

**Politechnika Śląska**  
Wydział Chemiczny  
Katedra Chemii Nieorganicznej, Analitycznej i Elektrochemii

**mgr inż. Magdalena Turkowska**

**Badania nad metodami rozdzielania niobu i tantalu  
oraz opracowaniem metod oznaczania tantalu  
w związkach niobu**

Rozprawa doktorska wykonana pod kierunkiem:  
**dr hab. inż. Agata Jakóbiak-Kolon, Prof. Pol. Śl.**

**dr hab. inż. Marek Smolik, Prof. Pol. Śl.**

**Gliwice 2023**

## Streszczenie

Przedstawiono wyniki badań będące efektem poszukiwania optymalnych warunków oznaczania tantalu w niobie i jego związkach metodą optycznej spektrometrii emisyjnej ICP-OES. Opracowano procedurę pozwalającą na przeprowadzenie różnego typu próbek niobowych w jednakową postać poddawaną analizie, w roztworach nie-fluorkowych, bez wcześniejszego wydzielenia Ta(V) z matrycy Nb(V). Metoda obejmuje rozтворzenie próbki w mieszaninie stężonych kwasów mineralnych, na ogół z dodatkiem HF, wytrącenie z otrzymanego roztworu słabo rozpuszczalnych kwasów niobowych (tantalowych) i przekształcenie ich w rozpuszczalne kompleksy. Zastosowanie roztworów szczawianowych kompleksów Nb(V) i Ta(V) zawierających kontrolowany dodatek H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oraz kwarcowych elementów w spektrometrze ICP-OES zapewnia lepszy transport próbki oraz lepsze wzbudzenie tantalu (w porównaniu do roztworów fluorkowych), a także większą czułość metody, niezbędną do oznaczenia jego niskich zawartości w niobie i związkach niobu (10<sup>-3</sup>% Ta), ze stosunkowo dobrą precyzją i dokładnością. Zaletą metody jest możliwość korzystania z ujednoliconego zestawu wzorców matrycowych dla wszystkich rodzajów analizowanych próbek niobowych. Wykorzystywane do tego celu roztwory oczyszczonego niobu, otrzymywano równolegle, w trakcie badań nad efektywnością istniejących, jak również nowych metod separacji obu pierwiastków, szczególnie w układach zawierających wysoki początkowy stosunek zawartości niobu do tantalu ( $m^0_{Nb} : m^0_{Ta} > 10\ 000$ ). Opracowana w tym celu procedura klasycznej ekstrakcji fluorkowych kompleksów Nb(V) i Ta(V) ketonem MIBK oraz re-ekstrakcji Ta(V) 4% (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> okazała się być skuteczna w ich rozdzielaniu w szerokim zakresie początkowych stężeń ( $10 < m^0_{Nb} : m^0_{Ta} \leq 1\ 000\ 000$ ), pod warunkiem ścisłego kontrolowania stężenia HF w układzie. W optymalnych warunkach kwasowości metoda umożliwia uzyskanie bardzo wysokich odzysków Ta(V) do fazy szczawianowej, o małym rozrzucie wokół wartości średniej (RSD  $\leq 5\%$ , z wyjątkiem  $m^0_{Nb} : m^0_{Ta} = 1000\ 000 : 1$ ) i praktycznie niezależnych od wielkości stosunku ilości niobu do tantalu. Ustalona efektywność ekstrakcji Ta(V) pozwala zalecić tę procedurę do jego wstępnego zateżenia przed oznaczeniem w niobie oraz jego związkach na poziomie  $10^{-4} \div 10^{-3}\%$  Ta (w stosunku do Nb). Rozwiązaniem problemów wynikających natomiast z generowania dużych ilości odpadów powstających w trakcie ekstrakcji jest zastosowanie inkludowanych materiałów sorpcyjnych. Wykorzystując metodę chromatografii ekstrakcyjnej z użyciem węgla aktywnych impregnowanych MIBK zaproponowano nowy, bardzo wydajny układ do rozdzielania śladowych ilości Ta(V) od Nb(V). Zastosowany sorbent jest tani, łatwy do przygotowania i selektywny w stosunku do tantalu w układach zawierających kompleksy fluorkowe Nb(V) i Ta(V). Badania przeprowadzone w warunkach dynamicznych potwierdziły możliwość otrzymania tą metodą roztworów niobu o bardzo wysokiej czystości (0,027 ppm Ta w stosunku do Nb) z dobrą wydajnością niobu 88%, z roztworów o stosunku wagowym  $m^0_{Nb} : m^0_{Ta} = 1000 : 1$ , a osiągnięty w jednym kroku współczynnik oczyszczania wyniósł 35000, co czyni opracowaną metodę odpowiednią do celów głębokiego oczyszczania związków niobu i wytwarzania wzorców niobu o bardzo niskiej zawartości tantalu.