

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 存在下氯化亚锡—丙醇体系萃取分离铂(II) 的研究^{*}

刘满红

(云南民族学院化学系, 昆明, 650031)

摘 要 研究了用 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 存在下氯化亚锡—丙醇体系萃取分离铂(II) 的行为及体系在盐酸介质中的分相条件. 实验表明在盐酸介质中体系可萃取铂(II) , 其萃取率为 99. 4%, 该方法可用于从贱金属中分离铂(II) .

关键词 铂; 丙醇; 氯化亚锡; 液—液萃取

【中图分类号】O658. 2

【文献标识码】A

【文章编号】1005—7188(2002)03—0152—03

0 引言

小分子的有机物如乙醇、丙醇在硫酸铵等电解质存在下分为两相, 用于萃取某些金属离子^[1, 2], 但尚未见该类体系在贵金属萃取分离方面的报道. 采用非有机溶剂液—固萃取体系进行金属离子的分离与测定已有报道^[1], 它传统的有机溶剂萃取体系相比, 不使用有毒的有机溶剂, 分相速度快. 本文研究了 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 存在下氯化亚锡—丙醇体系萃取分离铂(II) 的行为及其与常见离子的分离条件, 该方法具有试剂用量少、成本较低的优点.

1 实验部分

1. 1 仪器及试剂

丙醇; 硫酸铵; 0. 5mol/L 氯化亚锡水溶液(2. 4mol/L 盐酸介质); 盐酸; 标准溶液(mg/L): 铂(II) (100. 0), 均为 0. 6mol/L HCl 介质; 所用试剂均为分析纯.

721 型分光光度计(上海第三分析仪器厂), 日立 E- 8000 型原子吸收分光光度计(日本日立公司), 康氏振荡器.

1. 2 实验方法

取 0. 50ml Pt(II) 标准液, 于红外灯下蒸至近干, 加入一定量的 HCl 及氯化亚锡溶液, 及 5. 0ml 水, 60℃水浴加热 5min, 冷至室温, 分别加入一定量的丙醇和硫酸铵, 并使其最后体积为 20. 0ml, 振荡 2min, 转移至分液漏斗中, 放置使其分成丙醇相和盐水相, 分出丙醇相或下层盐水相, 制成 10% HCl 溶液, 分别测定盐水相和丙醇相中待测离子的含量, 计

算萃取率 E(%).

Pt 的测定用 DbDO 光度法^[3].

2 结果与讨论

2. 1 分相条件

研究了 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、NaCl 及 HCl 浓度对分相的影响, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 和 NaCl 都能使体系分相, HCl 浓度增加, 分相所需的盐浓度增加, 如使用 NaCl, 当 HCl 浓度 > 1. 5mol/L 时, 增加 NaCl 浓度也很难形成丙醇相, 而使用 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, HCl 浓度 > 2. 4mol/L 时, 相平衡才被破坏, 这反映出 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 比 NaCl 有更强的盐析能力, 由此可看出高浓度的酸对相平衡的破坏主要原因并不是 HSO_4^- 生成

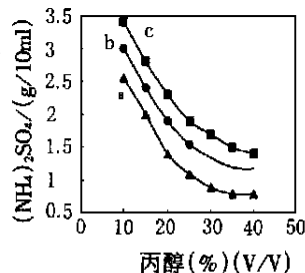


图 1 分相所需 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

a. 0. 0mol/L HCl;
b. 0. 6mol/L HCl;
c. 1. 2mol/L HCl;

所至盐析作用减弱^[1], 可能是因为高酸度下丙醇质子化作用的增加, 导致丙醇有较高极性, 水溶性增加, 从而不易形成不溶于水的丙醇相; 考虑到贵金属的分离通常需要在较高酸度下进行, 我们选择盐析能力较强的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 图 1 是丙醇—硫酸铵—水体系的相图, 我们选择的分相条件是: 30% 丙醇, 250g/L 的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

2. 2 萃取条件及结果

对影响萃取的因素, 如振荡时间, 盐酸浓度, SnCl_2 浓度进行试验, 结果表明, 萃取有较快的动力

* 收稿日期: 2002- 02- 25

作者简介: 刘满红(1962~), 女, 汉, 云南人, 讲师, 工学硕士, 主要从事物理化学教学与科研工作.

学速率,只需振荡萃取 1min,萃取即达平衡,图 2 为盐酸浓度对萃取的影响,由图 2 可看出, HCl 浓度增加萃取率增加,当 HCl 浓度达 0.4 mol/L 时,萃取率已达最大,考虑到酸度过高不利于相平衡,本文选择的 HCl 浓度为 0.6mol/L,图 3 为 SnCl_2 浓度对萃取率的影响,从图可知, SnCl_2 浓度增加,萃取率增加,但当 SnCl_2 浓度大于 0.05 mol/L 时萃取率反而下降,这可能是高浓度的 SnCl_2 与贵金属三氯锡酸络阴离子产生竞争反应的结果,实验表明,室温下, Pt 已能定量萃取. 本文最终确定的萃取条件是: 0.6mol/L HCl, 0.03 mol/L SnCl_2 , 振荡萃取时间为 2min, 在上述条件下,体系对 Pt 的萃取率为: 99.4% .

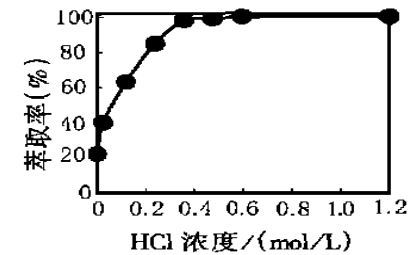


图 2 HCl 浓度对萃取率的影响

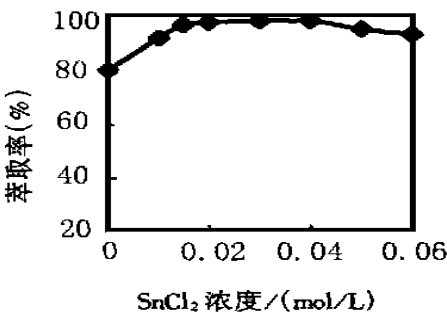


图 3 SnCl_2 浓度对萃取率的影响

2.3 合成样及实际样品的分离

配制如表 1 所示合成样,用本法萃取后测定丙醇相中金属离子的含量,计算萃取率,结果可知,体系能定量萃取 Pt,对常见贱金属的萃取率则很低,可用于 Pt 与大量贱金属的分离,在实验条件下体系对 Ir 萃取率< 2.0%,方法也可用于 Pt 与 Ir 的分离.

表 1	合成样的分析*						
	Pt(II)	Fe(III)	Pb(II)	Al(III)	Cu(II)	Zn(II)	Ca(II)
加入量 (× 100μg)	0.25	10.0	10.0	10.0	5.00	10.0	10.0
萃取量 (μg)	24.6	10.1	16.0	0.0	11.2	1.9	0.0
回收率 (%)	99.4	1.0	1.6	0.0	2.2	0.2	0.0

* ICP - AES 测定结果

将 Pt(II) 及常见贱金属 Fe(III)、Pb (II)、Al (III)、Ca(II)、Cu(II)、Zn(II) 按照萃取前的条件处理后使其分别通过阳离子树脂交换柱及阴离子树脂交换柱,结果,阴离子交换柱对 Pt(II) 的吸附率> 99.0%,对贱金属离子的吸附率均< 1.5%,阳离子交换柱对 Pt(II) 的吸附率< 0.8%,对贱金属的吸附率均> 97.6%,这表明在实验条件下, Pt(II) 以三氯锡酸络阴离子形态存在,而贱金属仍然是阳离子,体系对贵金属三氯锡酸络阴离子的萃取具有一种类似阴离子交换的机理.

分别称取一定量的砂铂矿、铜阳极泥、废催化剂样品,用新配制王水加热溶解 2h,以 HCl 赶 HNO_3 ,酸不溶物用 Na_2O_2 熔融分解,水浸取,酸化并与酸溶液合并,制成含 0.6mol/L HCl 的试液,用本法进行分离及分析,结果见表 2,与其它方法结果相符,由此可见,本法与泡沫塑料吸附等方法一样,可用于贵金属测定前与贱金属的分离,且本法省去了解吸附等过程,更为方便、快速,有较高的应用价值.

表 2	样品分离结果		
样品	测得平均值 (× 10ug/L , n= 5)	相对标准偏差 RSD(%)	推荐值* (× 10ug/L)
阳极泥	3.32	5.7	3.38
砂铂矿	865.0	2.8	878.0
废催化剂	109.0	4.2	108.3

* 泡沫塑料吸附- ICP- AES 测定^[5,6]

参 考 文 献

[1] 李全民,申义阳,张丽敏等. 硫酸铵存在下碘化物—结晶紫—丙醇体系萃取分离镉[J]. 分析化学, 1998, 26(9) : 1071- 1074
[2] 李全民,耿新华,刘奇等. 硫酸铵存在下碘化钾—乙醇体系萃取分离镉[J]. 应用化学, 2000, 17(1) : 69- 71
[3] 蔡树型,黄超. 贵金属分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1984. 56- 64
[4] 高云涛,吴立生,张为逵. 吐温 80—硫酸铵—水固液体萃取分离 Rh (III) 和 Ir(III) [J]. 应用化学, 2000, 17(2) : 201- 202
[5] 吴立生,赵敏政. 泡沫塑料对贵金属—碘化亚锡—络合物的吸附分离行为研究[J]. 分析化学, 1994, 22(9): 877- 881

- [6] Zamponi S , Berrettoni M and Marassi R. Square- wave anodic stripping voltammetry with a mercury- plated reticulated vitreous carbon electrode[J] . Anal. Chim. Acta, 1989, 219(2) : 153- 160
- [7] Schroeder S G and Chow a. Polyurethane foam extraction of platinum- tin halide complexes[J] . Talanta, 1992, 39(9) : 837- 841
- [8] Zolotov. Yu . A, et al. Determination of platinum metals by X- ray fluorescence, atomic emission and atomic absorption spectrometry after preconcentration with a polymeric thioether[J] . Anal. Chim. Acta, 1983, 148(2) : 135- 141

A Study on Separation of Platinum (II) by Liquid- Liquid Extraction System of Stannous Chloride - n- Propyl Alcohol by Ammonium Sulfate

LIU Ma-hong

(Chemistry Department of Yunnan University for Nationalities, Kunming, 650031, China)

Abstract: A new method for separation of platinum (II) by liquid- liquid extraction system of stannous chloride - n- propyl alcohol by ammonium sulfate has been investigated. The experiment results indicate that the extraction ratio of Pt(II) is 99. 4% in hydrochloric acid medium. The proposed method can separate Pt from Fe, Al, Zn, Ca etc. base metals.

Key words: Platinum, n- Propyl alcohol, Stannous chloride, Liquid- liquid extraction

(上接 151 页)

参 考 文 献

- [1] 赵建为,徐其亨. 8- 氨基喹啉类有机试剂研究进展[J] . 化学试剂, 1992, 14(6) : 346
- [2] 张汉鹏. 苯并噻唑偶氮苯类试剂的进展[J] . 理化检验-化学分册, 1996, 32(1) : 53
- [3] 曾云鹤,张华山,陈震华编. 现代化学试剂手册(四分册). 无机离子显色剂[M] . 北京: 化学工业出版社, 1989. 241- 268

Synthesis of a New Chromogenic Reagent 2- (2- Quinolinyazo) - 1, 5- Dihydroxidebenzen and its Color Reaction with Cobalt

DONG Xue-chang PENG Kai-xian HU Qiu-fen YIN Jia-yuan

(Chemistry Department of Yunnan University for Nationalities, Kunming, 650031, China)

Abstract: 2- (2- Quinolinyazo) - 1, 5- Dihydroxidebenzen(QADHB) was synthesized, and its color reaction with cobalt(II) was studied. In the medium of CTMAB and presence of PH= 4. 4 buffer solution. QADHN can react with cobalt(II) to form a stable 2; 1 complex. The molar absorptivity is at 580nm. Beer's law is obeyed in range of 0~ 15ug/ 25ml. This method can be applied to the determination of cobalt in Bitamin B12 injection with satisfactory results.

Key words: QADHB, Extraction of solidity, Co