

Abstrakt

Práce se věnuje vývoji elektroforetických metod stanovení tantalu v recyklátech chladicích kapalin používaných ve výrobě tantalových kondenzátorů, a zároveň separace tantalu od chemicky podobného niobu. Při vývoji metod bylo využito tvorby záporně nabitých komplexů tantalu a niobu s řadou ligandů přidávaných do separačního elektrolytu, zejména vinné a citronové kyseliny a 4-(2-pyridylazo)resorcinolu. Separace byly prováděny v křemenné kapiláře o vnitřním průměru 50 μm a efektivní délce 36,5 cm, na kapiláru bylo vkládáno záporné separační napětí -25 kV. Při použití separačního elektrolytu obsahujícího vinnou a citronovou kyselinu o koncentraci $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ při hodnotě $\text{pH} = 2$ bylo dosaženo separace niobu a tantalu během méně než 3 min; absorpční spektrometrická detekce byla přitom prováděna v ultrafialové oblasti při vlnové délce 200 nm, stanovená mez detekce měla hodnotu 2,8 ppm tantalu, a mez stanovitelnosti 9,2 ppm tantalu. Přídavek 4-(2-pyridylazo)resorcinolu umožnil snížení meze detekce na 0,8 ppm tantalu a meze stanovitelnosti na 2,6 ppm tantalu, základní elektrolyt přitom obsahoval $0,1 \text{ mmol}\cdot\text{l}^{-1}$ 4-(2-pyridylazo)resorcinolu, $10 \text{ mmol}\cdot\text{l}^{-1}$ vinné a $10 \text{ mmol}\cdot\text{l}^{-1}$ citronové kyseliny a $25 \text{ mmol}\cdot\text{l}^{-1}$ amoniaku pro ustavení hodnoty pH v rozmezí 6 až 7 jednotek; za těchto podmínek trvala separace niobu a tantalu 4 min, a absorpční spektrometrická detekce byla prováděna ve viditelné oblasti při vlnové délce 540 nm. Přidávky standardů niobu a tantalu umožnily detekci obou kovů v maticích reálných vzorků recyklátů chladicích kapalin oběma vyvinutými metodami, takže jsou tyto rychlé a jednoduché elektroforetické metody vhodné pro aplikaci v reálném provozu výroby a recyklace chladicích kapalin.

Klíčová slova

Tantal, niob, chladicí kapaliny, kapilární elektroforéza, komplexy