

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)萃取钪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_3 , 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_{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