

Всероссийское СМИ

«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»

Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.

(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)

Сайт: akademnova.ru

e-mail: akademnova@mail.ru

Карева Е.Ю., Вережка В.Н. Экстракция лантана (III) из сернокислого раствора смесью экстрагентов // Академия педагогических идей «Новация». Серия: Студенческий научный вестник. – 2016. – № 11 (декабрь). – АРТ 167-эл. – 0,2 п.л. - URL: <http://akademnova.ru/page/875550>

РУБРИКА: ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

УДК 542.06

Карева Елена Юрьевна

студентка 4 курса, химико-биологический факультет

e-mail: vip_k_helen@mail.ru

Вережка Виолетта Николаевна

студентка 4 курса, химико-биологический факультет

e-mail: vetusik-forever@mail.ru

ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет»

г. Оренбург, Российская Федерация

ЭКСТРАКЦИЯ ЛАНТАНА (III) ИЗ СЕРНОКИСЛОГО РАСТВОРА СМЕСЬЮ ЭКСТРАГЕНТОВ

Аннотация: Редкоземельные элементы (РЗЭ) находят широкое применение в промышленности. В настоящее время потребность в лантаноидах оценивается в десятки тысяч тонн. Однако, РЗЭ мало доступны, а их стоимость весьма высока. В данной статье ставится задача провести извлечение лантана (III) из сернокислого раствора методом экстракции, используя смесь экстрагентов Д2ЭГФК и ТБФ, а также сделать анализ пропорций наибольшего извлечения.

Всероссийское СМИ

«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»

Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.

(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)

Сайт: akademnova.ru

e-mail: akademnova@mail.ru

Ключевые слова: редкоземельные элементы, экстракция, Д2ЭГФК, ТБФ, концентрирование лантана (III).

Kareva Elena Yurievna

4th year student, faculty of chemistry and biology

Verevka Violetta Nikolaevna

4th year student, faculty of chemistry and biology

FGBOU VO "Orenburg State University»

Orenburg, Russian Federation

THE EXTRACTION OF LANTHANUM (III) FROM SULFURIC ACID SOLUTION WITH A MIXTURE OF EXTRACTANTS

Abstract: Rare earth elements (REE) are widely used in industry. Currently, the need for lanthanides is estimated at tens of thousands of tons. However, REE is not accessible, and the cost is very high. In this article the aim is to carry out the extraction of lanthanum (III) from sulfuric acid solution by extraction method using a mixture of extractants D2EHPA and TBP, and also make the analysis of the proportions of maximum extraction.

Key words: rare earth elements, extraction, D2EHPA, TBP, concentration of lanthanum (III).

Успешное решение проблемы охраны биосферы, снижение негативного влияния индустриализации на состояние окружающей среды и многие другие глобальные проблемы непосредственно связаны с разработкой и внедрением эффективных методов анализа [1]. В настоящее время постоянно ощущается необходимость в простых по выполнению, но в то же

Всероссийское СМИ

«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»

Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.

(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)

Сайт: akademnova.ru

e-mail: akademnova@mail.ru

время точных и чувствительных методиках, которые позволяли бы определять компонент в сложной по составу смеси. Для решения этой проблемы ученые привлекли методы концентрирования, которые позволили в значительной степени устранить сложные ситуации [2].

Одним из перспективных методов разделения и концентрирования является экстракция. Долгое время в области химии экстракцией интересовались мало, поэтому этот метод анализа принято считать относительно молодым [3]. Это в значительной мере оправдано, особенно если принять во внимание, что наиболее мощный толчок развитие экстракции получило только в середине нынешнего столетия в связи с работами в области ядерной технологии. Работы в области экстракции микроэлементов проводились, конечно и ранее. Элементарный бром экстрагировали еще в 1825 году. В 60-е годы прошлого века была предложена экстракция роданидов металлов. Этот метод применяется до сих пор. В 20-е годы Фишер исследовал экстракцию комплексов металлов с дитизином и выявил зависимость распределения элементов от концентрации реагента, металла и ионов водорода [2].

Начало количественному описанию экстракции (с химических позиций) положили Кольтгоф и Сендел, которые вывели в 1941 году уравнение, характеризующее экстракцию хелатов. Ирвинг и Уильямс развили эту теорию. Последующие интенсивные исследования привели к выяснению химизма большинства экстракционных процессов. Современные экстракционные методы достаточно универсальны. С помощью экстракции можно разделять многокомпонентные системы, причем эффективнее и быстрее, чем это достигается другими методами. Экстракционные методы пригодны для абсолютного и относительного концентрирования, извлечения

в экстракт микроэлементов или матрицы, индивидуального и группового выделения элементов [5].

Целью исследования являлось извлечение лантана (III) из сернокислого раствора методом экстракции, используя смесь экстрагентов Д2ЭГФК и ТБФ.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- 1) изучить методику проведения экстракции;
- 2) ознакомиться со свойствами используемых экстрагентов;
- 3) провести экстракцию лантана (III) из сернокислого раствора смесью выбранных экстрагентов;
- 4) обработать полученные результаты.

В работе был использован сернокислый раствор лантана (III) с концентрацией $C_{ст} = 1$ г/л ($1,12 \cdot 10^{-2}$ моль/л).

Концентрация рабочего раствора $C_{раб} = C_{ст} / 100 = 0,01$ г/л.

В качестве экстрагента использовались ди-2-этилгексилфосфорная кислота (Д2ЭГФК) ($\rho = 0,975$ г/см³) и трибутилфосфат (ТБФ) ($\rho = 0,977$ г/см³), в качестве растворителя – изооктан ($\rho = 0,692$ г/см³). Для изучения влияния pH использовали 0,1 М раствор Д2ЭГФК в изооктане. Экстрагент в процессе экстракции в соответствии со значением плотности выделяется в верхнюю фазу.

Для изучения влияния pH среды на показатели экстракции применялся 1,64 М раствор серной кислоты. Для создания постоянной ионной силы использовали 1,64 М раствор сульфата аммония.

В делительные воронки объемом 50 – 100 мл помещали необходимое количество серной кислоты, 1 мл стандартного раствора La (III) ($C_{ст} = 1$ г/л), требуемое количество сульфата аммония и прибавляли органическую фазу определенного состава. Экстракцию проводили встряхиванием в делительных воронках при комнатной температуре (22 – 25 °С). Для опытов

выбраны следующие условия: соотношение водной и органической фаз 2:1 (общий объем водной фазы составлял 20 мл, органической – 10 мл), время установления равновесия 5 минут, время расслаивания в среднем 1 час.

После установления равновесия и расслаивания фазы разделяли, водную фазу отфильтровывали и определяли в ней величину рН на рН-метре милливольтметре рН-121, в каждом опыте проводилась коррекция анализируемой водной фазы до рН 3 – 4 концентрированным раствором гидроксида аммония.

Лантан в водной фазе определяли фотометрическим методом на фотометре КФК-2 с применением арсеназо I, в органической фазе – расчетным путем.

Для анализа в мерные колбы на 25 мл отбирали необходимое количество исследуемого сульфатного водного раствора. После этого приливали 5 мл смешанного индикаторного раствора арсеназо I и доводили дистиллированной водой до метки. Через 15 – 20 минут измеряли оптическую плотность и концентрацию лантана в водной фазе в кюветах с толщиной слоя 20 мм относительно нулевого раствора.

Рабочую длину волны ($\lambda = 575$ нм) определяли предварительно по спектру поглощения.

Для фотометрического определения лантана строили калибровочный график следующим образом: в мерные колбы на 25 мл помещали 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего раствора La (III) ($C = 1,12 \cdot 10^{-4}$ моль/л). В каждую колбу приливали по 5 мл смешанного индикаторного раствора, доводили до метки дистиллированной водой. Через 15 – 20 минут определяли оптическую плотность растворов относительно нулевого в кюветах с толщиной слоя $l = 20$ мм.

Концентрацию C_i La (III) (в мг/л) в каждом растворе рассчитывали по формуле:

$$C_i = \frac{C(La)_{\text{раб}} \cdot V(La)_i}{V_{\text{колбы}}},$$

где $V(La)$ – соответствующий объем рабочего раствора La (III), мл;
 $V_{\text{колбы}}$ – объем мерной колбы, равный 25 мл.

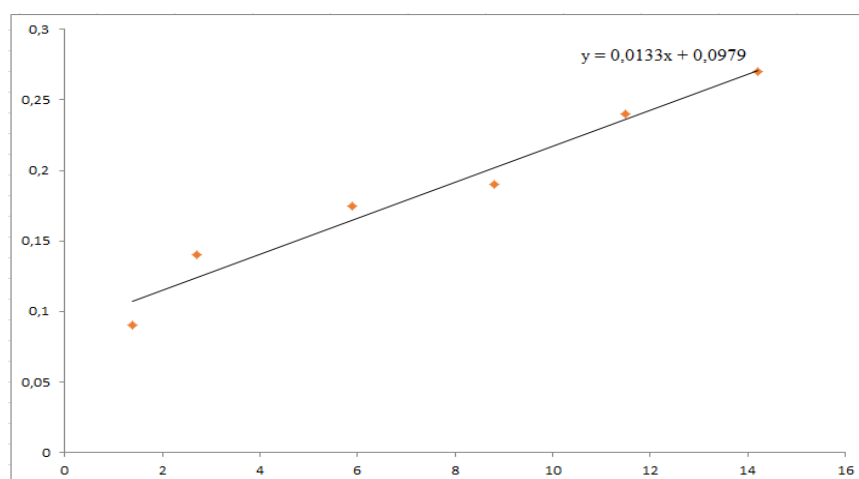


Рисунок 1. Калибровочный график для определения лантана (III) в кювете с толщиной слоя 20 мм (прямая $y = 0,0133x + 0,0979$)

Таблица 1 – Статическая обработка параметров градуировочного графика

X_i	n	$X_{\text{сред-е}}$	S	$\pm \Delta X_{\text{сред-е}}$	$X_{\text{сред-е}} \pm \Delta X_{\text{сред-е}}$	$(\pm \Delta X_{\text{сред-е}} \cdot 100) / X_{\text{сред-е}}$
0,20	3	0,21	0,01	0,02	0,21 \pm 0,02	9,5 %
0,21						
0,21						

X_i – численное значение единичного определения; n – количество определений; $X_{\text{сред-е}}$ – среднее арифметическое единичных определений; S – выборочное стандартное отклонение; $\pm \Delta X_{\text{сред-е}}$ – доверительный интервал; $(\pm \Delta X_{\text{сред-е}} \cdot 100) / X_{\text{сред-е}}$ – относительная погрешность результата.

Рассмотрим результаты серии с использованием экстрагентов 0,1 М Д2ЭГФК и 0,1 М ТБФ.

Концентрацию лантана определяли по формуле:

$$C_0(\text{La}^{3+}) = \frac{C(\text{La}^{3+}) \cdot V(\text{La}^{3+})}{V_{\text{в.ф.}}} \cdot \frac{1}{M(\text{La}^{3+})} = \frac{1 \text{ г/л} \cdot 1 \text{ мл}}{20 \text{ мл}} \cdot \frac{1}{138,91 \text{ г/моль}}$$

$$= 3,59 \cdot 10^{-4} \text{ моль/л}$$

Водная фаза имела следующий состав: $V((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 18 \text{ мл}$, $V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ мл}$, $V(\text{La}^{3+}) = 1 \text{ мл}$. Общий объем водной фазы $V_{\text{в.ф.}} = 20 \text{ мл}$.

Общий объем органической фазы ($V_{\text{о.ф.}}$) составил 10 мл. Взятые для исследования объемы экстрагентов Д2ЭГФК и ТБФ представлен в таблице 2.

Таблица 2 – Состав органической фазы

№ опыта	1	2	3	4	5	6
V (Д2ЭГФК), мл	0	2	4	6	8	10
V (ТБФ), мл	10	8	6	4	2	0

Данные, полученные в результате выполнения исследования, представлены в таблице 3, а графическую зависимость $\lg D$ от $C(\text{Д2ЭГФК})$ и $C(\text{ТБФ})$ отображает рисунок 2.

Таблица 3 – Полученные результаты эксперимента

№	V _{ал} , мл	A	C(La ³⁺)·10 ⁻⁶ , моль/л	C(La ³⁺) _{в.ф.}	C(La ³⁺) _{орг.ф.}	D	lgD	R, %
1	0,5	0,810	7,891	394,555	71,110	0,180	-0,744	8,27
2	0,5	0,630	6,051	302,530	112,939	0,373	-0,428	15,73
3	0,5	0,145	1,092	54,576	608,848	11,156	1,048	84,79
4	0,8	0,135	0,989	30,914	656,171	21,225	1,327	91,39
5	2,5	0,125	0,887	8,870	700,259	78,946	1,897	97,53
6	2,7	0,11	0,733	6,793	704,414	103,697	2,015	98,11

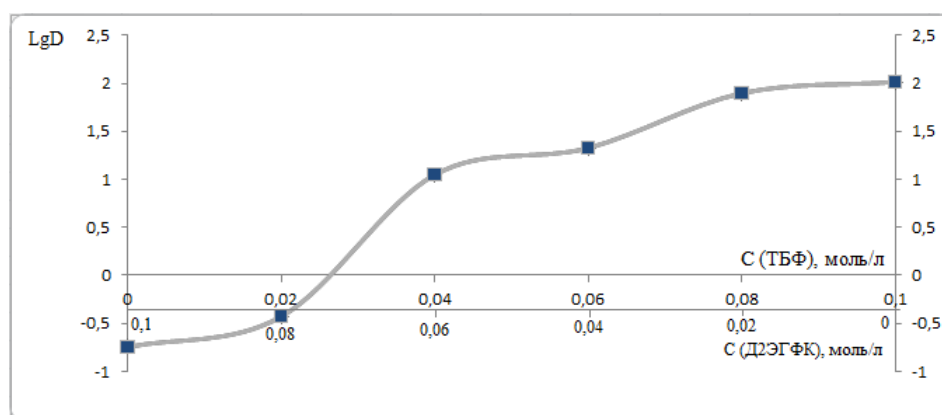


Рисунок 2. Графическая зависимость LgD от C(Д2ЭГФК) и C(ТБФ)

Расчеты проводились следующим образом:

1. $C(\text{La}^{3+}) = \frac{A-a}{b}$, где A – оптическая плотность, измеренная на фотометре КФК-2 в соответствии с методикой; a, b – коэффициенты калибровочной кривой (рис. 1).

2. $C_{\text{в.ф.}} = \frac{C_{\text{ал}} \cdot V_{\text{колбы}}}{V_{\text{ал}}}$, где $V_{\text{колбы}} = 25$ мл; $V_{\text{ал}}$ – объем водной фазы, пошедший для анализа, брали в зависимости от остаточного содержания металла, судя по окраске.

3. $C_{o.ф.} = (C_0 - C_{в.ф.}) \cdot \frac{V_{в.ф.}}{V_{o.ф.}}$, где C_0 – исходная концентрация La^{3+} в водной фазе, моль/л; $V_{в.ф.}$ – объем водной фазы, мл; $V_{o.ф.}$ – объем органической фазы, мл.

4. $D = \frac{C_{o.ф.}}{C_{в.ф.}}$, где D – коэффициент распределения вещества;

5. $R = \frac{D}{D + \frac{V_{o.ф.}}{V_{в.ф.}}}$, где R – степень извлечения.

Из рисунка 2 видно, что наиболее хорошо исследуемый металл извлекается в соотношении Д2ЭГФК:ТБФ как 1:4 и 2:3 (97,53 % и 91,39 % соответственно).

В ходе проведенных исследований по экстракционному концентрированию лантана из сернокислых растворов сделаны следующие выводы:

1) анализ литературных данных показал, что метод экстракции является одним из наиболее широко используемых методов аналитической химии, так как обладает высокой чувствительностью и избирательностью в определении; не требует использования дорогостоящего оборудования и реагентов;

2) экспериментально рассмотрен процесс экстракции лантана из сернокислых сред смесью экстрагентов, на основании результатов которого построены графические зависимости $\lg D$ от концентраций Д2ЭГФК и ТБФ, а также сделан анализ пропорций наибольшего извлечения лантана из сернокислых растворов смесью экстрагентов Д2ЭГФК и ТБФ.

Всероссийское СМИ

«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»

Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.

(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)

Сайт: akademnova.ru

e-mail: akademnova@mail.ru

Список использованной литературы:

1. Золотов, Ю. А. Экстракция в неорганическом анализе / Ю. А. Золотов. – Москва : Изд-во МГУ, 1988. – 82 с.
2. Золотов, Ю. А. Концентрирование микроэлементов / Ю. А. Золотов, Н. М. Кузьмин. – Москва : Химия, 1982. – 288 с.
3. Золотов, Ю. А. Экстракция внутрикомплексных соединений / Ю. А. Золотов. – Москва : Наука, 1968. – 313 с.
4. Коренман, И. М. Экстракция в анализе органических веществ / И. М. Коренман. – Москва : Химия, 1977. – 200 с.

Дата поступления в редакцию: 23.12.2016 г.

Опубликовано: 25.12.2016 г.

*© Академия педагогических идей «Новация». Серия «Студенческий научный вестник»,
электронный журнал, 2016*

© Карева Е.Ю., Веревка В.Н., 2016