



Application Note AN-T-249

Phân tích kim loại đất hiếm theo tiêu chuẩn ISO 23597

Phân tích nguyên tố đất hiếm (REEs) nhanh chóng và chính xác bằng Optrode

Sau khi được khai thác và tách khỏi quặng, các nguyên tố đất hiếm (REEs) được tinh chế và bán dưới dạng thỏi kim loại, bột kim loại, oxit đất hiếm (REOs), hợp kim hoặc muối. REOs thường có độ tinh khiết trên 97%, trong khi thỏi kim loại và bột kim loại thường đạt ít nhất 99%.

Hàm lượng khối lượng của các kim loại đất hiếm trong những sản phẩm này là một chỉ tiêu chất lượng quan trọng, đồng thời là yếu tố then chốt quyết định giá trị và khả năng ứng dụng của chúng. Các REE tinh khiết thường được hòa tan trong axit, sau đó độ tinh khiết

được xác định bằng nhiều phương pháp khác nhau. Một trong những phương pháp quan trọng nhất là chuẩn độ sử dụng xylénol orange làm chất chỉ thị theo tiêu chuẩn ISO 23597.

Chuẩn độ là một phương pháp tuyệt đối, mang lại nhiều ưu điểm so với các kỹ thuật đã được thiết lập như quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS). Các phép chuẩn độ sử dụng Optrode M2 đã được chứng minh cho kết quả chính xác và có độ lặp lại cao, với tỷ lệ thu hồi các nguyên tố đất hiếm đạt khoảng 100%.

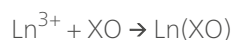
GIỚI THIỆU

Chuẩn độ quang học là một phương pháp có độ chính xác cao, nhanh chóng và tiết kiệm chi phí để xác định độ tinh khiết của kim loại đất hiếm. Các phương pháp phân tích khác như quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) yêu cầu phải thực hiện hiệu chuẩn trước khi phân tích. Các chất chuẩn dùng cho mục đích này thường được xác định hàm lượng bằng phương pháp chuẩn độ kim loại đất hiếm. Do đó, việc xác định trực tiếp các nguyên tố đất hiếm bằng chuẩn độ là hợp lý hơn so với sử dụng phương pháp AAS phức tạp và cũng cần hiệu chuẩn.

Các nguyên tố đất hiếm sau khi được hòa tan hoàn toàn sẽ được trộn với chất chỉ thị xylenol orange (XO).

Chất chỉ thị này tạo thành một phức chất có màu với cation đất hiếm (Ln^{3+}), sau đó được chuẩn độ bằng ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA). Khi toàn bộ ion kim loại đã được tạo phức hoặc được chuẩn độ hoàn toàn, màu sắc của phức chất sẽ thay đổi.

Các phản ứng dưới đây mô tả một cách đơn giản quá trình chuẩn độ với cation lantan:



$\text{Ln}(\text{XO})$ có màu đỏ, trong khi XO có màu vàng. Optrode có thể được sử dụng để xác định sự thay đổi màu sắc này với độ chính xác rất cao tại bước sóng 574 nm.

MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

Các dung dịch chuẩn nguyên tố đất hiếm được hòa tan trong axit nitric được sử dụng làm mẫu phân tích. Những mẫu này rất tương đồng với các mẫu REE được hòa tan trong axit đang được sử dụng trong công nghiệp, chẳng hạn như các mẫu dùng để xác định hàm lượng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS). Phương pháp được thực hiện dựa

trên tiêu chuẩn ISO 23597 [1] cũng như công trình nghiên cứu của S. J. Lyle và cộng sự [2].

Ứng dụng này được minh họa trên các dung dịch chuẩn của yttri (Y), samari (Sm) và dysprosi (Dy). Không cần thực hiện bất kỳ bước chuẩn bị mẫu nào trước khi phân tích.

THỰC NGHIỆM

Các phép xác định được thực hiện trên hệ thống OMNIS Professional Titrator được trang bị các OMNIS Dosing Module (**Hình 1**) và Optrode M2.

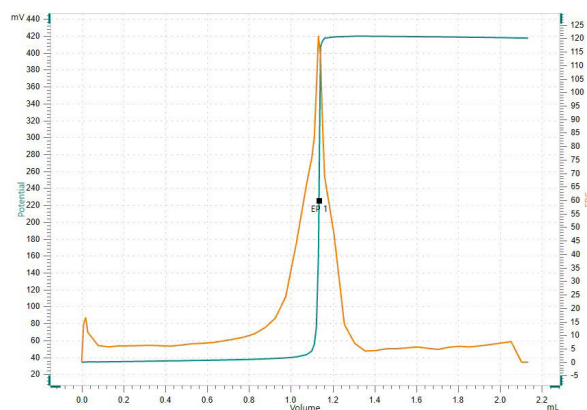
Một lượng mẫu thích hợp được cân vào cốc chuẩn độ, sau đó bổ sung dung dịch đệm axetat và dung dịch chỉ thị xylenol orange. Mẫu được chuẩn độ bằng dung dịch EDTA đã được chuẩn hóa cho đến sau điểm tương đương thứ nhất.



Hình 1. Khi được trang bị Optrode M2, hệ thống OMNIS Professional Titrator cùng các OMNIS Dosing Module (được minh họa trong hình) là một cấu hình lý tưởng để xác định hàm lượng kim loại đất hiếm.

KẾT QUẢ

Như được trình bày trong **Bảng 1**, kết quả cho thấy tỷ lệ thu hồi cao và khẳng định độ tin cậy của phương pháp chuẩn độ quang học. Một đường cong chuẩn độ điển hình của dung dịch chuẩn yttri được thể hiện trong **Hình 2**.



Hình 2. Chuẩn độ quang học dung dịch chuẩn yttri bằng Optrode M2.

Bảng 1. Kết quả chuẩn độ quang học các nguyên tố đất hiếm bằng 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

KẾT LUẬN

Trong Application Note này, độ tinh khiết của các nguyên tố đất hiếm (REEs) được xác định bằng phương pháp chuẩn độ quang học sử dụng Optrode M2. Phương pháp này là một giải pháp thay thế hiệu quả, chính xác và tiết kiệm chi phí cho các kỹ thuật phân tích truyền thống như quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) trong việc xác định độ tinh khiết của các nguyên tố đất hiếm. Do là một phương pháp

tuyệt đối, chuẩn độ không yêu cầu quy trình hiệu chuẩn phức tạp, giúp phương pháp này trở nên đặc biệt hấp dẫn đối với người sử dụng.

Nhờ khả năng điều chỉnh bước sóng linh hoạt của Optrode cùng với sự hỗ trợ của OMNIS Software đáng tin cậy, việc xác định các nguyên tố đất hiếm theo tiêu chuẩn ISO 23597 có thể được thực hiện đối với toàn bộ các nguyên tố đất hiếm đã được biết đến hiện nay.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

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

CÔNG TY TNHH METROHM
VIỆT NAM

Tòa nhà Park IX, số 08
Đường Phan Đình Giót,
Phường Tân Sơn Hòa
null Thành phố Hồ Chí Minh

info@metrohm.vn

CẤU HÌNH



OMNIS Professional Titrator with magnetic stirrer

Innovative, modular potentiometric OMNIS Titrator for stand-alone operation or as the core of an OMNIS titration system for endpoint titration and equivalence point titration (monotonic/dynamic). Thanks to 3S Liquid Adapter technology, handling chemicals is more secure than ever before. The titrator can be freely configured with measuring modules and cylinder units and can have a rod stirrer added as needed. Including "Professional" function license for parallel titration with additional titration or dosing modules.

- Actuation via PC or local network
- Connection option for up to four additional titration or dosing modules for additional applications or auxiliary solutions
- Connection option for one rod stirrer
- Various cylinder sizes available: 5, 10, 20 or 50 mL
- Liquid Adapter with 3S technology: Safe handling of chemicals, automatic transfer of the original reagent data from the manufacturer

Measuring modes and software options:

- Endpoint titration: "Basic" function license
- Endpoint and equivalence point titration (monotonic/dynamic): "Advanced" function license
- Endpoint and equivalence point titration (monotonic/dynamic) with 5-way parallel titration: "Professional" function license



OMNIS Dosing Module without stirrer

Dosing module for connection to an OMNIS Titrator for extending the system to include an additional buret for titration/dosing. Can be supplemented with one magnetic stirrer or rod stirrer for use as separate titration stand. Freely selectable cylinder unit with 5, 10, 20 or 50 mL.



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).