



Application Note AN-T-249

Análisis de metales de tierras raras según la norma ISO 23597

Determinación fotométrica rápida y precisa de elementos de tierras raras (ETR) con el Optrode

Una vez extraídos y separados de los yacimientos, los elementos de tierras raras (ETR) se refinan y se comercializan en forma de lingotes metálicos, polvos metálicos, óxidos de tierras raras (OTR), aleaciones o sales. Los OTR suelen tener un grado de pureza superior al 97 %, mientras que los lingotes y los polvos alcanzan al menos el 99 %.

La fracción másica de los metales de tierras raras en estos productos es un parámetro de calidad importante y un factor clave que determina el precio y la facilidad de uso. Los REE puros se disuelven normalmente en ácido, tras lo cual se analiza su

pureza mediante diversos métodos. Uno de los más importantes es la titulación con naranja de xilenol como indicador (ISO 23597).

La titulación es un método absoluto que ofrece numerosas ventajas frente a otras técnicas consolidadas, como la espectroscopia de absorción atómica (AAS). Se ha demostrado que las titulaciones realizadas con el Optrode M2 proporcionan resultados precisos y reproducibles, con índices de recuperación en torno al 100 % para los elementos de tierras raras.

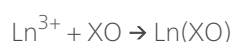
INTRODUCCIÓN

La titulación fotométrica es un método de gran precisión, rápido y rentable para determinar la pureza de los metales de tierras raras. Otros métodos de análisis, como el AAS, requieren realizar calibraciones previas. Los patrones utilizados para este fin suelen analizarse mediante titulación de metales de tierras raras. Por lo tanto, resulta lógico determinar los elementos de tierras raras directamente mediante titulación, en lugar de utilizar un método AAS complejo que también requiere calibración.

Los elementos de tierras raras completamente disueltos se mezclan con xilenol naranja (XO). Este indicador forma un complejo coloreado con el catión

de tierras raras (Ln^{3+}), que a continuación se valora con ácido etilendiaminotetraacético (EDTA). Una vez que todos los iones metálicos se han complejoado o se han eliminado mediante la valoración, el color de este complejo cambia.

Las siguientes reacciones ofrecen una descripción muy simplificada de la titulación con un catión de lantánido:



$\text{Ln}(\text{XO})$ es de color rojo y XO es de color amarillo. El Optrode permite determinar este cambio de color con gran precisión a una longitud de onda de 574 nm.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Se utilizaron muestras patrón de elementos de tierras raras disueltos en ácido nítrico. Estas muestras son muy similares a los elementos de tierras raras disueltos en ácido que se utilizan en la industria, como los que se emplean para la determinación mediante espectrometría de absorción atómica (AAS).

El método se llevó a cabo basándose en la norma ISO 23597 [1], así como en el artículo de S. J. Lyle et al. [2]. Esta aplicación se ilustra utilizando soluciones patrón de itrio, samario y disprosio. No se requiere ninguna preparación previa de las muestras.

EXPERIMENTO

Los análisis se realizan en un titulador OMNIS Professional equipado con módulos de dosificación OMNIS (Figura 1) y un Optrode M2.

Se pesa una cantidad adecuada de muestra en el vaso de titulación y se añaden tampón de acetato y una solución indicadora de xilenol naranja. La solución se titula con una solución estandarizada de EDTA hasta después del primer punto de equivalencia.



Figura 1. Cuando se equipa con un Optrode M2, el titulador OMNIS Professional con módulos de dosificación OMNIS (que se muestra aquí) constituye una configuración ideal para la determinación de metales de tierras raras.

RESULTADOS

Como se muestra en la tabla 1, los resultados presentan altas tasas de recuperación y confirman la fiabilidad de la titulación fotométrica. En la figura 2 se muestra una curva de titulación ejemplar de una solución patrón de itrio.

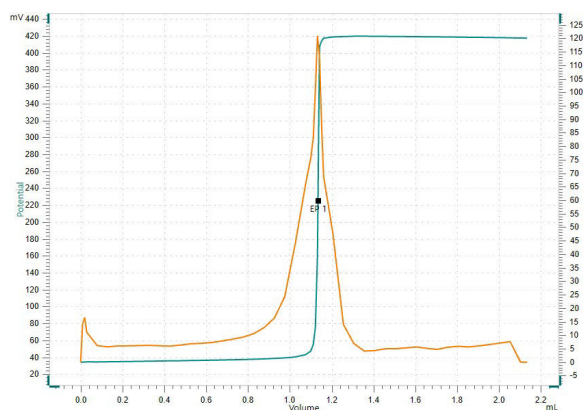


Figure 2. Photometric titration of yttrium standard solution using the Optrode M2.

Tabla 1. Resultados de la titulación fotométrica de elementos de tierras raras con el Optrode M2 (n = 6).

Sample (n = 6)	Content (g/L)	Recovery (%)
Yttrium	9.98	100.0
Samarium	10.10	100.6
Dysprosium	10.08	100.9

CONCLUSIÓN

En esta nota de aplicación, se ha determinado fotométricamente la pureza de los elementos de tierras raras con el Optrode M2. Este método ofrece una alternativa convincente, precisa y rentable a las técnicas analíticas estándar, como el AAS, para determinar la pureza de los elementos de tierras raras. Al tratarse de un método absoluto, no requiere una calibración compleja, lo que hace que la titulación

resulte especialmente atractiva para los clientes.

Gracias a la longitud de onda ajustable individualmente del Optrode y al fiable software OMNIS, la determinación de elementos de tierras raras (REE) según la norma ISO 23597 puede realizarse para todos los elementos de tierras raras conocidos.

REFERENCIAS

1. Rare Earth — Determination of Rare Earth Content in Individual Rare Earth Metals and Their Oxides — Titration Method; ISO 23597:2023; 2023; p 10.
2. Lyle, S. J.; Rahman, Md. M. Complexometric Titration of Yttrium and the Lanthanons—I: A Comparison of Direct Methods. *Talanta* 1963, 10 (11), 1177–1182. DOI:10.1016/0039-9140(63)80170-8

CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México

info@metrohm.mx

CONFIGURACIÓN



OMNIS Professional Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo stand-alone o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a Liquid Adapter con tecnología 3S, este titulador resulta más seguro que nunca para el manejo de productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se le puede añadir un agitador de varilla. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación o dosificación adicionales.

- Control a través de ordenador o red local
- Posibilidad de conexión de hasta 4 módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- OMNIS Liquid Adapter con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modos de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación quintuple en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



Optrode M2

Sensor óptico para titulaciones fotométricas con 8 longitudes de onda disponibles. La longitud de onda se puede cambiar por software (a partir de tiamo 2.5) o con un imán. El mango de vidrio es totalmente resistente a los disolventes y fácil de limpiar. El sensor permite ahorrar espacio y es adecuado, por ejemplo, para:

- Titulaciones no acuosas según USP o EP
- Determinaciones de grupos carboxilos finales
- TAN/TBN según ASTM D974
- Determinación de sulfato
- Fe, Al, Ca en cemento
- Dureza del agua
- Sulfato de condroitina según USP

El sensor no es adecuado para determinar las concentraciones midiendo la intensidad del color (colorimetría).