

Nguyễn Trọng Uyển

ÁCH VÀ XÁC ĐỊNH NIOBI, ANTAN TRONG QUẶNG ĐẤT HIẾM

Theo kết quả phân tích quang phổ phát xạ thì hàm lượng niobi và tantari trong quặng đất hiếm không lớn [1]. Quặng đất hiếm Nậm xe sau khi được phân hủy bằng các axit vô cơ như axit sunfuric, axit clohydric hay hỗn hợp nước cường thủy, các nguyên tố đất hiếm được chuyển vào dung dịch. Phân tích quang phổ cho thấy niobi, tantan đều nằm lại trong bã quặng đất hiếm. Để chuyển hóa hoàn toàn niobi, tantan từ bã quặng đất hiếm vào dung dịch chúng tôi đề nghị sử dụng hỗn hợp axit flohydric và axit sunfuric.

I. PHƯƠNG PHÁP PHÂN HỦY BÃ QUẶNG ĐẤT HIẾM BẰNG HỖN HỢP AXIT FLOHYDRIC VÀ AXIT SUNFURIC

Để xác định điều kiện tối ưu cho phương pháp phân hủy bã quặng bằng hỗn hợp axit flohydric và axit sunfuric chúng tôi đã khảo sát thời gian phân hủy và lượng axit tiêu tốn.

Lấy bốn mẫu bã quặng, mỗi mẫu chính xác 15g trên cân phân tích, cho từng mẫu bã quặng vào chén platin đun trên bếp điện vừa nhỏ dần hỗn hợp HF và H₂SO₄. Tỷ lệ HF : H₂SO₄ = 5 : 1.

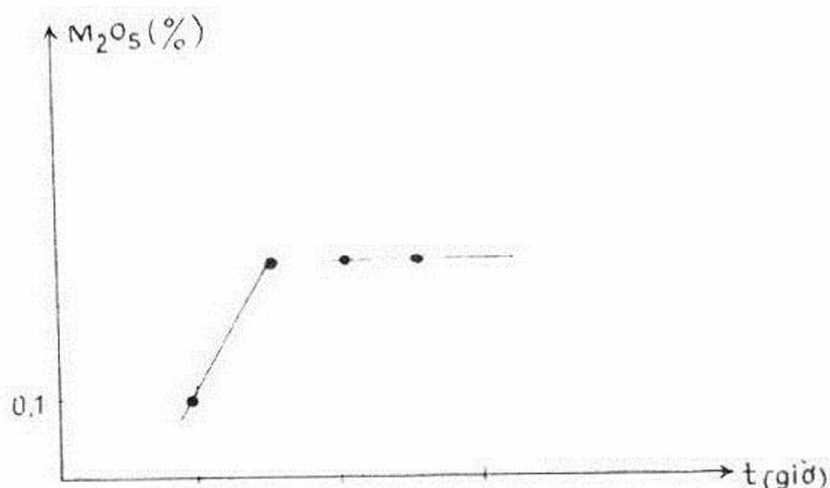
Bã quặng tan khá nhiều, niobi và tantan nằm ở dạng phức chất florua niobat và florua tantalat còn lại là florua canxi và cặn không tan. Thời gian đun và lượng hỗn hợp HF - H₂SO₄ tiêu tốn cho các mẫu bã quặng khác nhau.

Lượng bã rắn thu được sau khi đun nóng ngâm chiết trong 50 ml axit oxalic bão hòa trong giờ lọc lấy dung dịch có chứa niobi và tantan. Tiến hành thu tổng oxyt niobi và tantan bằng cách kết tủa tanin 5% (pH = 4,5). Kết tủa hồng vàng đỏ da cam là màu đặc trưng tanat niobi và tantan. Lọc rửa kết tủa bằng dung dịch (NH₄)₂C₂O₄ 5%. Sấy khô kết tủa, tro hóa và nung ở nhiệt độ 900°C trong 2 giờ. Đem cân lượng tổng oxyt niobi và tantan thu được từ mỗi mẫu. Kết quả được ghi trên bảng 1.

Nhìn vào hình 1 ta thấy rằng thời gian đun nóng bã quặng tối thiểu là 15 giờ, lượng axit cần tiêu tốn là 100 ml (15g bã quặng) lượng niobi tantan từ bã quặng vào dung dịch đạt giá trị cực đại.

Bảng 1

Mẫu	Số gam bã quặng (g)	Thời gian đun (giờ)	Lượng HF và H ₂ SO ₄ (ml)	Lượng cặn không tan (g)	H ₂ O ₅ (g)	Hàm lượng M ₂ O ₅ (%)
1	15	10	70	9,2	0,012	0,1
2	15	15	100	6,1	0,051	0,3
3	15	20	150	6,0	0,051	0,3
4	15	25	200	6,1	0,052	0,3



Hình 1. Sự phụ thuộc lượng tổng oxyt niobi và tantan thu được vào thời gian phân hủy bã quặng

II. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NIOBI, TANTAN TRONG TỔNG OXYT THU ĐƯỢC

1. Xác định niobi

Một trong các phương pháp nhạy xác định niobi là phương pháp đo màu của phức thioxyanua niobi [2], phức bền trong môi trường nước axeton cho màu vàng ổn định trong 2 giờ tantan trong trường hợp này tạo phức không màu với SCN⁻. Chuyển tổng oxyt niobi tantan vào dung dịch bằng cách nung chảy với K₂S₂C₇ rồi hòa tan trong dung dịch axit tactric 20%.

Cho vào bình định mức 50 ml các dung dịch sau:

- 10 ml dung dịch nghiên cứu (pha ở trên).
- 10 ml HCl đặc, 1ml SnCl₂ 2N, 10ml axeton.
- 10 ml K SCN 3M rồi pha đến vạch mức.

Để yên trong 15 phút (để nhiệt độ bình bằng nhiệt độ phòng), đo mật độ quang ở bước sóng $\lambda = 420nm$.

Lấy mật độ quang trung bình trên 3 mẫu dựa vào đường chuẩn xác định thành phần phần trăm Nb₂O₅ trong tổng oxyt niobi tantan thu được là 40%.

2. Xác định tantan

Theo các tài liệu đã biết phương pháp chiết tách quang phức florua tantalat với metyl tím xác định tantan khi có mặt một lượng lớn niobi [3]. Chính vì thế có thể áp dụng phương pháp để xác định tantan trong tổng oxyt niobi tantan thu được ở đây.

Cho vào bình định mức (50ml) đã tráng parafin các dung dịch sau: 15 ml HF 1N, 5 ml metyl tím 0,2M trong HF 0,02N và 10 ml dung dịch pha ở trên; thêm nước cất đến vạch mức (chiết bằng 10 ml benzen lắc nhẹ trong 5 phút). Đo mật độ quang trên FEK 581 ở bước sóng $\lambda = 590nm$

Kết quả của giá trị mật độ quang trung bình được đối chiếu với đường chuẩn, tính được phần trăm của Ta_2O_5 trong tổng oxyt thu được là 56%.

KẾT LUẬN

Bằng hỗn hợp axit HF và H_2SO_4 (5:1) tiến hành phân hủy bã quặng đất hiếm, chuyển được hoàn toàn Nb và TA vào dung dịch. Tổng oxyt niobi tantan thu được có độ sạch 96%. Bằng phương pháp trắc quang và chiết tách quang xác định hàm lượng Nb_2O_5 trong tổng oxyt chiếm 0%, hàm lượng Ta_2O_5 trong tổng oxyt chiếm 56%.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Trọng Uyển. Tóm tắt báo cáo "hội thảo khoa học kỹ thuật đất hiếm" lần thứ 1, Hà Nội 1984.
2. А. И. Бусева, В. Г. Типцова, В. М. Иванов, Практическое руководство по аналитической химии редких элементов. Изд-во "Химии" М., 1966, стр. 202
3. С. В. Елинсон, Спектрофотометрия ниобия и тантала. "Атомиздат." М., 1973, стр. 203

Nguyễn Trọng Uyển

SEPARATION AND DETERMINATION OF NIOBIUM AND TANTALUM IN THE RARE EARTH'S MINERALS

Using mixture of acids HF and H_2SO_4 with ratio 5:1 we have been dissolved the dregs of rare earth's minerals. All niobium and tantalum were turned over to solution.

The obtaining total oxides of niobium tantalum had got a purity 96%.

A capacity of Nb_2O_5 and Ta_2O_5 in the total oxides have been determined by spectrophotometric and extraction methods.

Hóa Học - ĐHTH Hà Nội