

三异辛胺萃取分离苯芴酮CTAB测定微量钽

地质部宜昌地质矿产研究所 陈志澄 马自成

本文在文献〔1〕的基础上,在0.4N氢氟酸和3N硝酸介质中,用三异辛胺(TIOA)-苯萃取钽,使铈、镨、钆、铈、钪、钽、锡、钼等十三个元素不被萃取。钽可用1%酒石酸钠(pH8—9)溶液从有机相中反萃取出来。

苯芴酮-十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)-酒石酸和钽形成多元络合物,此络合物 $\epsilon = 1.38 \times 10^5$,方法灵敏度可达0.025微克/毫升。

实验部分

(一) 主要试剂

4% TIOA 萃取溶液; 4 毫升 TIOA 用苯稀释

至100毫升。

0.4N氢氟酸-1.3N硝酸混合液; 1.6毫升氢氟酸和8.3毫升硝酸混合稀释至100毫升。

0.05%苯芴酮; 50毫克经提纯的苯芴酮,加入1毫升浓盐酸,用无水乙醇溶解并稀释至100毫升。

1%CTAB; 水溶液。

钽标准溶液; 焦硫酸钾熔融高纯五氧化二钽,5%酒石酸提取,配成1毫升含100微克五氧化二钽。分取部分钽标准溶液用5%酒石酸稀释至1毫升含2.5微克五氧化钽。

(二) 基本操作

取2.5微克 Ta_2O_5 标准溶液,加6%酒石酸溶液

使体积为2毫升,加入6N盐酸0.5毫升、10%抗坏血酸0.5毫升、0.1M EDTA0.5毫升、1%聚乙烯醇分散剂1毫升、1%CTAB1毫升和准确加入0.05%苯酚酮0.5毫升(每加入一种试剂摇匀),以水稀释至10毫升体积。72型分光光度计,1厘米液池,以试剂空白作参比,在515nm波长测吸光度。

(三) 条件试验

我们试验了CTAB、CPC、TPB和CPB等表面活性剂,结果是1%CTAB水溶液为佳,可提高6.5倍;用量1毫升为宜。其它试剂的用量:在0.2~0.4N的盐酸介质中,0.05%苯酚酮0.5毫升,6%酒石酸2.0毫、1%聚乙烯醇水溶液1毫升。络合物可稳定1.5小时。在10毫升体积中0—5微克符合比耳定律。

(四) TIOA-苯萃取分离干扰元素:

取各种干扰元素及 Ta_2O_5 标准溶液于小烧杯中,蒸至小体积(1毫升左右),加0.4N HF~1.3N HNO_3 混合酸5毫升,稍微加热使溶解,移入分液漏斗,用混合酸洗净小烧杯,使最后体积为10毫升,加入10毫升4%TIOA-苯萃取2分钟,弃去水相,有机相同7毫升1.3N HNO_3 摇动五次弃去水相,有机相用7毫升1%酒石酸钠(pH=8-9)反萃取2次,每次2分钟,合并反萃取液,低温蒸发至小体积(1毫升左右),移入10毫升比色管中,以少量水洗净烧杯,加6N盐酸0.50毫升,以下按(二)基本操作进行。

常见的钾、钠2毫克,铁(III)7毫克,铝(III)、镁(II)、钙(II)3毫克,钍(IV)1毫克,锰(II)、钼(VI)、锡、钨(VI)、锗(IV)100微克,铈(V)250微克,铟40微克,铈,稀土5微克(以上干扰均未作上限),经萃取分离后不干扰测定。按此分离手续进行钽的回收,测得回收率为88~107%。

样品分析

称取矿样30毫克于铂坩锅中,加1毫升硝酸,1毫升氟氢酸,蒸干,重复处理使试样分解完全后,蒸干,冷却,加入0.4N氢氟酸—1.3N硝酸混合酸5毫升,稍微加热溶解残渣,移入分液漏斗中,以混合酸分次洗净铂坩,以下手续按(三)中TIOA-苯萃取分离法进行。

矿样分析结果对照

样号	1	2	3	4
其它方法 $Ta_2O_5\%$	0.0001	0.011	0.0042	0.0018
本法 $Ta_2O_5\%$	0.00006 [*]	0.009	0.0036	0.0016

* 称取0.1克样

主要参考文献

- [1] Marchant, H., Hecht, F. *Mikrochim. Acta*, 6, 1152, 1962.

Spectrophotometric Determination of Trace Tantalum with Phenylfluorone-tartaric-CTAB following the solvent extraction of Ta as Tri-iso-octylamine in benzene

Chen Zhi-cheng Ma Zi-cheng

Trace tantalum can be quantitatively extracted into benzene with tri-iso-octylamine (TIOA) from aqueous solution of 0.4N HF-1.3 N HNO_3 . The optimum conditions for Ta-phenylfluorone-tartaric-CTAB complex formation have been studied. The lower determination limit is approximately 0.025 ppm of Ta. $\epsilon = 1.38 \cdot 10^5$. The calibration curve for Ta is linear within a range of 0—5 $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$.