

シュウ酸系によるサマリウム、ユウロピウム、テルビウム及びジスプロシウムの蛍光定量

黄 漢国[®], 高 秀香, 胡 瑛*

(1989年8月7日受理)

シュウ酸がサマリウム、ユウロピウムとジスプロシウムの蛍光にも増感作用を示すことを見だし、シュウ酸によるサマリウム、ユウロピウム、テルビウム及びジスプロシウムの同時蛍光定量法の最適条件並びに共存イオンの影響などについて検討した。pH 8.0, 0.015 M シュウ酸、励起波長 259 nm の最適条件のもとで、 Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} の濃度はそれぞれ 9.0, 12.0, 8.0, 6.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 以内で、それらの蛍光強度と直線性を示し、それらの絶対検出限界はそれぞれ 0.79, 0.02, 0.018, 0.70 ppm に達した。検量線法により、蛍光消光作用の生じない Sc, Y 及び Tm, Yb, Lu などの重希土類混合酸化物中の 1.80~3.46% の Eu_2O_3 , 1.83~3.51% の Tb_4O_7 及び 8.95~17.1% の Dy_2O_3 を相対標準偏差 5.7% 以下で精度よく測定できた。

1 緒 言

著者らはシュウ酸カリウムがテルビウムイオンの蛍光に増感作用を示すという報告¹⁾に基づき、シュウ酸、マロン酸などの α , ω -脂肪族ジカルボン酸及びフタル酸などの芳香族ジカルボン酸とテルビウムから成る二元錯体の蛍光特性について検討した²⁾。検討した 8 種類のジカルボン酸のなかで、シュウ酸のテルビウム蛍光に対する増感作用は最も大きく、高感度な蛍光試薬としてテルビウムの蛍光測定に応用し得ることを明らかにした。本報では、シュウ酸はサマリウム、ユウロピウム、ジスプロシウムの蛍光にも増感作用を生じることを見だし、シュウ酸による Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} の同時蛍光定量法の最適条件、 Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} の相互干渉並びに希土類金属イオン共存による影響などについて検討した。その結果、シュウ酸による Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} を簡便で迅速に感度よく同時定量できる方法を確立したので報告する。

2 実 験

2.1 試 薬

希土類金属イオン標準溶液は純度 99.9~99.99% の希土類酸化物を 2 M 塩酸に溶解し、希土類金属イオン 1

mg/ml の溶液を調製した。実験の際、0.1 M 塩酸で 1~100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ に希釈して使用した。

緩衝溶液は 0.32 M 酢酸ナトリウム-0.05 M 酢酸溶液 (pH 5.40), 1.0 M 塩化アンモニウム-2.4 M アンモニア溶液 (pH 9.60) 及び 0.1 M 四ホウ酸ナトリウム溶液 (pH 9.36) を使用した。シュウ酸は 0.15 M 溶液を使用した。

2.2 装 置

蛍光スペクトル及び蛍光強度の測定には日立分光蛍光光度計 850 型 (R-928F 光電子増倍管, 150 W キセノンランプ), 光路長 1 cm の石英製セルを用いた。

2.3 実験操作

希土類金属イオン 1~100 μg を含む試料溶液を採り、一定濃度のシュウ酸溶液並びに 5 ml の緩衝溶液を加え、塩酸あるいは水酸化ナトリウム溶液で所定の pH に調節し、水で全容 25 ml とする。分光蛍光光度計でその蛍光強度を測定し、同時に試薬溶液の蛍光強度 (から試験値) も測定する。

3 結果及び考察

3.1 希土類金属イオン-シュウ酸錯体の蛍光特性

3.1.1 Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} -シュウ酸錯体の励起・蛍光スペクトル 溶液の pH 値が 6.0~8.5 の範囲で、 $(1.0\sim 1.5)\times 10^{-2}$ M のシュウ酸溶液が Tb^{3+}

* 中国唐山工程技術学院: 063009 中華人民共和国河北省唐山市

の蛍光に対して、増感作用を与える¹⁾²⁾と共に、 Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Dy^{3+} の蛍光も増大させることを見いだした。 Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} -シュウ酸錯体の励起・蛍光スペクトルを Figs. 1, 2 に示す。 Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} -シュウ酸錯体の励起極大波長はいずれも 259 nm であって、錯体中心金属イオンの種類とは関係なかったが、それらの蛍光極大波長は希土類金属イオンの種類によって異なる。すなわち、 Sm^{3+} は 596, 644 nm; Eu^{3+} は 594, 617, 654 nm; Tb^{3+} は 489, 546, 585, 622 nm; Dy^{3+} は 576 nm で、それぞれ希土類金属

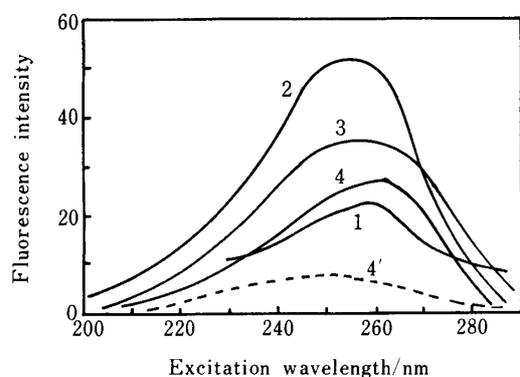


Fig. 1 Excitation spectra of the Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} and Dy^{3+} oxalates

0.015 M oxalic acid, pH 8.0, 390 nm filter; 1: 4 ppm Sm^{3+} , Em: 644 nm; 2: 0.1 ppm Eu^{3+} , Em: 617 nm; 3: 0.1 ppm Tb^{3+} , Em: 546 nm; 4: 4 ppm Dy^{3+} , Em: 576 nm; 4': blank of Dy^{3+}

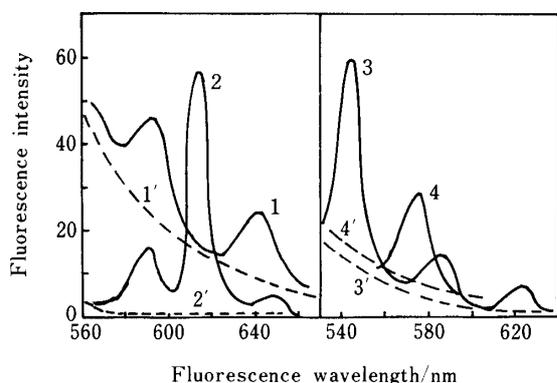


Fig. 2 Fluorescence spectra of the Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} and Dy^{3+} oxalates

0.015 M oxalic acid, pH 8.0, 390 nm filter; Ex: 259 nm; 1: 4 ppm Sm^{3+} ; 2: 0.1 ppm Eu^{3+} ; 3: 0.1 ppm Tb^{3+} ; 4: 4 ppm Dy^{3+} ; 1' ~ 4': relevant blank of 1~4

イオンの特徴である $4f^* \rightarrow 4f$ 電子遷移による蛍光を放射した。配位子としてのシュウ酸自体は 220, 260 nm 付近に吸収極大があるので、以上の現象に基づいて、 Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} -シュウ酸錯体の蛍光放射はシュウ酸基底状態 (1) (光吸収) \rightarrow シュウ酸励起状態 (1^*) (エネルギー転移) \rightarrow Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} 励起状態 (m^*) (蛍光放射) \rightarrow Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} 基底状態 (m) というような光吸収・蛍光放射過程に帰属されると考えられる。同時定量に使用する蛍光極大波長は Sm^{3+} 644, Eu^{3+} 617, Tb^{3+} 546, Dy^{3+} 576 nm を選定した。

3.1.2 pH の影響 3 種類の緩衝溶液を用いてシュウ酸系の pH の Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Dy^{3+} などの蛍光強度に及ぼす影響を検討した結果を Fig. 3 に示す。 Tb^{3+} の場合と同じく、 Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Dy^{3+} などのシュウ酸錯体は pH 6.0~8.5 の広い範囲内でそれらの蛍光強度が最大であった。本実験は四ホウ酸ナトリウム緩衝溶液を用い、溶液の最適 pH を 8.0 に調節した。

3.1.3 シュウ酸濃度の影響 Tb^{3+} の場合と同じく²⁾、0.1~4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Dy^{3+} に対し、シュウ酸の最適濃度は $(1.0\sim 1.5) \times 10^{-2}$ M であった。シュウ酸系の励起波長 (259 nm) 付近でのシュウ酸の吸収極大によるインナーフィルター効果のため、より過剰のシュウ酸を用いると蛍光消光が生じる。

3.1.4 蛍光物質の安定性 最適条件のもとで調製した Sm^{3+} 、 Eu^{3+} 、 Tb^{3+} 、 Dy^{3+} -シュウ酸錯体溶液を室温で 4 時間以上放置し、あるいは励起光を 25 分間連続照射しても、それらの蛍光強度はほとんど変化しな

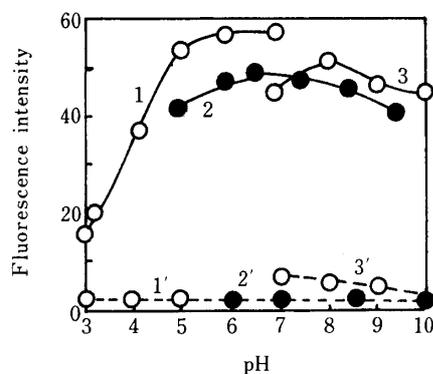


Fig. 3 Effect of pH

4 ppm Eu^{3+} -0.03 M oxalic acid, 390 nm filter, Ex/Em: 259/617 nm; 1: 0.32 M NaAc-0.05 M HAc; 2: 0.1 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$; 3: 1.0 M NH_4Cl -2.4 M $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 1'~3': relevant blank of 1~3

Table 1 Sensitivity data for Sm^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} and Dy^{3+} oxalate fluorescence^{a)}

Ion	Em/nm	RFIR ^{b)}	D.L. ^{c)} , ppm	Abs.D.L. ^{d)} , ppm	Det. range, ppm	Ref.
Tb^{3+}	546	811	0.08	0.018	0.018~ 8.0	2)
	546	—	0.03	0.002	0.01~ 8.0	
Eu^{3+}	617	111	0.11	0.02	0.02~12.0	
Dy^{3+}	576	12	2.80	0.70	0.70~ 6.0	
Sm^{3+}	644	1	3.70	0.79	0.79~ 9.0	

a) pH 6.0~8.5, $(1.0\sim 1.5)\times 10^{-2}$ M oxalic acid, Ex : 259 nm, 390 nm filter ; b) relative fluorescence intensity ratio ; c) detection limit calculated by $S/N=2$; d) absolute detection limit calculated by $S/N=12/10$

った。希土類金属イオン-シュウ酸錯体の安定性はかなり大きく、光分解作用はないと考えられる。

3・1・5 サマリウム, ユロピウム, テルビウム, ジスプロシウムの蛍光定量最適条件 以上の検討に基づいて得られた蛍光定量の最適条件を Table 1 に示す。 Tb^{3+} , Eu^{3+} , Dy^{3+} , Sm^{3+} の相対蛍光強度比 (RFIR) は 811 : 111 : 12 : 1 であって, Tb^{3+} の蛍光強度は最も大きかった。しかし, 分光蛍光光度計の感度を上げると, 試薬溶液のから試験値が大きくなり, その $S/N=2$ の定義による検出限界は 0.08 $\mu\text{g}/\text{ml}$ で, 既報²⁾ の 0.03 $\mu\text{g}/\text{ml}$ より高かった。これは本実験に使用されている日立 850 型分光蛍光光度計と既報²⁾ に使用されている天津光学 WFD-9 型分光蛍光光度計の性能の相違によるものと考えられる。Fig. 4 に示すように, 蛍光側に 390 nm のフィルターを設置すれば, 二次レーリー光 (518 nm) 及びラマン光 (567 nm) などの散乱光の干渉が除去できるが, から試験値はやはりかなり大きい

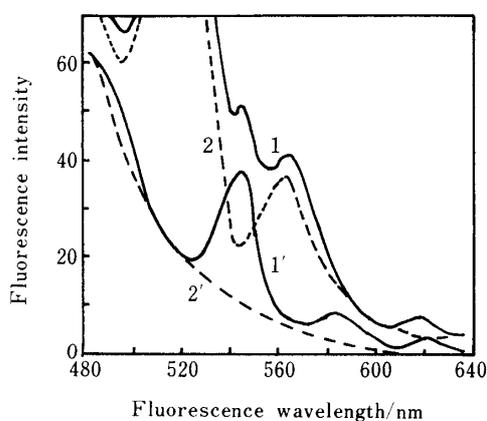


Fig. 4 Effect of filter on fluorescence intensity of Tb^{3+} oxalate

0.1 ppm Tb^{3+} -0.015 M oxalic acid, pH 8.0, Ex : 259 nm ; 1, 1' : 0.1 ppm Tb^{3+} ; 2, 2' : blank ; 1, 2 : no filter ; 1', 2' : 390 nm filter

で, S/N はあまり大きくなかった。ところが, 系の蛍光の安定性は大きいので, 示差蛍光スペクトルを用いれば, 18 ppb の Tb^{3+} , 20 ppb の Eu^{3+} , 0.7 ppm の Dy^{3+} , 0.79 ppm の Sm^{3+} が相対標準偏差 1.7% 以下で精度よく測定できた。

3・2 ユロピウム, テルビウム, ジスプロシウムの同時測定

3・2・1 ユロピウム, テルビウム, ジスプロシウムの相互干渉 Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} 共存のもとで同時定量する際, その測定精度もしくは回収率は次のような二つの因子により左右される。(1) 蛍光スペクトルの重なりによる干渉 : 例えば, 617 nm で Eu^{3+} の蛍光強度を測定する際, 622 nm の Tb^{3+} 蛍光ピークの重なり

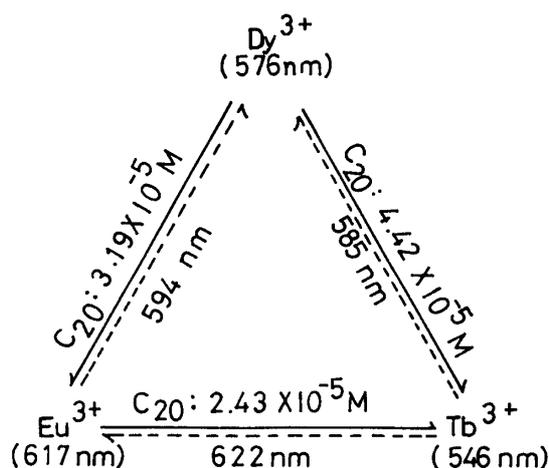


Fig. 5 Mutual effect of Eu^{3+} , Tb^{3+} and Dy^{3+} oxalates on fluorometry

Solid line : no peak superposition of spectra, but have quenching effect ; Broken line : have peak superposition of spectra, but no quenching effect.

による干渉があり; 576 nm で Dy^{3+} の蛍光強度を測定する際, 585 nm の Tb^{3+} 及び 594 nm の Eu^{3+} の蛍光ピークの干渉がある. これらのスペクトルの重なりによる干渉は補正しなければならない. Sm^{3+} の蛍光性は極めて弱いので, 他への干渉は考えなくてもよい. (2) Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} 三者の共存による蛍光消光作用の影響: 例えば, 546 nm で Tb^{3+} の蛍光強度を測定する際, Eu^{3+} と Dy^{3+} の蛍光スペクトルの重なりはないが, Eu^{3+} と Dy^{3+} はいずれも Tb^{3+} の蛍光に対して蛍光消光作用をもつ. 実験結果によれば, Eu^{3+} , Dy^{3+} の Tb^{3+} 蛍光に対する 20% 蛍光消光濃度 $C_{20}^{(3)}$ はそれぞれ 2.43×10^{-5} M ($3.7 \mu\text{g } Eu^{3+}/\text{ml}$), 4.42×10^{-5} M ($7.2 \mu\text{g } Dy^{3+}/\text{ml}$) であるので, Tb^{3+} の回収率を 80% 以上得るためには, Eu^{3+} , Dy^{3+} の共存濃度を少なくとも C_{20} 以下に制御しなければならない. Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} 三者の相互干渉の関係は Fig. 5 に示す.

3・2・2 ユウロピウム, テルビウム, ジスプロシウム同時測定の回収率 以上の 2 因子を考慮して, Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} の同時測定の回収率を検討した. 実験結果は Table 2 に示したように 0.2~1.0 ppm Eu^{3+} , 0.2~1.0 ppm Tb^{3+} , 2~4 ppm Dy^{3+} の濃度範囲内で同時測定の際, 三者の回収率はいずれも 80~115% の範囲内であった. Eu^{3+} , Tb^{3+} , Dy^{3+} の平均回収率はそれぞれ 103, 98.1, 96.4% で, 相対標準偏差は 4.5% 以下で精度よく測定できた. なお, 混合試液中の三者の総濃度は $4.5 \mu\text{g}/\text{ml}$ 以下に制御すれば, それらイオンの蛍光消光作用は無視してもよいことが分かった.

3・2・3 その他の希土類金属イオンの影響 0.1 ppm の Tb^{3+} 並びに 0.2 ppm の Eu^{3+} に対し, Tb^{3+} の 100 倍量の Sc^{3+} , Y^{3+} , La^{3+} , Tm^{3+} , Yb^{3+} , Lu^{3+} の共

存は, Tb^{3+} 及び Eu^{3+} の測定に影響しなかったが, その他の希土類金属イオンの共存では幾らかの消光作用があった. C_{20} を用いて, その他の希土類金属イオンの蛍光消光作用について評価を行えば, Table 3 に示したようにシュウ酸系は C_{20} がいずれも TTA-TOPO-ヘキサン抽出系³⁾及び TTA-phen-Tween 20 ミセル系⁴⁾より大きく, 実試料への応用に有益であった. その他の希土類金属イオンの共存の際, Eu^{3+} , Tb^{3+} 蛍光測定の回収率

Table 3 20% quenching concentration (C_{20})³⁾ of rare earth metal ion for fluorescence intensity of europium

Ion	$C_{20}^{b)}/10^{-5}$ M		
	Oxalic acid system ^{a)}	TTA-phen-Tween 20 system ⁴⁾	TTA-TOPO-hexane ³⁾
Sc^{3+}	>22	0.68	0.32
Y^{3+}	>11	0.66	0.30
La^{3+}	> 7.2	1.91	1.60
Ce^{3+}	1.42	0.71	1.70
Pr^{3+}	2.12	0.56	1.70
Nd^{3+}	1.17	0.59	0.70
Sm^{3+}	2.39	—	—
Gd^{3+}	sensitizing	0.32	0.30
Tb^{3+}	sensitizing	0.25	0.30
Dy^{3+}	3.19	0.51	0.30
Ho^{3+}	3.39	0.59	0.30
Er^{3+}	3.76	0.57	0.24
Tm^{3+}	> 5.0	0.58	—
Yb^{3+}	> 5.8	0.65	0.20
Lu^{3+}	> 5.7	0.68	0.20

a) 0.2 ppm Eu^{3+} -0.015 M oxalic acid, pH 8.0, 390 nm filter; b) concentration for 20% quenching on determination of europium

Table 2 Simultaneous determination of europium, terbium and dysprosium^{a)}

Given, ppm			Found, ppm			Recovery ^{b)} , %		
Eu	Tb	Dy	Eu	Tb	Dy	Eu	Tb	Dy
0.2	1.0	4.0	0.16	0.96	3.9	80	96	98
0.4	0.4	2.0	0.45	0.40	1.8	113	100	90
0.4	0.4	3.0	0.46	0.40	2.6	115	100	87
0.4	0.4	4.0	0.45	0.39	3.6	113	98	90
1.0	0.2	3.0	1.00	0.20	3.1	100	100	103
1.0	1.0	2.0	1.00	0.96	2.0	100	96	100
1.0	1.0	3.0	1.00	0.97	3.2	100	97	107
Average recovery (%)						103	98.1	96.4

a) 0.015 M oxalic acid, pH 8.0, Ex : 259 nm, Em : 546 (Tb^{3+}), 576 (Dy^{3+}), 617 (Eu^{3+}) nm; 390 nm filter.

b) average of 5 determinations

と希土類の三価金属イオンの磁気モーメントとの関係を Fig. 6 に示す. 希土類金属イオンの Eu^{3+} , Tb^{3+} 蛍光に対する消光作用の大きさは原子番号の増大につれて, $\text{Sc}^{3+} \sim \text{Lu}^{3+}$ の間に W 型のような“四組効果”を呈する周期性を示した. すなわち, Sc^{3+} , Y^{3+} , La^{3+} (消光なし)- $\text{Ce}^{3+} \sim \text{Eu}^{3+}$ (消光あり)- Gd^{3+} , Tb^{3+} (増感あり)- $\text{Dy}^{3+} \sim \text{Er}^{3+}$ (消光あり)- Tm^{3+} , Yb^{3+} , Lu^{3+} (消光なし) というように 4f 電子の構造を反映する良好な規則性が見られた. 蛍光消光作用の大きさは希土類金属イオンの基底状態のラッセル・ソーンダーズ結合のスペクトル項並びにそれら三価金属の磁気モーメントと密接な関連性があった. すなわち, Sc^{3+} , Y^{3+} , La^{3+} , Lu^{3+} などのイオンは不対電子がないので反磁性であり, それらの基底状態のスペクトル項中の全軌道角運動量 L はいずれも 0 であって (S 状態), そのうち, Sc^{3+}

はアルゴン電子殻, Y^{3+} はクリプトン電子殻の配置をもち, La^{3+} 及び Lu^{3+} の 4f 電子数が 0 もしくは 14 というようなイオンは Eu^{3+} , Tb^{3+} 蛍光に対する消光作用は生じなかった. 内部量子数 J から考察すると, 0 の Sc^{3+} , Y^{3+} , La^{3+} , Lu^{3+} ; $7/2$ の Gd^{3+} , Yb^{3+} ; 6 の Tb^{3+} , Tm^{3+} などのイオンも明らかな消光作用はなかった. やや特殊なのは, Gd^{3+} が Tb^{3+} , Eu^{3+} , Tb^{3+} が Eu^{3+} に対して蛍光増感効果を生じることであった. 磁気モーメントの大きな Ce^{3+} , Pr^{3+} , Nd^{3+} , Sm^{3+} , Eu^{3+} (Dy^{3+} に対し消光作用はないが, Tb^{3+} に対し消光あり), Dy^{3+} , Ho^{3+} , Er^{3+} などのような常磁性イオンの蛍光消光作用は大きかった.

3・2・4 混合希土類酸化物中のユウロピウム, テルビウム, ジスプロシウムの同時測定 著者らは既に標準添加法により, 蛍光消光作用の生じない La_2O_3 ,

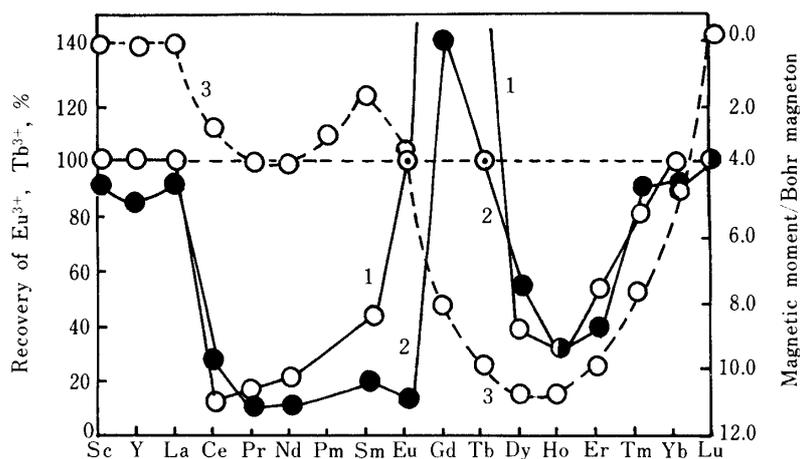


Fig. 6 Relation between magnetic moments of trivalent rare earth metal ion and recoveries of Tb^{3+} and Eu^{3+}

10 ppm RE^{3+} -0.015 M oxalic acid, pH 8.0; 1: 0.2 ppm Eu^{3+} ; 2: 0.1 ppm Tb^{3+} ; 3: magnetic moments of RE^{3+} (J. H. Vanvleck)

Table 4 Simultaneous determination of europium, terbium and dysprosium oxides in mixed heavy rare earth oxides

Sample No.	Given, %			Determined, %		
	Eu_2O_3	Tb_4O_7	Dy_2O_3	Eu_2O_3	Tb_4O_7	Dy_2O_3
1	3.46	3.51	17.1	3.63 ± 0.06	3.45 ± 0.04	18.9 ± 0.00
2	1.80	1.83	8.95	1.90 ± 0.00	1.79 ± 0.00	9.84 ± 0.00
3	1.97	2.00	9.75	2.16 ± 0.13	1.95 ± 0.00	9.91 ± 0.14
4	2.06	2.09	10.2	2.32 ± 0.10	2.04 ± 0.00	11.2 ± 0.00
5	2.06	2.09	10.2	2.36 ± 0.00	2.09 ± 0.00	11.2 ± 0.00

Each sample solutions contains 0.47 mg mixed rare earth oxide in 25 ml 0.1 M HCl solution. Sc_2O_3 13.0~59.8%, Y_2O_3 9.9~53.9%, Yb_2O_3 9.66~50.6%, Lu_2O_3 8.86~50.6% and Tm_2O_3 small amount.

Tm₂O₃, Yb₂O₃, LuO₃ など希土類酸化物中の 0.02~1.0% 範囲内のテルビウムを精度よく測定²⁾した。本報では検量線法により消光作用の生じない Sc, Y, Tm, Yb, Lu などの重希土類混合酸化物 0.47 mg 中の 1.80~3.46% の Eu₂O₃, 1.83~3.51% の Tb₄O₇ 及び 8.95~17.1% の Dy₂O₃ をそれぞれ相対標準偏差 5.7% 以下, 相対誤差 10% 以内で精度よく測定することができた。Table 4 にその測定結果を示す。

(1988年10月, 日本分析化学会
第37年会において一部発表)

文 献

- 1) G. Alberti, M. A. Massucci : *Anal. Chim. Acta*, **35**, 303 (1966).
- 2) 黄 漢国, 鄭 建銘, 張, 鉄莉, 高 秀香 : 分析化学, **37**, 376 (1988).
- 3) 黄 漢国, 平木敬三, 西川泰治 : 近畿大学理工学部研究報告, **17**, 21 (1982).
- 4) 黄 漢国, 耿 曉霞 : 分析化学, **35**, 579 (1986).

☆

Fluorometric determination of samarium, europium, terbium and dysprosium with oxalic acid system. Han-guo HUANG, Xiu-xiang GAO and Ying

Hu (Tangshan Institute of Technology, Tangshan city, China, 063009)

The optimum conditions for the fluorometric determination of samarium, europium, terbium and dysprosium with oxalic acid and the quenching behaviors of coexisting rare earth ions have been investigated. The optimum conditions for the simultaneous determination of less than 9 ppm Sm³⁺, 12 ppm Eu³⁺, 8 ppm Tb³⁺ and 6 ppm Dy³⁺ were : pH 8.0, 0.015 M oxalic acid, excitation at 259 nm and fluorescence detection at 644, 617, 546 and 576 nm, respectively. The absolute detection limits were 0.79, 0.02, 0.018 and 0.70 ppm, respectively. Terbium, europium and dysprosium in mixed heavy rare earth oxide samples were determined with this method. Mixed samples of 1.80~3.46% Eu₂O₃, 1.83~3.51% Tb₄O₇ and 8.95~17.1% Dy₂O₃ in 0.47 mg containing the heavy rare earth oxides, Sc₂O₃ and Y₂O₃, were successfully determined simultaneously with a relative error of less than 10% and a relative standard deviation of 5.7%.

(Received August 7, 1989)

Keyword phrases

fluorometric determination of samarium, europium, terbium and dysprosium; oxalic acid; heavy rare earth oxides.