

*Химия*

УДК 543.420.62+546.883

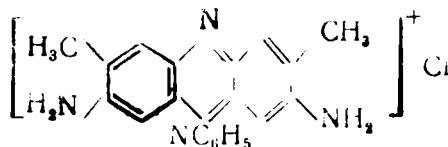
С. Р. БАРХУДАРЯН, А. М. МАДАТОВЯН

**ЭКСТРАКЦИОННО-АБСОРБЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ  
 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТАНТАЛА САФРАНИНОМ Т**

Изучена возможность определения тантала (V) с основным красителем сафранином Т. Образующийся ионный ассоциат экстрагируется бутилацетатом. Установлены оптимальные условия экстракции: кислотность водной фазы, концентрация фторида и красителя, время экстракции, границы определения, избирательность экстракции, состав ионного ассоциата. Метод применен для определения тантала в ниобии вакуумной плавки.

Для экстракционно-абсорбциометрического определения тантала широко используются основные красители трифенилметанового, ксантенового и тиазинового ряда [1—5]. Однако для определения тантала в ниобии без их предварительного отделения применен только краситель янус синий [5].

Настоящая работа посвящена исследованию возможности определения микрограммовых количеств тантала (V) применением диазинового красителя сафранина Т (СТ):



**Экспериментальная часть.** Стандартный раствор тантала (V) готовили из х. ч. Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> плавлением с пиросульфатом калия и последующим выщелачиванием 2% раствором оксалата аммония. Концентрацию раствора устанавливали гравиметрически, осаждением тантала танином [6]. Фторидный комплекс получали добавлением к раствору тантала (V) 10% раствора фторида калия. Кислотность водной фазы устанавливали добавлением разбавленной серной кислоты. Раствор красителя готовили растворением навески препарата («инд.») в воде. Оптическую плотность экстрактов измеряли на спектрофотометре СФ-4А, а рН водной фазы—на потенциометре ЛПУ-01 стеклянным электродом.

В качестве экстрагентов испытаны различные органические растворители. Для извлечения ионного ассоциата фторотанталата с СТ наиболее эффективным оказался бутилацетат. Максимумы поглощения водного раствора красителя и экстрактов ионного ассоциата наблюдаются при длине волны  $\lambda = 450-465$  нм и  $\lambda = 520-525$  нм соответственно (рис. 1). Тантал (V) практически полностью извлекается из рН 0,5—2 н раствора серной кислоты (рис. 2) в присутствии  $2,85 \cdot 10^{-4}$ — $5,7 \cdot 10^{-4}$ М красителя и 0,1М раствора фторида калия. Экстракционное

равновесие достигается за минуту. Окраска ионного ассоциата устойчива в течение часа. Интервал определения тантала лежит в пределах 0,4—4,8 мкг/мл. Среднее значение кажущегося молярного коэффициента светопоглощения, рассчитанное по данным калибровочного графика, равно  $\bar{\epsilon}_{\lambda=525} = 3,02 \cdot 10^4$ .

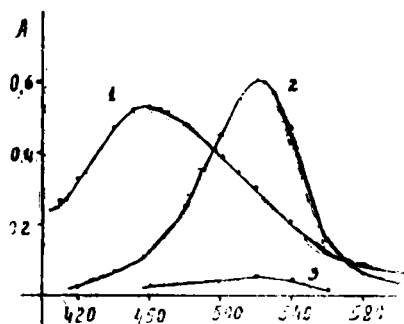


Рис. 1. Кривые светопоглощения: 1—водного р-ра СТ,  $[CT] = 1,94 \cdot 10^{-5} M$ ; 2—бутилацетатного экстракта ионного ассоциата фторотантала с СТ: 2 и  $H_2SO_4$ ,  $[CT] = 5,5 \cdot 10^{-4} M$ ,  $[Ta(V)] = 1,11 \cdot 10^{-5} M$ ; 3—бутилацетатного экстракта «холодного» опыта.

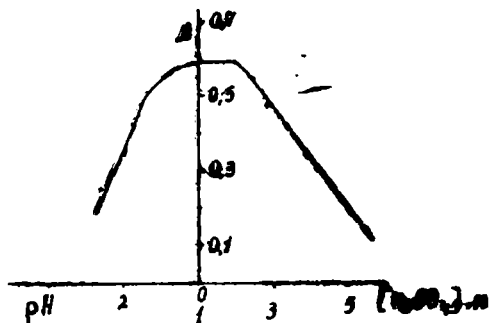


Рис. 2. Зависимость оптической плотности экстрактов соединения фторотантала с СТ от кислотности водной фазы:  $[Ta(V)] = 1,11 \cdot 10^{-5} M$ ,  $\lambda = 525$  нм,  $b = 1$  см.

Рассчитанная по 3s-критерию нижняя граница концентрации определяемого соединения ( $C_{min0.95}$ ) равна 0,2 мкг Ta/мл. Определению 20 мкг тантала не мешают 220-кратные количества железа, 20-кратные количества ниобия и 2-кратные количества молибдена.

Отношение фторотантала-аниона к катиону красителя в ионном ассоциате было установлено методом прямой линии Асмуса и сдвига равновесия (рис. 3). Результаты подтверждают, что молярное отношение тантала (V) к катиону красителя в экстрагируемом ионном ассоциате равно 1:1. Состав ионного ассоциата можно представить так:  $[CT]^+ [TaF_6]^-$ .

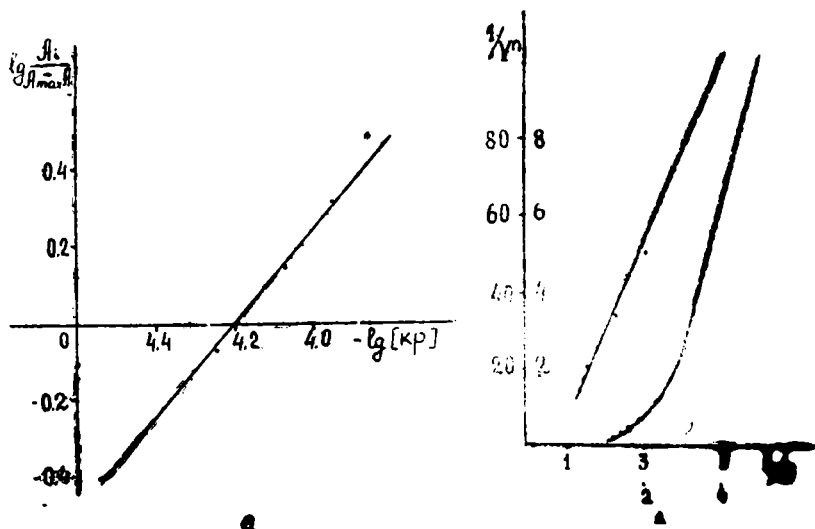


Рис. 3. Определение молярного отношения фторотантала аниона к катиону красителя: а—методом сдвига равновесия; б—методом прямой линии Асмуса.  $[Ta(v)] = 1,11 \cdot 10^{-5} M$ ;  $\lambda = 525$  нм,  $b = 1$  см.

На основании полученных данных разработан экстракционно-адсорбциометрический метод определения тантала в ниобии вакуумной плавки.

**Ход определения.** Навеску (0,1 г) ниобиевой пластинки помещают платиновую чашку, добавляют 5 мл конц.  $\text{HF}$ , постепенно добавляют 1—3 капли конц.  $\text{HNO}_3$ . После полного разложения выпаривают до влажного состояния, приливают 5 мл 2% раствора оксалата аммония и повторяют выпаривание до влажного состояния. Затем приливают 2% раствор оксалата аммония и фильтрованием переносят в 50 мл мерную колбу, доливают до метки оксалатом аммония той же концентрации. К аликвотной части раствора (5 мл) в делительной воронке добавляют 3,5 мл 4,5 н раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1 мл 10% раствора фторида калия, 1,5 мл 0,1% раствора СТ, 10 мл бутилацетата, встряхивают 1 мин., после разделения фаз измеряют оптическую плотность экстракта на СФ-4А при длине волны  $\lambda = 525 \text{ нм}$ ,  $b = 1 \text{ см}$ . Содержание тантала находят по градуировочному графику. Результаты приведены в таблице.

Разработанный нами метод быстрый, не требует предварительного отделения тантала от ниобия.

Правильность результатов анализа:  
 $n = 6$ ;  $r = 0,95$

Тантал, %		$S_r$	$\bar{C} \pm \delta, \%$
взято	найдено, $\bar{C}$		
0,10	0,121	0,155	$0,121 \pm 0,0197$

Кафедра неорганической химии

Поступила 13.02.1987

#### ЛИТЕРАТУРА

- Макирова С. В., Алимарин И. П. Экстракция фторотантала с основными красителями. П. Сравнительное изучение некоторых основных трифенилметановых красителей как реагентов для экстракционно-фотометрического определения тантала.—Ж. анал. химии, 1964, т. 19, № 5, с. 564.
- Павлова Н. Н., Блюм И. А. Экстракционно-фотометрическое определение тантала с бутилпроламином Б и родамином БЖ.—Заводская лаборатория, 1962, т. 28, № 11, с. 1305.
- Kirkbright G. F., Mayhew M. D., West T. S. Спектрофотометрическое определение микрограммовых количеств тантала с красителем виктория голубым.—Analyt. Chem., 1968, т. 40, № 52, с. 2210; РЖ Химии, 1969, 8Г97.
- Тараян В. М., Овсепян Е. Н., Бархударян С. Р. Экстракция фторотантала-аниона основными красителями.—Ж. анал. химии, 1972, т. 37, № 1, с. 19
- Экстракционно-фотометрическое определение тантала в металлическом ниобии.—Хим. аналит. контроль—средство повыш. качества продукции. М.: 1984, с. 93.
- Анализ минерального сырья. Л.: 1959, с. 665.

## Ա մ փ ո փ ու մ

Հետազոտված է տանտալի (V) փոխազդեցությունը դիազինային շարքի ներկանյութ՝ սաֆրանին T-ի հետ:

Առաջացող իոնական ասոցիատը լուծահանվում է բութիլացետատով:

Հաստատված են լուծահանման օպտիմալ պայմանները՝ միջավայրի թթվությունը, ներկանյութի կոնցենտրացիան, լուսակլանման հիմնական օրենքին ենթարկվելու սահմանները, լուծահանման ընտրողականությունը, իոնական ասոցիատի բաղադրությունը: Մեթոդը կիրառված է վակուումային ձուլման նիոբիումային թիթեղում տանտալը որոշելու համար:

## Summary

The reaction of tantalum (V) with safranin T, a dye of diasine series, has been studied. The obtained ionic associate has been extracted by butylacetate. The optimal conditions for the extraction have been established.

The method has been applied to determine tantalum in niobium-metallic plate.