

醋酸镧的制备工艺及表征

乔 军^{1,2}, 侯睿恩^{1,2}, 王 哲^{1,2}, 崔建国^{1,2*}, 高 婷^{1,2},
田 皓^{1,2}, 徐 萌^{1,2}, 张 洋^{1,2}, 陈禹夫^{1,2}

(1.包头稀土研究院 白云鄂博稀土资源研究与综合利用国家重点实验室, 内蒙古 包头 014030;
2.稀土冶金及功能材料国家工程研究中心, 内蒙古 包头 014030)

摘 要:采用冰醋酸溶解氧化镧工艺制备醋酸镧。考察冰醋酸液酸度、氧化镧与冰醋酸的固液比、溶解温度、溶解时间对醋酸镧浸出收率的影响,同时阐述常温下冰醋酸溶液浸出氧化镧的工艺。结果表明,在醋酸浓度为 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,氧化镧与冰醋酸的固液比为0.8,溶解温度为 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$,溶解时间为0.5 h的最佳条件下制备的醋酸镧产品组成为 $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3\cdot\text{H}_2\text{O}$,并对其稀土总量,杂质含量,形貌与结构,热分解机制指标进行检测和表征。

关键词:稀土;醋酸镧;制备

中图分类号:TQ263

文献标识码:A

文章编号:1004-0277(2019)04-0102-08

稀土醋酸盐的显著优点是其溶解度比较高,醋酸稀土以溶液形式同许多材料进行化学反应,完成掺杂、改性等系列过程,无论是液-固,还是液-液,都取得较好的实验结果。和稀土氯化物相比较,醋酸根具有容易被洗涤或灼烧而去除的优势,系列稀土的醋酸盐,正日益受到陶瓷、难熔金属、磁性材料、光学材料的关注^[1~3]。医学实验研究发现,一定剂量的醋酸镧可以明显减弱血管钙化,醋酸镧可以治疗血液中磷酸盐含量过高症,其在医学领域研究应用正备受关注^[4~6]。醋酸镧是羧酸稀土金属配合物,具有包括酸碱在内的两个中心,其活性很大,微波辐射法固载醋酸镧研究取得令人满意的结果^[7,8]。

桑晓云等制备醋酸镧的清洁生产循环工艺研究^[9],报道了以碳酸镧为原料生产醋酸镧产品,但醋酸镧产品没有标明稀土总量和结晶水数量。乔军等醋酸铈和醋酸稀土的制备工艺研究^[10],报道了几种稀土氧化物原料经过硝酸溶解,碳酸氢铵沉淀,转化为碳酸稀土原料后,再用冰醋酸溶解碳酸稀土,制得醋酸稀土盐类化合物。周武风等人的专利申请中,也是先酸溶再碳铵沉淀制备碳酸镧后醋酸溶解^[11,12],以上文献中报道的都是以碳酸稀土为原料醋酸溶解来制备醋酸稀土。目前稀土市场高品质、低杂质的醋酸镧呈现良好的需求前景,而以碳酸镧为原料醋酸溶解制备的醋酸镧,产品中杂质元素达不到高品质醋酸镧要求,因此探求以一种高

收稿日期:2017-04-21

作者简介:乔 军(1970-),女,辽宁新民人,高级工程师,主要从事稀土湿法冶金和高纯稀土试剂的制备和研发。

* 通讯联系人(E-mail:btqiaojun@sohu.com)

DOI:10.16533/J.CNKI.15-1099/TF.201904013

品质镧原料来制备高品质醋酸镧的工艺势在必行。

本实验研究的切入点就是以高品质氧化镧为原料,使用冰醋酸溶解制备高品质醋酸镧产品,实验制备了纯净醋酸镧产品 $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$,并对其稀土总量、结晶水含量、形貌、热分解机制等理化指标进行检测表征,填补以往研究缺项,同时为以氧化镧为原料生产醋酸镧的国内外稀土企业,提供科学合理的技术支撑。

1 实验部分

1.1 实验原料

氧化镧的纯度大于等于 99.99%,冰醋酸为 AR 纯。

1.2 实验检测

溶液中钙离子、铁离子、锰离子等杂质采用原子吸收及质谱测定,稀土离子杂质用质谱法,镧离子浓度采用乙二胺四乙酸二钠络合滴定,氢离子浓度采用酸碱中和滴定。使用仪器为日本 Hitachi 公司 S-3400N 型扫描电子显微镜,德国耐驰 STA449F3 型同步热分析仪(空气:10 ℃·min⁻¹, Al₂O₃),荷兰帕纳科全自动粉末衍射仪。

1.3 实验工艺

称取一定量的氧化镧,以一定浓度的冰醋酸溶液溶解,保温一段时间使其溶解清澈,然后对醋酸镧溶液浓缩结晶,制备醋酸镧产品。图 1 为实验流程。表 1 为氧化镧颗粒的化学成份。

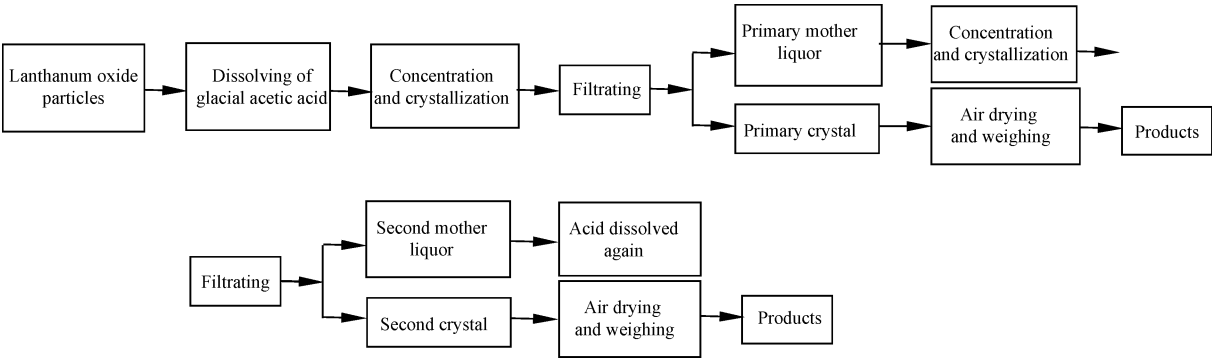


图 1 制备醋酸镧实验流程图

Fig. 1 Preparation of lanthanum acetate flow chart

表 1 氧化镧颗粒的化学成分/%

Table 1 The chemical composition of lanthanum oxide particles/%

Coposition	REO	CaO	MnO ₂	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻
Content	99.0	<0.0020	<0.0005	<0.0005	<0.0050	<0.0010	<0.0020	<0.0050	<0.010

2 制备醋酸镧溶液反应条件的影响

2.1 冰醋酸液酸度对醋酸镧浸出率的影响

实验条件为氧化镧与冰醋酸固液比为 0.8,溶解温度为 65 ℃,溶解时间为 0.5 h。图 2 为冰醋酸液酸度对醋酸镧浸出率的影响。由图 2 看出,氧化镧固体颗粒很容易在稀释的冰醋酸中溶解浸出,尤

其是在其具有一定的溶解温度条件下,可得到较高的醋酸镧浸出收率。

当冰醋酸液酸度为 0.5 mol·L⁻¹时,在上述实验条件下,醋酸镧浸出率即达到 100%,冰醋酸液酸度升高,浸出收率呈现下降趋势,当冰醋酸液酸度为 2.5 mol·L⁻¹时,醋酸镧浸出率降低到 90%,这其中的原因可以做出如下解释。

实验中发现,醋酸溶解氧化镧反应中,醋酸液酸度为 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,氧化镧在醋酸溶液中溶解 0.5 h 后取样测定镧浓度 $70\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,氧化镧全部溶解,溶液十分清澈,此时再延时保温,溶液的体积会有所减小,镧浓度就会超过 $70\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,这时醋酸镧晶体颗粒就会快速从溶液中析出,可见 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 是晶体析出的临界点酸度。实验配制的醋酸溶液酸度小于 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,醋酸溶液中含水量越大,氧化镧在其中溶解后的镧浓度就远远小于 $70\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ($0.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时镧浓度只有 $23\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$),所以醋酸溶液酸度越低,溶解反应越快,并且实现氧化镧全部溶解,醋酸镧浸出率达到 100% 。反之,实验配制的醋酸溶液酸度大于 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,醋酸溶液中含水量减小,氧化镧原料还没投放完,镧浓度就达到 $70\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 饱和,把余下氧化镧投放完,已经溶解不了,所以醋酸镧浸出率下降,而且酸度越大,溶解效果越差。同时,考虑到醋酸镧溶液下一步还需进行浓缩,醋酸酸度也不应该太低,否则镧浓度太低,浓缩过程缓慢能耗大,因此确定冰醋酸液酸度的优化值为 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

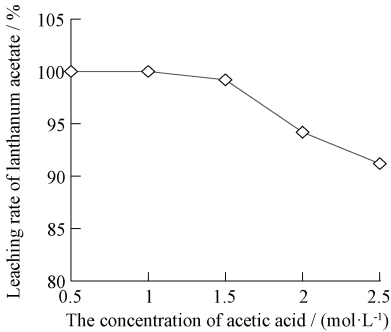


图 2 冰醋酸液酸度与醋酸镧浸出率的关系
Fig. 2 The relationship between the concentration of acetic acid and leaching rate of lanthanum acetate

2.2 氧化镧与冰醋酸固液比对醋酸镧浸出率的影响

实验条件为冰醋酸液酸度 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,溶解温度 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$,溶解时间 0.5 h 。图 3 为氧化镧与冰醋酸固液比对醋酸镧浸出率的影响。由图 3 可见,氧化镧与冰醋酸固液比的理论值为 0.8 ,此时的浸出收

率为 96% ,氧化镧与冰醋酸固液比值增大,醋酸镧浸出收率降低,氧化镧与冰醋酸固液比为 1.4 时,浸出收率仅为 85% ,表明氧化镧超过理论量不能太多,否则冰醋酸溶解不清澈。实验确定氧化镧与冰醋酸固液比的优化值为 0.8 。

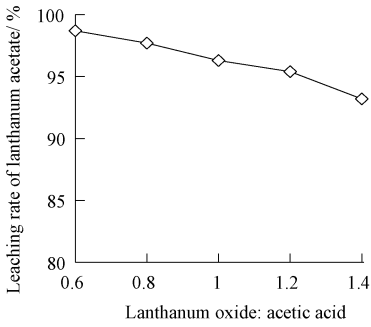


图 3 氧化镧与冰醋酸固液比与醋酸镧浸出率的关系
Fig. 3 The relationship between leaching rate of lanthanum acetate and solid-liquid ration of lanthanum oxide and glacial acetic acid

2.3 溶解温度对醋酸镧浸出率的影响

实验条件为冰醋酸液酸度 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,氧化镧与冰醋酸固液比 0.8 ,溶解时间 0.5 h 。图 4 为溶解温度对醋酸镧浸出率的影响。由图 4 可见,氧化镧在冰醋酸溶液中溶解,其溶解温度升高,冰醋酸水溶液的密度就减小,就越利于溶解反应的进行,在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,氧化镧与冰醋酸固液比为 0.8 时,醋酸镧浸出率就比较高 95% ,当温度逐渐升高后,醋酸镧浸出率缓慢提高,溶解温度达到 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,醋酸镧浸出收率随即达到 97% 。因为 $118.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 是醋酸的沸点,这个沸点是相对较低的,当溶解温度太高时,就会有一部分醋酸发生分解反应而蒸发汽化,这样是不利于醋酸镧浸出收率的提高^[5]。因此确定溶解温度的优化值为 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

2.4 溶解时间对醋酸镧浸出率的影响

实验条件为冰醋酸液酸度 $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,溶解温度 $65\text{ }^{\circ}\text{C}$,氧化镧与冰醋酸固液比 0.8 。图 5 为溶解时间对醋酸镧浸出率的影响。由图 5 可知,在优化后的冰醋酸液酸度、氧化镧与冰醋酸固液比、溶解

温度的条件下,冰醋酸溶液与氧化镧固体颗粒的溶解浸出反应是进行得很快的,溶解浸出 0.5 h,醋酸镧溶液基本溶解清澈,此时再延长溶解浸出时间,其不会发生太大的变化。然而溶解浸出时间过长,会导致部分冰醋酸发生分解挥发,这不利于醋酸镧溶解浸出收率的提高。因此确定溶解时间的优化值为 0.5 h。

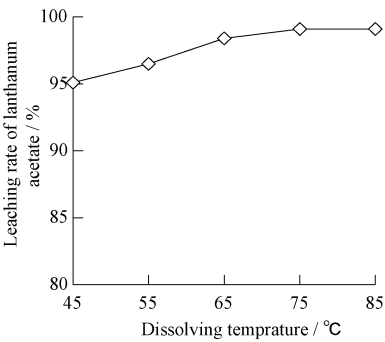


图 4 溶解温度与醋酸镧浸出率的关系

Fig. 4 The relationship between dissolving temperature and leaching rate of lanthanum acetate

由上述实验结果可见,在用氧化镧颗粒制备醋酸镧溶液工艺中,冰醋酸液酸度、氧化镧与冰醋酸固液比、溶解温度对醋酸镧浸出率产生了显著的影响,而溶解时间对醋酸镧浸出率影响不大。

2.5 常温下冰醋酸溶液快速浸出氧化镧工艺

实验中发现,氧化镧颗粒不仅可以于较高温度的冰醋酸溶液中溶解,即使没有热源,室温状态下仍然在冰醋酸溶液中有很好的溶解收率。取纯水

300 mL,向其中加入冰醋酸 30 mL,在室温(21 °C)搅拌条件下,一次性将 24 g 氧化镧加入到冰醋酸溶液中(氧化镧与冰醋酸固液比为 0.8),反应放出热量,体系温度在 3 min 内迅速从 21 °C 升高到 45 °C,醋酸镧浸出率 3 min 内迅速从 55% 升高到 85%,随后体系温度逐渐缓慢降低,醋酸镧浸出率缓慢升高,如图 6 所示。

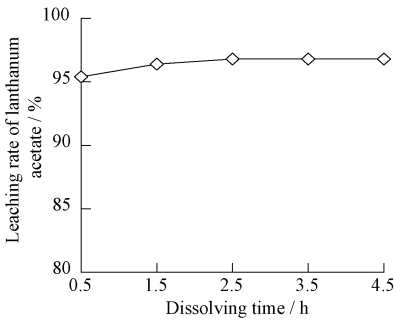


图 5 溶解时间与醋酸镧浸出率的关系

Fig. 5 The relationship between dissolving time and leaching rate of lanthanum acetate

反应进行 10 min 后,向体系中补充冰醋酸 5 mL,使得 pH = 3.5,10 min 内氧化镧的溶解收率达到 90%,30 min 氧化镧的溶解收率达到 95%,60 min 氧化镧的溶解收率达到 97%。这种方法的优点是在没有加热设备的前提下,可以大大提高工作效率,缩短室温反应所需要的反应时间,节约大量电能消耗,值得在大规模生产中推广应用。

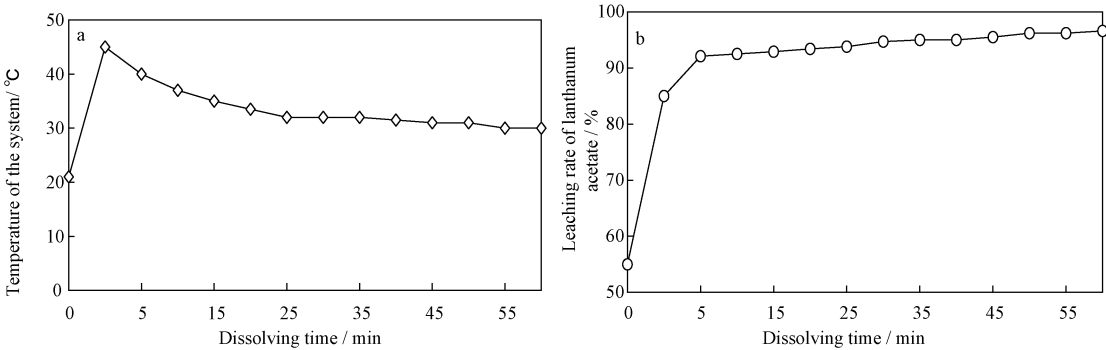


图 6 室温溶解时体系温度(a)及醋酸镧浸出收率(b)与溶解时间的关系

Fig. 6 The relationship among temperature of the system(a) and leaching rate(b) of lanthanum acetate and dissolving time when dissolved at room temperature

3 醋酸镧晶体的化学检测

以醋酸镧溶液进行浓缩以及结晶过程,得到醋酸镧晶体产品,其化学检测结果如表 2 和表 3。由表 2、表 3 可见,本实验制备了纯净的醋酸镧晶型产品,晶体产品的ΣREO 总量高、镧纯度高,非稀土杂质含量低,其化学检测指标完全达到国内外客户的

要求。

表 2 醋酸镧晶体产品的稀土元素杂质/%

Table 2 Rare earth element impurities in lanthanum acetate crystal products/%					
Number	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
001	0.0025	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010

表 3 醋酸镧晶体产品质量分析/%

Table 3 Analysis of product quality of lanthanum acetate crystal/%									
Number	Σ REO	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	SiO ₂	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Colour	Crystal form
001	44.70	0.00024	0.0022	0.0021	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like
002	46.90	0.00038	0.0033	0.0027	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like
003	46.61	0.00034	0.0030	0.0025	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like
004	48.39	0.00023	0.0025	0.0018	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like
005	47.39	0.00021	0.0022	0.0034	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like
006	45.91	0.00034	0.0026	0.0030	<0.0050	<0.010	<0.0050	White	Rod-like

4 醋酸镧晶体的物理检测

4.1 形貌检测

图 7 是醋酸镧晶体产品的 SEM 照片。醋酸镧晶体是由长方形片层晶体叠加而成的,总体呈现柱状结构,晶体比较均匀,直径在 150 μm~250 μm,整体流动性很好。

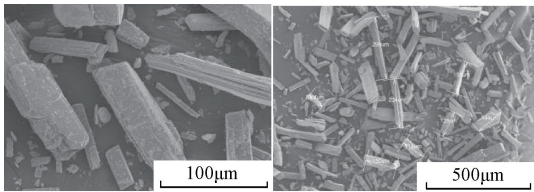


图 7 醋酸镧晶体产品的 SEM 照片

Fig. 7 SEM photos of lanthanum acetate crystal products

4.2 热重—差热检测

图 8 为醋酸镧热分解的差热-热重曲线,由该图中数据计算得到醋酸镧的热分解机理,结果见表 4。由表 4 可见,醋酸镧的热分解过程可描述为 4 个阶段进行:第 1 阶段脱去 1 个结晶水得到

La(CH₃COO)₃,第 2 阶段脱去碳、氢生成中间产物 La₂(CH₃)₂(C₂O₄)₃,第 3 阶段脱去碳、氢、氧生成中间产物 La₂O₂(CO₃),第 4 阶段脱去二氧化碳得到氧化镧。

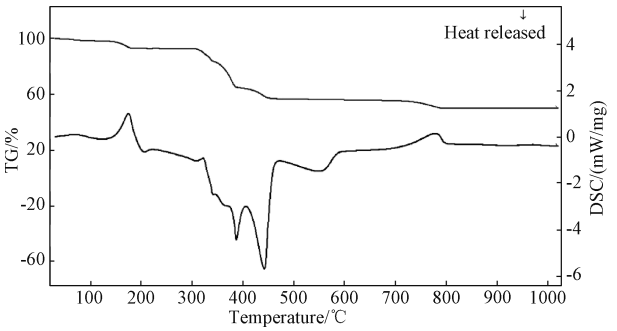
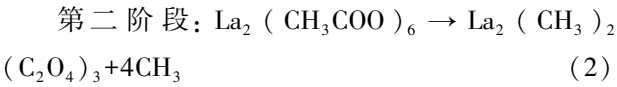
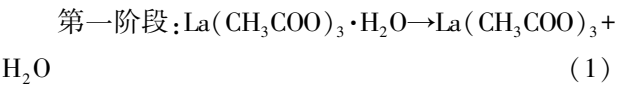


图 8 醋酸镧的热重-差热曲线

Fig. 8 Thermogravimetric-differential thermal curves of lanthanum acetate

反应过程如下:



第三阶段: $\text{La}_2(\text{CH}_3)_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \rightarrow \text{La}_2\text{O}_2(\text{CO}_3) + 7\text{CO} + 3\text{H}_2$ (3)

第四阶段: $\text{La}_2\text{O}_2(\text{CO}_3) \rightarrow \text{La}_2\text{O}_3 + \text{CO}_2$ (4)

在 4 个阶段中,理论失重率与实测失重率吻合

较好,表明推断热分解机理正确,由此确定本工艺合成的醋酸镧晶体的结构为 $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 这与以往的研究结果相一致^[13~15]。

表 4 醋酸镧的热分解机理

Table 4 Thermal decomposition mechanism of lanthanum acetate

Stage	Theoretical weight	Measured weight	Theoretical weight	Measured weight	Reaction	Reaction	Calorific
	loss rate/%	loss rate/%	residual rate/%	residual rate/%	temperature/℃	product	value/(J/g)
First stage	5. 39	5. 40	94. 61	94. 60	149. 7~192. 4	$\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3$	Endothermic 252
Secod stage	8. 98	9. 26	85. 63	85. 34	309. 4~396. 0	$\text{La}_2(\text{CH}_3)_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3$	Exothermic 3. 18
Third stage	30. 24	26. 97	55. 39	56. 59	417. 2~583. 5	$\text{La}_2\text{O}_2(\text{CO}_3)$	Exothermic 805
Forth stage	6. 59	6. 77	48. 8	49. 82	721. 2~794. 3	La_2O_3	Endothermic 148. 8

4. 3 X 射线衍射检测

图 9 为醋酸镧的 XRD 图谱,由图 9 可知,醋酸镧晶体的 XRD 衍射图谱,峰型尖锐,表明晶体特征显著,与图谱库中 48~1150 $\text{Ce}_2\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{14}$ 即 $\text{Ce}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的标准图谱比对,十分吻合,因镧和铈的性质本身就十分接近,所以可以认为,本实验所制备的醋酸镧晶体产品的结构为 $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

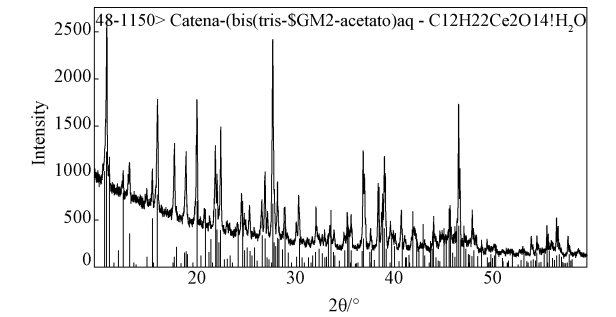


图 9 醋酸镧的 XRD 图谱

Fig. 9 XRD spectra of lanthanum acetate

4. 4 红外光谱检测

图 10 和图 11 为醋酸和醋酸镧的红外光谱图,表 5 为冰醋酸和醋酸镧的红外光谱对比表,由图 10、图 11 以及表 5 看到,冰醋酸与镧形成醋酸镧后,

其中的羟基伸缩振动消失,表明完全形成醋酸镧的盐类化合物。

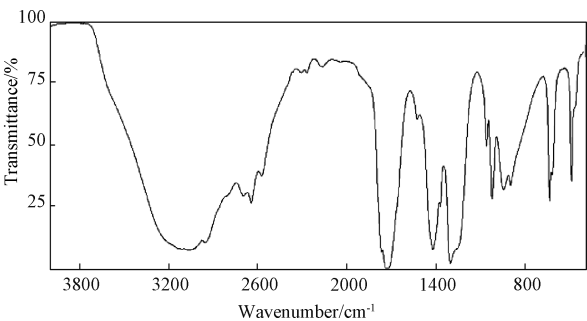


图 10 冰醋酸的红外光谱图

Fig. 10 Infrared spectra of acetic acid

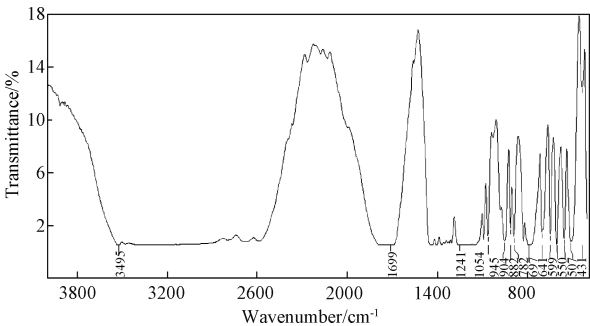


图 11 醋酸镧的红外光谱图

Fig. 11 Infrared spectra of lanthanum acetate

表 5 冰醋酸和醋酸镧的红外光谱对比/cm⁻¹

Table 5 Comparison between infrared spectra of acetic acid and lanthanum acetate/cm⁻¹

Group	CH ₃ -stretching	CH ₃ -variable	CH ₃ -rocking	—OH stretching	C = O stretching	C—O stretching
	vibration	angle vibration	vibration	vibration	vibration	vibration
Glacial acetic acid	2875	1460	1050	2503	1710	1075
Lanthanum acetate	3496	1241	1064	—	1699	1054
Process	Reserved	Reserved	Reserved	Disappeared	Reserved	Reserved

5 结论

1. 确定了由氧化镧制备醋酸镧溶液的优化工艺为醋酸浓度 1.5 mol·L⁻¹,氧化镧与冰醋酸固液比 0.8,反应温度 65 ℃,保温时间 0.5 h。在此条件下制备的醋酸镧晶体结构为 La(CH₃COO)₃·H₂O。
2. 本实验流程简洁,反应速度快用时少,能源和材料消耗低。
3. 晶体产品质量好收率高,少量母液可以回用,对环境没有污染,适合扩大规模生产。

参考文献:

[1] 钱逸泰. 结晶化学导论-2 版[M]. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 1999. 146.

Qian Y T. Introduction to Crystallization Chemistry-2 Version [M]. Hefei: University of Science and Technology of China Press, 1999. 146.

[2] 刘光华. 稀土固体材料学[M]. 北京: 机械工业出版社, 1997. 54.

Liu G H. Rare Earth Solid Materials Science [M]. Beijing: Machinery Industry Press, 1997. 54.

[3] 顾庆超. 新编化学用表[M]. 南京: 江苏教育出版社, 1998. 424.

Gu Q C. Newly Organized Chemistry Table [M]. Nanjing: Jiangsu Education Press, 1998. 424.

[4] 周业波, 金少举, 蔡嫣, 滕旭, 唐朝枢, 齐永芬. 醋酸镧 [La(Ac)₃]对血管钙化大鼠的保护作用及机制[J]. 中国动脉硬化杂志, 2007, 15(7): 533-534.

Zhou Y B, Jin S J, Cai Y, Teng X, Tang C S, Qi Y F. Protective effect of lanthanum acetate on vascular calcifi-

cation in rats and its mechanism[J]. Chinese Journal of Arteriosclerosis, 2007, 15(7): 533.

[5] 许永翔, 冒郭琴. 醋酸镧或其水合物治疗血磷酸盐过多症的用途[P]. 中国: CN 103120654A, 2013-05-29.

Xu Y X, Mao G Q. The use of lanthanum acetate or its hydrate in the treatment of hyperphosphatemia [P]. China: CN 103120654A. 2013-05-29.

[6] 许永翔, 冒郭琴. 含有醋酸镧的药物组合物及其制备方法和用途[P]. 中国: CN 103127041A, 2013-06-05.

Xu Y X, Mao G Q. Pharmaceutical composition containing lanthanum acetate and its preparation and use [P]. China: CN 103127041A. 2013-06-05.

[7] 胡冰, 施剑林, 陈航榕. 镧系金属掺杂 MCM-41 分子筛的合成与表征[J]. 无机材料学报, 2004, 19(2): 329-334.

Hu B, Shi J L, Chen H R. Synthesis and characterization of lanthanide-containing MCM-41 molecular sieves [J]. Journal of Inorganic Materials, 2004, 19(2): 329-334.

[8] 赵延良, 李茂民, 丛健, 宋伟明, 邓启刚. 微波散射 MCM-41 介孔分子筛担载醋酸镧的制备及表征[J]. 齐齐哈尔大学学报, 2012, 28(2): 1-4.

Zhao Y L, Li M M, Cong J, Song W M, Deng Q G. The synthesis and characterization of lanthanum acetic acid salts modified MCM-41 mesoporous molecular sieve [J]. Journal of Qiqihar University 2012, 28(2): 1-4.

[9] 桑晓云, 赵治华, 张文斌. 制备醋酸镧的清洁生产循环工艺研究[J]. 稀土, 2009, 1(30): 90-92.

Sang X Y, Zhao Z H, Zhang W B. Clean production of lanthanum acetate [J]. Chinese Rare Earths, 2009, 1(30): 90-92.

[10] 乔军, 马莹, 郭咏梅, 胡艳宏, 郝先库, 常叔, 周宏斌,

李钧. 醋酸铈及醋酸稀土的研制工艺[J].中国稀土学报,2002,(20)专辑:143-148.

Qiao J, Ma Y, Guo Y M, Hu Y H, Hao X K, Chang S, Zhou H B, Li J. Synthetic process of cerium acetate and rare earth acetate [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths, 2002, (20) Album: 143-148.

[11] 周武风,游奇峰,李常清,张五国,詹海波.醋酸镧的制备方法与系统 [P]. 中国:CN 104341288 A.2015-02-11.

Zhou W F, You Q F, Li C Q, Zhang W G, Zhan H B. Preparation method and system of lanthanum acetate [P]. China:CN 104341288 A.2015-02-11.

[12] 周武风,游奇峰,李常清,张五国,詹海波.一种醋酸镧的制备系统 [P]. 中国:CN 2014161633 U. 2015-02-18.

Zhou W F, You Q F, Li C Q, Zhang W G, Zhan H B. A preparation system of lanthanum acetate [P]. China: CN 2014161633 U. 2015-02-18.

[13] 吴淑荣,熊为森,汤宏才.一个半水合和五水合醋酸镧的脱水过程及脱水焓测定 [J].高等学校化学学报,1988,1(9):94-96.

Wu S R, Xiong W S, Tang H C. Determination of dehydration processes and their enthalpy changes for $\text{LaAc}_{3.1.5}\text{H}_2\text{O}$ and $\text{LaAc}_{3.5}\text{H}_2\text{O}$ [J]. Chemical Journal of Chinese Universities, 1988, 1(9):94-96.

[14] 吴淑荣,熊为森,巩建骊,何艳莉.一水合醋酸镧的合成及其脱水热焓测定[J].科学通报,1985,(21):1635-1637.

Wu S R, Xiong W S, Gong J L, He Y L. The synthesis and determination of dehydration processes for $\text{LaAc}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [J]. Chinese Science Bulletin, 1985, (21):1635-1637.

[15] Weast R C. CRC Handbook of Chemistry and Physics 58th edition[M]. Boca Raton: CRC Press, 1977-1978.

Preparation and Characterization of Lanthanum Acetate Crystal

QIAO Jun^{1,2}, HOU Rui-en^{1,2}, WANG Zhe^{1,2}, CIU Jian-guo^{1,2*}, GAO Ting^{1,2},
TIAN Hao^{1,2}, XU Meng^{1,2}, ZHANG Yang^{1,2}, CHEN Yu-fu^{1,2}

(1.State Key Laboratory of Baiyunobo Rare Earth Resource Researches and Comprehensive Utilization, Baotou Research Institute of Rare Earths, Baotou 014030, China;
2.National Engineering Research Centre of Rare Earth Metallurgy and Function Materials, Baotou 014030, China)

Abstract:The preparation process of lanthanum acetate by dissolving lanthanum oxide in glacial acetic acid was studied. The effects of the concentration of acetic acid, the solid-liquid ratio of lanthanum oxide and glacial acetic acid, the dissolving temperature, the dissolving time on the leaching rate of lanthanum acetate was analyzed, the process of leaching by dissolving lanthanum oxide in glacial acetic at room temperature was discussed. It was found that the optimum conditions to the leaching rate of lanthanum acetate were as follows: the concentration of acetic acid was $1.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, the solid-liquid ratio of lanthanum oxide and glacial acetic acid was 0.8, the dissolving time was 0.5 hours, the dissolving temperature was $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, and under this condition, the lanthanum acetate crystal $\text{La}(\text{CH}_3\text{COO})_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ was prepared, and rare earth content, impurity content, morphology and structure, and thermal degradation mechanism of lanthanum acetate crystal were characterized.

Key words:rare earth; lanthanum acetate; preparation