



Application Note AN-T-249

Analisi dei metalli delle terre rare secondo la norma ISO 23597

Determinazione fotometrica rapida e precisa degli elementi delle terre rare (REE) con l'Optrode

Una volta estratti e separati dai giacimenti, gli elementi delle terre rare (REE) vengono raffinati e venduti sotto forma di lingotti, polveri metalliche, ossidi di terre rare (REO), leghe o sali. Gli ossidi di terre rare hanno solitamente un livello di purezza superiore al 97%, mentre i lingotti e le polveri raggiungono almeno il 99%.

La frazione di massa dei metalli delle terre rare in questi prodotti è un importante parametro di qualità e un fattore determinante per il prezzo e l'usabilità. Le terre rare pure vengono tipicamente disciolte in acido,

dopodiché la loro purezza viene analizzata utilizzando diversi metodi. Uno dei metodi più importanti è la titolazione con arancio di xilenolo come indicatore (ISO 23597).

La titolazione è un metodo assoluto che offre numerosi vantaggi rispetto ad altre tecniche consolidate come la spettroscopia di assorbimento atomico (AAS). Le titolazioni effettuate con l'Optrode M2 hanno dimostrato di fornire risultati precisi e riproducibili, con tassi di recupero intorno al 100% per gli elementi delle terre rare.

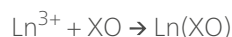
INTRODUZIONE

La titolazione fotometrica è un metodo estremamente preciso, rapido ed economico per determinare la purezza dei metalli delle terre rare. Altri metodi di analisi, come la spettrometria di assorbimento atomico (AAS), richiedono calibrazioni preliminari. Gli standard utilizzati a questo scopo vengono spesso analizzati mediante titolazione dei metalli delle terre rare. Pertanto, è più conveniente determinare gli elementi delle terre rare direttamente tramite titolazione piuttosto che utilizzare un metodo AAS complesso che richiede anch'esso una calibrazione.

Gli elementi delle terre rare completamente disciolti vengono miscelati con arancio di xilenolo (XO).

Questo indicatore forma un complesso colorato con il catione delle terre rare (Ln^{3+}), che viene poi titolato con acido etilendiamminotetraacetico (EDTA). Una volta che tutti gli ioni metallici sono stati complessati o titolati, il colore di questo complesso cambia.

Le seguenti reazioni offrono una descrizione molto semplificata della titolazione con un catione lanthanide:



$\text{Ln}(\text{XO})$ è rosso e XO è giallo. L'Optrode può essere utilizzato per determinare questo cambiamento di colore con grande precisione a una lunghezza d'onda di 574 nm.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Sono stati utilizzati come campioni standard di elementi delle terre rare disciolti in acido nitrico. Questi campioni sono molto simili agli elementi delle terre rare disciolti in acido utilizzati nell'industria, ad esempio quelli utilizzati per la determinazione mediante AAS. Il metodo è stato eseguito sulla base

della norma ISO 23597 [1] e del documento di S. J. Lyle et al [2].

Questa applicazione viene dimostrata su soluzioni standard di ittrio, samario e disprosio. Non è richiesta alcuna preparazione del campione.

ANALISI

Le determinazioni vengono effettuate su un OMNIS Professional Titrator dotato di OMNIS Dosing Modules (Figura 1) e di un Optrode M2.

Una quantità appropriata di campione viene pesata nel becher di titolazione e vengono aggiunti il tampone acetato e la soluzione indicatrice di arancio di xilenolo. La soluzione viene titolata fino al raggiungimento del primo punto di equivalenza con una soluzione standardizzata di EDTA.



Figure 1. Se equipaggiato con un Optrode M2, OMNIS Professional Titrator dotato di OMNIS Dosing Modules (mostrato qui) rappresenta una configurazione ideale per la determinazione dei metalli delle terre rare.

RISULTATI

Come mostrato nella **Tabella 1**, i risultati presentano elevati tassi di recupero e confermano la robustezza della titolazione fotometrica. Una curva di titolazione esemplificativa di una soluzione standard di ittrio è riportata nella **Figura 2**.

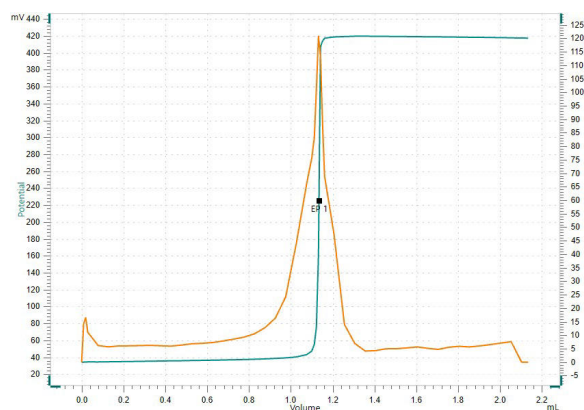


Figure 2. Titolazione fotometrica di una soluzione standard di ittrio utilizzando Optrode M2.

Tabella 1. Risultati della titolazione fotometrica degli elementi delle terre rare con l'Optrode M2 (n = 6).

Campione (n = 6)	Contenuto (g/L)	Recupero (%)
Yttrium	9.98	100.0
Samarium	10.10	100.6
Dysprosium	10.08	100.9

CONCLUSIONE

In questa Application Note, la purezza degli elementi delle terre rare è stata determinata fotometricamente con l'Optrode M2. Questo metodo rappresenta un'alternativa valida, precisa ed economicamente vantaggiosa alle tecniche analitiche standard, come la spettrometria di assorbimento atomico (AAS), per la determinazione della purezza degli elementi delle terre rare. Essendo un metodo assoluto, non richiede

complesse calibrazioni, il che rende la titolazione particolarmente interessante per i clienti.

Grazie alla lunghezza d'onda regolabile individualmente dell'Optrode e all'affidabile software OMNIS, è possibile effettuare la determinazione degli elementi delle terre rare (REE) secondo la norma ISO 23597 per tutti gli elementi delle terre rare conosciuti.

NOTE

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 Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Titolatore OMNIS Professional con agitatore magnetico

OMNIS Titrator potenziometrico, innovativo e modulare per il funzionamento autonomo o come cuore di un sistema di titolazione OMNIS per la titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore ad elica. Inclusa la licenza di funzionamento "Professional" per la titolazione parallela con ulteriori moduli di titolazione e dosaggio.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Possibilità di collegamento di un agitatore a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela quintupla: licenza di funzionamento "Professional"



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



Optrode M2

Sensore ottico per titolazioni fotometriche con 8 lunghezze d'onda disponibili. La modifica della lunghezza d'onda può avvenire tramite software (datiamo 2.5) o con magnete. Lo stelo di vetro è completamente resistente ai solventi e facile da pulire. Il sensore salvaspazio è adatto ad es. per:

- titolazioni non acquose secondo USP o EP
- Determinazioni dei gruppi terminali carbossilici
- TAN/TBN secondo ASTM D974
- Determinazione del solfato
- Fe, Al, Ca in calcestruzzo
- Durezza dell'acqua
- Solfato di condroitina secondo USP

Il sensore non è adatto per la determinazione di concentrazioni mediante misura dell'intensità del colore (colorimetria).