

可见分光光度法研究 In^{3+} 与 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 的浮选分离^①

段香芝 司学芝^a 王卓琳 马万山^②

(信阳师范学院化学化工学院 河南省信阳市长安路 237 号 464000)

^a 河南工业大学化学化工学院 郑州市 450052)

摘 要 用可见分光光度法研究了溴化四丁基铵-碘化钾-水体系浮选分离铟的行为,探讨了 In^{3+} 与一些金属离子分离的条件。结果表明,当溶液中溴化四丁基铵和碘化钾的浓度分别为 $6.0 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 和 $5.0 \times 10^{-3} \text{mol/L}$ 时, In^{3+} 与 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 可定量分离。

关键词 铟; 溴化四丁基铵; 碘化钾; 浮选分离

中图分类号: O657.32

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)06-3117-03

1 引言

铟可作合金、半导体、电光源等的原料。但铟的生物毒性很强,微量的铟都会对人畜造成严重的伤害。在微量铟的分析测定时经常要预先进行分离和富集。利用有机溶剂液-液萃取是铟传统有效的分离和富集方法,但使用的有机溶剂(乙醚、苯、二甲苯和三氯甲烷等)不但对操作人员身体伤害较大,还会严重污染环境,所以应用上受到限制。因此,研究绿色分离和富集铟的新方法是分析工作者的课题之一。近年来利用三元缔合物体系进行液-固浮选分离金属离子,此方法由于分离效率高和不污染环境受到人们的重视^[1-4]。但关于铟的三元缔合物体系液-固浮选分离和富集的研究目前未见报道。本文研究发现, In^{3+} 与碘化钾和溴化四丁基铵(TBAB)形成不溶于水的三元缔合物 $[\text{InI}_4]^- \cdot [\text{TBAB}^+]$,此三元缔合物可浮于水相上层, In^{3+} 被定量浮选,而 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 基本不被浮选,实现了 In^{3+} 与这些离子的定量分离,对合成水样进行的分离试验,效果良好。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

UV-754 型分光光度计(上海第三分析仪器厂);pHS-3C 精密 pH 计(上海雷磁仪器厂)。

碘化钾溶液: 0.1mol/L ; 溴化四丁基铵(TBAB)溶液: $1.0 \times 10^{-2} \text{mol/L}$; In^{3+} 标准溶液: 1mg/mL 。称取 0.2500g 金属铟,置于 100mL 烧杯中,加 10mL $1:1$ 盐酸,在水浴上加热,使之完全溶解,冷却,移入 250mL 容量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸稀释至刻度,摇匀。其他金属离子标准溶液按文献[5]配制。所有试剂均为分析纯。实验用水为蒸馏水。

① 河南省教育厅自然科学研究计划项目(2006150023)

② 联系人,电话: (0376) 6390702; E-mail: mawansxy@126.com

作者简介: 段香芝(1964—),女,河南省西华县人,副教授,主要研究方向为金属离子的分离与富集工作。

收稿日期: 2010-12-30; 接受日期: 2011-01-21

2.2 实验方法

于 25mL 磨口比色管中,加入一定量金属离子、碘化钾和溴化四丁基铵,用 0.1mol/L 盐酸调节 pH 并定容至 10mL。充分振荡,静置至液-固完全分相,过滤,用 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚分光光度法测定滤液中 In^{3+} 的含量^[6],计算 In^{3+} 的浮选率。其他金属离子按文献[6]中相应的分光光度法测定。

3 结果与讨论

3.1 碘化钾浓度对 In^{3+} 浮选的影响

固定 In^{3+} 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,溴化四丁基铵 $6.0\times 10^{-4}\text{mol}/\text{L}$;试验碘化钾浓度对 In^{3+} 浮选的影响,结果表明,无碘化钾时 In^{3+} 不被浮选, In^{3+} 的浮选率随碘化钾浓度的增加而增大,当碘化钾浓度达到 $4.0\times 10^{-3}\text{mol}/\text{L}$ 时, In^{3+} 的浮选率达到 99.1%,再增加碘化钾的浓度, In^{3+} 的浮选率都在 99.1%—99.7% 范围内波动,实验中固定碘化钾浓度为 $5.0\times 10^{-3}\text{mol}/\text{L}$ 。

3.2 溴化四丁基铵浓度对 In^{3+} 浮选的影响及浮选机理

固定 In^{3+} 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,碘化钾 $5.0\times 10^{-3}\text{mol}/\text{L}$,试验溴化四丁基铵浓度对 In^{3+} 浮选的影响。结果表明,无溴化四丁基铵时 In^{3+} 不被浮选, In^{3+} 的浮选率随溴化四丁基铵浓度的增加而增大,当溴化四丁基铵浓度达到 $5.0\times 10^{-4}\text{mol}/\text{L}$ 时, In^{3+} 的浮选率达到 99.1%,再增加溴化四丁基铵的浓度, In^{3+} 的浮选率都在 99.1%—99.7% 范围内波动,实验中固定溴化四丁基铵的浓度为 $6.0\times 10^{-4}\text{mol}/\text{L}$ 。

从上述试验结果及 In^{3+} 和溴化四丁基铵(TBAB)的化学性质推测浮选机理可能是:在水溶液中 TBAB 离解成 TBAB^{+} 阳离子, In^{3+} 与碘化钾生成稳定的 InI_4^{-} 阴离子,带正电荷的 TBAB^{+} 与带负电荷的 InI_4^{-} 生成不溶于水的 $[\text{InI}_4] \cdot [\text{TBAB}^{+}]$ 离子缔合物而被浮选。

3.3 酸度对不同金属离子浮选的影响

固定各种金属离子的浓度为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,溴化四丁基铵和碘化钾的浓度分别为 $6.0\times 10^{-4}\text{mol}/\text{L}$ 和 $5.0\times 10^{-3}\text{mol}/\text{L}$,分别实验酸度对各种金属离子浮选的影响,结果表明,在 pH 1—5 范围内, In^{3+} 的浮选率都在 99.1%—99.7% 范围内,而 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 基本不被浮选。

3.4 合成试样中 In^{3+} 的分离

在上述选定的条件下,分别试验了合成试样二元及多元体系中 In^{3+} 与其他金属离子分离的情况,结果见表 1—2。表中的分离测定数据表明, In^{3+} 的浮选率都达到 99.1% 及以上。由此可以看出,本体系能使 In^{3+} 与 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 离子得到很好的分离。

表 1 二元混合体系中金属离子的分离和测定结果

混合离子	金属离子加入量(μg)		水相中金属离子含量(μg)		浮选率 $E(\%)$	
	In	Me	In	Me	In	Me
$\text{In}^{3+}-\text{Zr}^{4+}$	200	400	1.3	393.9	99.4	1.5
	200	800	0.7	785.3	99.7	1.8
$\text{In}^{3+}-\text{Ce}^{3+}$	200	400	1.5	390.7	99.3	2.3
	200	800	1.0	788.5	99.5	1.4
$\text{In}^{3+}-\text{Rh}^{3+}$	200	400	1.4	397.6	99.3	0.6
	200	800	1.8	790.9	99.1	1.1
$\text{In}^{3+}-\text{Ga}^{3+}$	200	400	0.9	389.9	99.6	2.5
	200	800	1.7	778.5	99.2	2.7

注:Me表示除 In^{3+} 以外的其他金属离子

表 2 多元混合体系中金属离子的分离和测定结果

混合离子	离子加入量(μg)	水相中测出的离子量(μg)	浮选率(%)
In^{3+}	200	1. 4	99. 3
Zr^{4+}	400	389. 5	2. 6
Ce^{3+}	400	387. 8	3. 1
Rh^{3+}	400	408. 3	- 2. 1
Ga^{3+}	400	388. 5	2. 9

3. 5 干扰试验

分离测定 $20\mu\text{g/mL}$ In^{3+} , 当相对误差控制在 $\pm 5\%$ 以内时, 700 倍的 Rh^{3+} ; 550 倍的 Zr^{4+} ; 430 倍的 Ga^{3+} ; 380 倍的 Ce^{3+} 不干扰。

4 结论

建立了从 Zr^{4+} 、 Ce^{3+} 、 Rh^{3+} 和 Ga^{3+} 混合液中分离和富集 In (III) 的新体系, 所用试剂不损害操作人员健康, 不污染环境, 操作简单, 是一种分离和富集 In^{3+} 的新方法, 在分析化学领域将有很好的实用价值。

参考文献

[1] 高云涛, 项朋志, 施润菊等. NaCl 存在下氯化亚锡-十六烷基三甲基氯化铵体系浮选分离 Pt (II)、 Pd (II)、 Rh (III)、 Au (III) [J]. 应用 化学, 2007, **24**(9): 1092—1094.

[2] 涂常青, 温欣荣. 硫氰酸铵-十二烷基二甲基苯基氯化铵-水体系浮选分离汞(II) [J]. 光谱实验室, 2010, **27**(2): 598—601.

[3] 沈久明, 李玉玲, 朱晓明. Ir (IV) 与 Mo (VI), Ga (III), Ce (III) 和 V (V) 的浮选分离研究 [J]. 信阳师范学院学报(自然科学版), 2010, **23**(3): 447—449.

[4] 李玉玲, 沈久明, 汪玲等. 钼与铈、铂、钨、铈和镓的浮选分离研究 [J]. 信阳师范学院学报(自然科学版), 2010, **23**(1): 131—133.

[5] 杭州大学化学系分析化学教研室. 分析化学手册: 第二分册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1982. 7—9.

[6] 马钦科 Z. 元素的分光光度测定 [M]. 郑用熙, 任奇钰, 冯克聪等译. 北京: 地质出版社, 1983. 354—356.

Floataion Separation of In^{3+} from Zr^{4+} , Ce^{3+} , Rh^{3+} and Ga^{3+} by Visible Spectrophotometry

DUAN Xiang-Zhi SI Xue-Zhi^a WANG Zhuo-Lin MA Wan-Shan

(College of Chemistry and Chemical Engeering, Xinyang Normal University, Xinyang, Henan 464000, P. R. China)

^a(College of Chemistry and Chemical Engeering, Henan University of Technology, Zhengzhou 450052, P. R. China)

Abstract The behavior for floataion separation of indium was investigated by tetrabutyl ammonium bromide-potassium iodide-water system, and the separation conditions of In^{3+} from other metal ions were studied with visible spectrophotometry. In^{3+} could be separated from Zr^{4+} , Ce^{3+} , Rh^{3+} and Ga^{3+} when the concentrations of tetrabutyl ammonium bromide and potassium iodide in solution were $6.0\times 10^{-4}\text{mol/L}$ and $5.0\times 10^{-3}\text{mol/L}$, respectively.

Key words Indium; Tetrabutyl Ammonium Bromide; Potassium Iodide; Floataion Separation