같다.

이 때, Pr³⁺은 Pr³⁺을 함유한 용출액을 줄인 후 50 ml 메스플라스크에 넣고 눈금까지 채운 다음 25 ml를 취해 발색시켰으며, La³⁺은 100 ml 메스플라스크에 묽혀 그 중 25 ml를 취해 발색시켜 정량하였고 그 외 원소는 전량을 발색시켰다.

새롭은 Ce⁴⁺이 용리되는 1,701~2,800 ml까지를 한데 모아 옥살산으로 침전시킨 뒤 침전을 800°C까지 가열하여 식힌 후에 무게를 달았다.

Table 1에서 Y³⁺는 0.31%이었는데 Table 2에서는 0.33%로 0.02%의 차를 나타내며 Table 1에서 Sm³⁺은 1.16%이었는데 Table 2에서는 1.20%로 0.04%의 차로 나타나 상대오차가 3~5%로 재현성이 있음을 알 수 있다. 그러나 Table 2의 값은 Table 1의 값보다 더 믿을 수 있는 오차가 적은 흡광도 범위에서 정량되었다.

시판되고 있는 고순도 CeO₂(99.9%) 1.000 g을 정확히 달아 앞에서와 같이 혼산에 녹이고, 산을 제거한 후 95% MeOH + 5% 0.1 M HNO₃의 용리액으로 녹여 100 ml 메스플라스크에 넣고 이 용액으로 눈금까지 묽힌 후 여기서 1 ml를 취해 수지상단에 흡착시켜 Fig. 4와 같이 용리시키고, 각 희토류원소들의 불순물인 분액을 한데 모아 정량한 결과는 Table 3과 같다.

Table 3의 결과를 보면 고순도 CeO₂의 불순물로서

Table 3. Analytical data of high-purity CeO₂(99.9%)

Rare earth	Volume (ml)	Eluent	Abs	Impurities	
				μg	%
Y	0- 300	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.006	1.3	0.013
Yb	301- 550	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.003	1.3	0.013
Eu	551- 850	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	—	—	—
Sm	851-1200	90%MeOH + 10%0.5M HNO ₃	0.002	1.2	0.012
Nd	1201-1500	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.003	1.8	0.018
Pr	1501-1700	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.010	4.4	0.044
La	1701-2000	85%MeOH + 15%0.5M HNO ₃	0.005	2.0	0.020

Table 4. Determination of impurities in pure CeO₂

Run No.	Impurity concentration, %						
	Y	Yb	Eu	Sm	Nd	Pr	La
1	0.013	0.013	—	0.012	0.018	0.044	0.020
2	0.016	0.011	—	0.016	0.024	0.053	0.015
3	0.018	0.013	—	0.017	0.022	0.048	0.025
mean	0.016	0.012	—	0.015	0.021	0.048	0.020
R.S.D	9.2%	5.9%	—	10.2%	7.3%	5.4%	14.4%

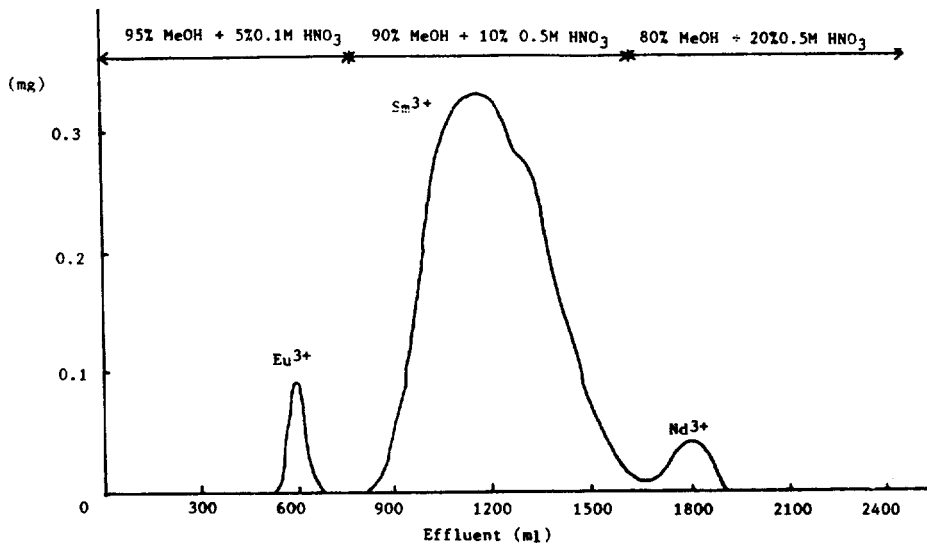


Fig. 6. Elution curves of Eu, Sm and Nd. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm²×10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Eu, Nd and 10 mg/ml of Sm.

Eu³⁺은 검출되지 않았고 Nd³⁺과 Pr³⁺은 각각 0.018%, 0.044%로 많고 Y³⁺, Yb³⁺, Sm³⁺, La³⁺이 각각 0.013%, 0.013%, 0.012%, 0.020% 들어 있었다.

이들의 재현성을 보기 위해 위와 같은 방법으로 두번 더 반복 실험하여 얻은 결과는 Table 4와 같다.

각 이온의 상대표준편차가 약 10% 정도의 재현성을 보이고 있다.

Sm₂O₃의 정량. 고순도 Sm₂O₃는 주성분이 Sm³⁺이고 불순물로 함유된 원소는 Sm³⁺에 인접해있는 Eu³⁺, Nd³⁺, La³⁺ 및 기타 다른 희토류이다.

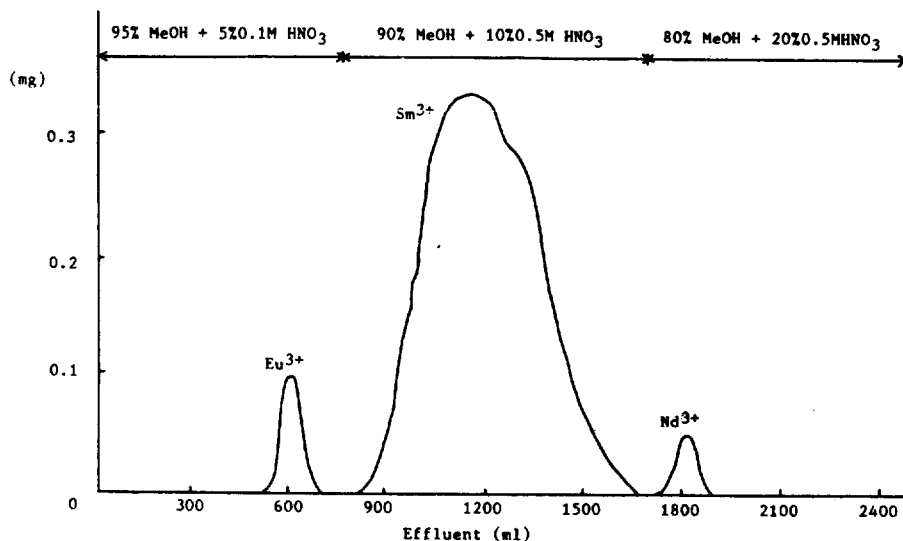


Fig. 7. Elution curves of Eu, Sm and Nd. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; $3.94 \text{ cm}^2 \times 10 \text{ cm}$. Flow rate; 1 ml/min . Loading; 1 mg/ml of Eu, 0.5 mg/ml of Nd and 10 mg/ml of Sm.

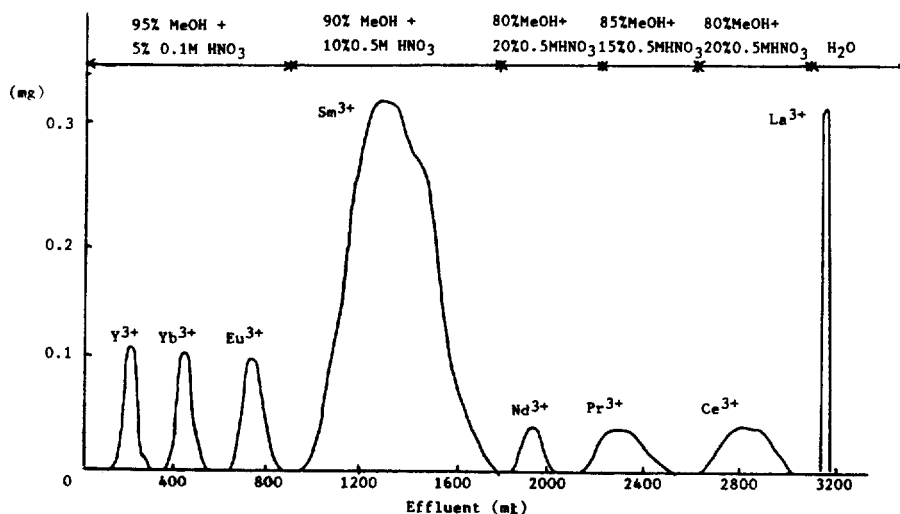


Fig. 8. Elution curves of Y, Yb, Eu, Sm, Nd, Pr, Ce and La. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; $3.94 \text{ cm}^2 \times 10 \text{ cm}$. Flow rate; 1 ml/min . Loading; Each 1 mg/ml of Y, Yb, Eu, Pr, Ce and 0.5 mg/ml of Nd and 10 mg/ml Sm.

따라서, Sm^{3+} 이 주성분이고 인접해있는 Eu^{3+} 과 Nd^{3+} 이 미량 있을 때도 분리될 수 있는지를 알기 위해 1 ml 당 10 mg 의 Sm^{3+} 과 1 mg 씩의 Eu^{3+} , Nd^{3+} 이 들어있는 혼합 표준용액 1 ml 를 용리시킨 결과 Fig. 6과 같이 Eu^{3+} 과 Sm^{3+} 의 완전 분리는 되었지만 Sm^{3+} 과 Nd^{3+} 의 완전 분리는 되지 않았다. 이번에는 1 ml 당 10 mg 의 Sm^{3+} 과 1 mg 의 Eu^{3+} , 그리고 0.5 mg 의 Nd^{3+} 이 들어있는 혼합 표준용액 1 ml 를 용

리시킨 결과 Fig. 7에서의 같이 Sm^{3+} 과 Nd^{3+} 이 완전 분리됨을 알았다. 따라서, Fig. 1과 7의 결과를 토대로 하여 1 ml 당 10 mg 의 Sm^{3+} 과 0.5 mg 의 Nd^{3+} 과 1 mg 의 Y^{3+} , Eu^{3+} , Pr^{3+} , Ce^{4+} , 그리고 La^{3+} 이 들어있는 표준 혼합시료 1 ml 를 흡착시키고 단계적으로 용리시킨 후 각 회분류원소가 든 분액을 한데 모아 MTB로 분석한 결과는 Fig. 8과 같다.

99.9%의 Sm_2O_3 1.000 g 을 정확히 달아 질산에

Table 5. Analytical data of high-purity Sm₂O₃ (99.9%)

Rare earth	Volume (ml)	Eluent	Abs	Impurities μg	%
Y	0- 300	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.004	0.9	0.009
Yb	301- 550	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	—	—	—
Eu	551- 850	95%MeOH + 5%0.1M HNO ₃	0.010	5.8	0.058
Nd	1751-2050	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	0.004	2.4	0.024
Pr	2051-2300	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	—	—	—
	2301-2500	85%MeOH + 15%0.5M HNO ₃	—	—	—
Ce	2501-3000	80%MeOH + 20%0.5M HNO ₃	—	—	—
La	3001-3100	H ₂ O	0.002	1.0	0.010

Table 6. Determination of impurities in pure Sm₂O₃

Run No.	Impurity concentration, %						
	Y	Yb	Eu	Nd	Pr	Ce	La
1	0.009	—	0.058	0.024	—	—	0.010
2	0.012	—	0.064	0.028	—	—	0.015
3	0.009	—	0.062	0.030	—	—	0.010
mean	0.009	—	0.061	0.027	—	—	0.012
R.S.D.	19.2%	—	2.9%	6.6%	—	—	14.0%

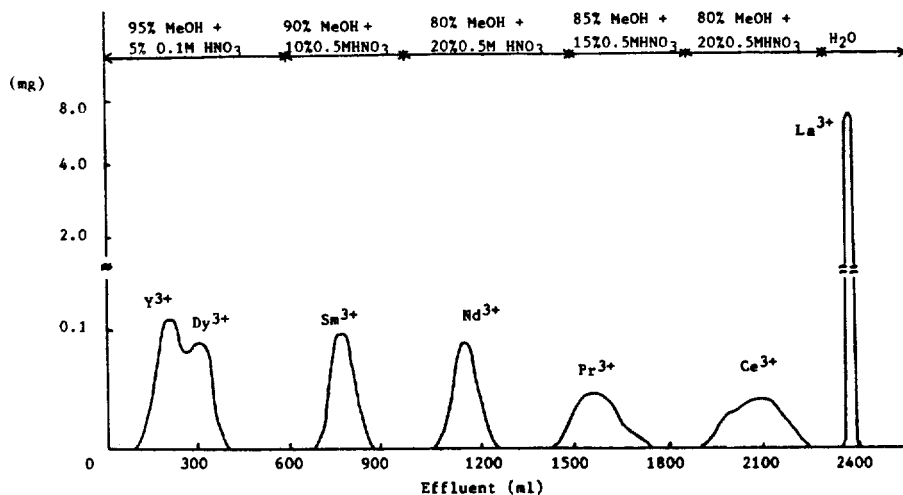


Fig. 9. Elution curves of Y, Dy, Sm, Nd, Pr, Ce and La. Resin; Amberlite CG 400(200-400 mesh). Column; 3.94 cm² × 10 cm. Flow rate; 1 ml/min. Loading; Each 1 mg/ml of Y, Dy, Sm, Nd, Pr, Ce and 20 mg/ml La.

녹이고 산을 날려보내고 95% MeOH+5% 0.1M HNO₃의 용액으로 녹여 100 ml 메스플라스크에 넣고 이 용액으로 눈금까지 묽혀 10 mg/ml의 농도로 만든 Sm³⁺ 시료 1 ml를 흡착시키고 Fig. 8과 같이 용리시켜 불순물을 정량한 결과는 Table 5와 같다.

Table 5의 결과를 보면 고순도 Sm₂O₃의 불순물

로서 Yb³⁺, Pr³⁺, Ce⁴⁺는 검출되지 않았고 Eu³⁺과 Nd³⁺이 각각 0.058%, 0.024% 있음을 알았다.

같은 방법으로 두번 더 반복 실험하여 얻은 결과는 Table 6과 같다. Table 5의 결과를 보면 Y³⁺의 상대표준편차는 19.2%로 약간 크며 Eu³⁺과 Nd³⁺는 각각 2.9%와 6.6%이었다.

Table 7. Analytical data of high-purity La_2O_3 (99.9%)

Rare earths	Volume (ml)	Eluent	Abs	Impurities ug	%
Y, Dy	0- 600	95%MeOH + 5%0.1M HNO_3	0.014	4.2	0.021
Sm	601-1000	90%MeOH + 10%0.5M HNO_3	—	—	—
Nd	1001-1350	80%MeOH + 20%0.5M HNO_3	—	—	—
Pr	1351-1600	80%MeOH + 20%0.5M HNO_3	0.021	9.3	0.047
	1601-1800	85%MeOH + 15%0.5M HNO_3			
Ce	1801-2200	80%MeOH + 20%0.5M HNO_3	0.015	7.6	0.038

Table 8. Determination of impurities in pure La_2O_3

Run No.	Impurity concentration %				
	Y, Dy	Sm	Nd	Pr	Ce
1	0.021	0.308	—	0.047	
2	0.023	—	—	0.044	0.036
3	0.025	—	—	0.050	0.040
mean	0.023			0.047	0.040
R.S.D	5.0%			3.7%	3.0%

La_2O_3 의 정량. 고순도 La_2O_3 에 불순물로 함유된 원소는 인접해있는 Pr^{3+} , Ce^{4+} , Dy^{3+} 및 Y^{3+} 등 기타 다른 희토류원소이다.

따라서, La^{3+} 이 대부분이고 인접해있는 희토류원소가 미량 있을 때의 분리 여부를 알기 위해 1ml당 20mg의 La^{3+} 과 1mg씩의 Y^{3+} , Dy^{3+} , Sm^{3+} , Nd^{3+} , Pr^{3+} 그리고 Ce^{4+} 이 들어있는 표준 혼합시료 1ml를 흡착시키고 Fig. 1과 같이 단계적으로 용리시켜 얻은 결과는 Fig. 9와 같다. La^{3+} 은 다른 희토류원소가 다 용리된 후 H_2O 로 용리하면 분리가 되기 때문에 양이 많아도 쉽게 분리된다.

고순도 La_2O_3 2.000g을 정확히 달아 질산에 녹인 후 95% MeOH+5% 0.1M HNO_3 의 용리액으로 녹여 20mg/ml 농도로 만든 시료용액 1ml를 흡착시키고 Fig. 9와 같이 용리시켜 희토류 불순물을 정량한 결과는 Table 7과 같다.

95% MeOH+5% 0.1M HNO_3 용리용액에서의 Y^{3+} 과 Dy^{3+} 의 용리곡선이 겹쳐 이를 분리하고자 하였으나 분리가 되지 않아 Y^{3+} 과 Dy^{3+} 은 분리되지 않고 합쳐진 값으로 정량하였다.

Table 7의 결과를 보면 고순도 La_2O_3 의 불순물로서 Sm^{3+} 과 Nd^{3+} 은 검출되지 않았고, Pr^{3+} 과 Ce^{4+} 이 각각 0.047%, 0.038%이었고 Y^{3+} 과 Dy^{3+} 의 합은

0.021%이었다.

이 방법의 재현성을 보기위해 같은 실험을 2회 더 반복하여 얻은 결과는 Table 8과 같다.

이들의 R.S.D는 5% 이내로 재현성을 갖는다.

결 론

(1) 음이온 교환수지를 사용하여 99.9%의 CeO_2 , Sm_2O_3 및 La_2O_3 에 포함된 희토류원소들의 잔류물을 분리하고 MTB로 발색시켜 정량하였다.

(2) 용리액으로는 95% MeOH+5% 0.1M HNO_3 , 90% MeOH+10% 0.5M HNO_3 , 85% MeOH+15% 0.5M HNO_3 , 80% MeOH+20% 0.5M HNO_3 및 H_2O 를 단계적으로 사용하여 99.9% 정도의 희토류 산화물에 들어있는 미량의 희토류 잔류물을 정량하였다.

(3) 주성분인 Ce^{4+} , Sm^{3+} 은 1ml당 10mg씩, 그리고 La^{3+} 은 1ml당 20mg을 흡착시켜 용리시킨 결과 상대분석오차 3~20%내에서 99.9% 정도의 희토류 산화물에 있는 잔류물을 정량하여 순도를 결정할 수 있었다.

끝으로 이 논문은 과학재단의 1989년도 목적기 초연구비로 수행되었으므로 이에 대해 깊은 감사로 드립니다.

인 용 문 헌

1. M. J. Greaves, H. Elderfield, and G. P. Klinkhammer, *Anal. Chim. Acta*, **218**, 265 (1985).
2. S. F. Marsh, *Anal. Chem.*, **39**, 641 (1967).
3. J. J. Mowcown and R. P. Larsen, *Anal. Chem.*, **33**, 1003 (1961).

4. Yoshida, K. and Haraguchi, H., *Anal Chem.*, **56**, 2580 (1984).
5. C. J. Kantipuly and A. D. Westland, *Talanta*, **35**, 5 (1988).
6. H. Okada, K. Kaneto, and S. Goseki, *Japan Analyst*, **12**, 822 (1963).
7. K. W. Cha, E. S. Jung, and J. H. Lee, *J. Korean Chem. Soc.*, **33**, 304 (1989).
8. K. W. Cha and Y. K. Park, *Anal. Science and Technology.*, **2**, 23 (1989).