

**F\_CL\_YS\_RE\_KS\_0004**

**稀土总量的测定—伯胺萃取、草酸盐重法**

**1. 范围**

本法适用包头稀土精矿中 20%~70%稀土总量的测定。

**2. 原理**

试样经高氯酸分解，加硫酸、磷酸加热到冒硫酸烟，使试样分解完全，用 N1923 苯液和 p538 苯液逆流萃取，使稀土和大量杂质元素分离，草酸盐重量法测定稀土氧化物总量。

**3. 试剂**

- 3.1 高氯酸：ρ 约 1.67。
- 3.2 磷酸：ρ 约 1.69。
- 3.3 硫酸：ρ 约 1.84。
- 3.4 过氧化氢：30%。
- 3.5 抗坏血酸：100g/L 溶液。
- 3.6 草酸；100g/L 溶液；10g/L 溶液。
- 3.7 甲酚红指示剂：2g/L 乙醇溶液。
- 3.8 氢氧化铵：1+1。
- 3.9 N1923/苯萃取液：150g/L，150ml N1923 用苯稀释到 1000mL，混匀。
- 3.10 P538/苯萃取液：2.50g/L，P538 25mL 用苯稀释到 500mL，混匀。用 6mol/L 盐酸平衡后备用。
- 3.11 硫酸洗液：0.25mol/L，每 1000mL 加入抗坏血酸 5g。
- 3.12 盐酸：(1+1)。

**4. 分析步骤**

4.1 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

4.2 空白实验

随同试料的分析步骤做空白实验。

4.3 试料的测定

准确称取 1.0g 试样于 100mL 锥形瓶中，加 10mL 高氯酸(3.1)，加热溶解约 1h，待蒸发到 2~3mL 时，取下稍冷，加 3mL 磷酸（3.2）及 3mL 硫酸（3.3），继续加热到硫酸冒烟片刻，取下冷却。用水稀至 40mL，滴加过氧化氢（3.4）数滴，加热煮沸片刻。取下冷却后移入 100mL 容量瓶中，加抗坏血酸（3.5）(100g/L) 20mL，用水稀释到刻度摇匀。干过滤。

取干过滤滤液 20mL 于 60mL 分液漏斗 A 中，用 20mL 150g/LN1923 苯萃取液（3.9）萃取 2min，水相放入另一 60mL 分液漏斗 B 中，加 10mL 150g/LN1923 苯萃取液（3.9）于分液漏斗 B 中，萃取 2min，弃去水相，用 20mL 0.25mol/L 硫酸（3.3）洗液洗有机相 A，振摇 2min，水相放入分液漏斗 B 中，振摇 2min，水相弃去，用 20mL 0.25mol/L 硫酸（3.3）洗液再一次。水相弃去。有机相合并，用盐酸（3.12）(1+1) 反萃三次，每次用 15mL。水相放入另一分液漏斗中，加 10mL 2.50g/LP538 苯萃取液（3.10）萃取针等高价元素与稀土分离，水相放入 300mL 烧杯中，弃去有机相。

水相加热蒸发到 10mL，加 5mL HNO<sub>3</sub>，2~3mL 高氯酸（3.1），继续加热，蒸发到近干。冷却后用水稀释到 50mL，加过氧化氢（3.4）1~2 滴，加热溶解盐类，煮沸片刻。用致密滤纸

过滤，用热水洗涤烧杯和滤纸。滤液收集于300mL烧杯中。用水稀释到100mL，加热煮沸，加入50mL草酸溶液(3.6)(100g/L)，滴加甲酚红指示剂(3.7)数滴，用氨水(3.8)(1+1)中和到刚变黄色，保温0.5h，静置3h以上。用慢速定量滤纸过滤，用10g/L草酸洗液(3.6)洗涤烧杯3~4次。洗涤沉淀7~8次，将沉淀连同滤纸移入已恒重的铂坩埚中，灰化，在900℃马弗炉灼烧60min，称重，重复操作直到恒重。

### 5. 结果计算：

$$w_{\text{REO}} = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： $w_{\text{REO}}$ —稀土氧化物的质量分数，%；

$m$ —为试样重量(g)；

$m_1$ —稀土氧化物加坩重(g)

$m_2$ —空坩埚重(g)；

$m_3$ —空白净重(g)；

$V$ —试样液总体积(mL)；

$V_1$ —分取试液的体积(mL)；

#### 注意事项

- (1) 两级错流萃取，稀土萃取率达99.8%，可认为定量回收。
- (2) N1923萃取稀土随硫酸浓度增加而下降，在0.5mol/L硫酸介质中萃取可达990g/L。
- (3) 加抗坏血还原铁成二价，可消除铁对萃取稀土时的竞争作用。  
P538对钍的萃取是完全的。

### 6. 参考文献

中国稀土学会、包头钢铁公司、包钢稀土研究院分析室编著，《稀土冶金分析手册》，1994，P11