



Application Note AN-T-249

ISO 23597に基づく光度滴定による レアアース(希土類元素)の分析

Fast and accurate photometric determination of rare earth elements (REEs) with the Optrode

レアアース(希土類元素)は、鉱床から採掘・分離された後、精製されて金属インゴット、金属粉末、希土類酸化物(REO)、合金、または塩として販売されます。希土類酸化物(REO)の純度は通常97%以上であり、インゴットや粉末の純度は少なくとも99%です。

これらの製品に含まれるレアアース(希土類元素)の質量分率は、重要な品質指標であり、価格や用途を左右する重要な要素です。一般に、高純度のレアアース(希土類元素)は、酸に溶解された後、さまざま

な分析法によって純度が測定されます。その中でも特に重要な方法の一つが、キシレノールオレンジを指示薬として用いる滴定法(ISO 23597)です。滴定法は絶対測定法であり、原子吸光分析法(AAS)などの確立された他の分析技術に比べて多くのメリットがあります。光度滴定用センサーであるオプトロード M2を用いた滴定では、レアアース(希土類元素)に対して回収率がおよそ100%となり、高い精度と優れた再現性が得られることが示されています。

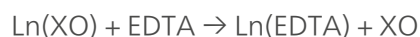
はじめに

光度滴定は、レアアース(希土類元素)の純度を測定するための高精度かつ迅速で、コスト効率にも優れた分析手法です。原子吸光分析法(AAS)などの他の分析法では、事前に検量線を作成する必要があります。また、その際に使用される標準物質は、しばしばレアアース(希土類元素)の滴定によって値付けされています。そのため、校正を必要とする複雑なAAS法を用いるよりも、滴定法によってレアアース(希土類元素)を直接定量の方が合理的です。

完全に溶解したレアアース(希土類元素)にキシレノールオレンジ(XO)を加えると、この指示薬は希土類金属イオン(Ln³⁺)と着色した錯体を形成します。次

に、この錯体をエチレンジアミン四酢酸(EDTA)で滴定します。すべての金属イオンが錯形成される、あるいは滴定によって反応し尽くされると、錯体の色が変わります。

ランタノイドイオンを例とした滴定反応は、簡略化すると次のように表されます。



Ln(XO) は赤色、XO は黄色を示します。オプトロードは、この色の変化を574 nmの波長で非常に高精度に検出することができます。

サンプルとサンプル前処理

サンプルとして、硝酸に溶解したレアアース(希土類元素)の標準液を使用しました。これらのサンプルは、例えば原子吸光分析法(AAS)の測定に用いられる酸溶解済みのレアアース(希土類元素)サンプルと非常によく類似しています。本手法は、ISO 23597 [1] および S. J. Lyle らの論文 [2] に基づいて実施さ

れました。

このアプリケーションでは、イットリウム(Y)、サマリウム(Sm)、ジスプロシウム(Dy)の標準溶液を用いて手法を実証しています。サンプル前処理は必要ありません。

実験

測定は、OMNIS ドージングモジュール(図1)およびオプトロード M2を備えたOMNIS プロフェッショナルタイトレーターを用いて行います。

適量のサンプルを滴定ビーカーに秤量し、酢酸緩衝液およびキシレノールオレンジ指示薬溶液を加えます。その後、標定済みのEDTA滴定溶液を用いて、第1終点 (EP1) を過ぎるまで滴定を行います。



図1. オプトロード M2を搭載したOMNIS プロフェッショナルタイトレーターとOMNISドージングモジュール (写真) は、レアアース (希土類元素) の定量分析に理想的なシステムです。

測定結果

表1に示すように、得られた測定結果は高い回収率を示しており、光度滴定法のロバスト性を裏付けています。イットリウム標準溶液の代表的な滴定曲線を図2に示します。

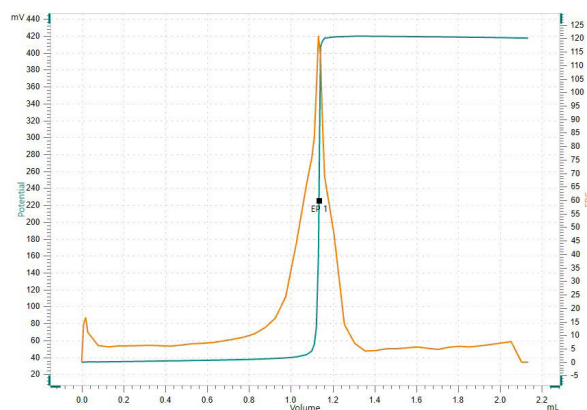


図2. オプトロードM2によるイットリウム標準溶液の光度滴定

表1. オプトロード M2センサーを使ったレアアース(希土類元素)の光度滴定結果 [n = 6]

サンプル [n = 6]	濃度 [g/L]	回収率 [%]
イットリウム (Y)	9.98	100.0
サマリウム (Sm)	10.10	100.6
ジスプロシウム (Dy)	10.08	100.9

結論

このアプリケーションノートでは、レアアース(希土類元素)の純度をオプトロード M2センサーを用いて光度滴定法により測定しました。本手法は、レアアース(希土類元素)の純度測定において、AAS(原子吸光分析法)などの標準的な分析手法に代わる、有力で高精度かつ費用対効果に優れた選択肢を提供します。また、本法は**絶対測定法**であるため、複雑な校正

を必要とせず、この点も滴定法がユーザーにとって特に魅力的である理由の一つです。

オプトロード M2 センサーの波長を個別に調整できる機能と、信頼性の高いOMNISソフトウェアにより、ISO 23597に基づくレアアース(希土類元素)の測定を実施することができます。

参考文献

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

メトロームジャパン株式会
社

143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1

null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置紹介



OMNIS Professional Titrator

スタンドアローン稼働または OMNIS 滴定システムのメインパートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための電位差 OMNIS Titrator です。3S リキッドアダプタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることができ、必要に応じてロッドスターラで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはドージングモジュールによる並行滴定のための機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューターまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールまたはドージングモジュールを 4 つまで接続可能
- ロッドスターラの接続可
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3S テクノロジーによる OMNIS Liquid Adapter: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動転送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アドバンス)」
- 5 つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS

滴定/ドージング用追加ビュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのドージングモジュールです。別個の滴定スタンドとして用いるためのマグネチックスターラもしくはプロペラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



Optrode M2

Optical sensor for photometric titrations offering 8 different wavelengths. The wavelength can be switched using the software (tiamo 2.5 or higher) or with a magnet. The glass shaft is completely solvent-resistant and easy to clean. For example, this space-saving sensor is suitable for: Non-aqueous titrations in accordance with USP or EP; Determinations of carboxyl end groups; TAN/TBN in accordance with ASTM D974; Sulfate determination; Fe, Al, Ca in cement; Water hardness; Chondroitin sulfate in accordance with USP; The sensor is not suitable for determinations of concentrations via measurement of color intensity (colorimetry).