

УДК 542.61

ЭКСТРАКЦИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ МЕТИЛИЗОБУТИЛКЕТОНОМ В ПРИСУТСТВИИ ВЫСАЛИВАТЕЛЯ

А.М. Сафиулина^{1,2}, И.Г. Лесина¹, А.А. Семенов¹, А.В. Лизунов¹
¹АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», Москва
²Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва

Исследовано распределение азотной кислоты в системе «2,32 моль/л водный раствор нитрата кальция – метилизобутилкетон» при моделировании противоточного экстракционного каскада в четыре ступени.

Ключевые слова: жидкостная экстракция, азотная кислота, метилизобутилкетон, высаливатель.

EXTRACTION OF NITRIC ACID WITH METHYL ISOBUTYL KETONE IN THE PRESENCE OF SALTING-OUT AGENT

A.M. Safiulina^{1,2}, I.G. Lesina¹, A.A. Semenov¹, A.V. Lizunov¹
¹JSC «VNIINM», Moscow
²D. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia (MUCTR), Moscow

The distribution of nitric acid in the «2,32 mol/L aqueous solution of calcium nitrate – methyl isobutyl ketone» system has been studied when modeling a four-stage countercurrent extraction cascade.

Keywords: liquid extraction, nitric acid, methyl isobutyl ketone, salting-out agent.

Метиизобутилкетон (МИБК) является традиционным, известным ещё с позапрошлого века реагентом для жидкостной экстракции, широко применявшимся как в аналитической химии, так и в химической технологии, в первую очередь, при гидрометаллургическом извлечении, концентрировании и разделении цветных, редких, рассеянных и радиоактивных элементов [1]. Экстракционные свойства МИБК обеспечиваются донорной функцией ацетогруппировки, входящего в его молекулу (рис. 1).

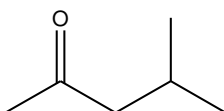


Рис. 1. Структурная формула метилизобутилкетона

Несмотря на большое количество публикаций, в которых МИБК используют в качестве экстрагента, некоторые из вопросов до сих пор не были рассмотрены в полной

мере. Так, в открытых литературных источниках нам не удалось найти данных по экстракции азотной кислоты метилизобутилкетонем в присутствии высаливателей. Вместе с тем, азотная кислота является основой азотнокислотных растворов, широко используемых в гидрометаллургической практике в технологии редких, рассеянных и радиоактивных элементов, в частности, при разделении редкоземельных элементов и в Пурекс-процессе при переработке отработавшего ядерного топлива с последующим выделением из него урана, плутония и продуктов деления.

Высаливателями называют солевые компоненты, специально добавляемые в водную фазу при жидкостной экстракции, для того чтобы повысить коэффициенты распределения целевого компонента, то есть для того, чтобы способствовать его переходу в органическую фазу [2].

Для восполнения недостающих экспериментальных данных нами был проведен ряд экспериментов по экстракции азотной кислоты метилизобутилкетонем в присутствии нитрата кальция, имеющего важное значение для химической технологии.

Экспериментальная часть

Исходные вещества: в работе использовали метилизобутилкетон квалификации ч, нитрат кальция $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ квалификации ч, азотную кислоту квалификации чда.

Растворы готовили объемно-весовым методом. Раствор (2,32 моль/л) нитрата кальция готовили растворением точной навески в растворе 1 моль/л азотной кислоты. Концентрацию азотной кислоты в растворе уточняли титриметрически с бромтимоловым синим (приготовленным по методике [3] – 0.1% в 10% растворе спирта, рН переход 6-7 желтая – синяя).

Анализ содержания азотной кислоты в обеих фазах осуществляли титриметрически с бромтимоловым синим с использованием бюретки на 25 мл с ценой деления 0,1 мл с точностью 0,05 мл, что обеспечивает менее 5% ошибки при анализе.

Методика эксперимента: В настоящем эксперименте противоточный экстракционный каскад был смоделирован по методу Альдерса [3, 4]. Операционная схема проведения четырехступенчатой противоточной экстракции одним растворителем при использовании четырех делительных воронок приведена на рис. 2. Для выполнения поставленной задачи провели предварительное насыщение метилизобутилкетона азотной кислотой при контакте с раствором 2,32 моль/л $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ в 1 моль/л HNO_3 в девять ступеней, после насыщения концентрация азотной кислоты в органической фазе составила 0,82 моль/л. Количество контактов для насыщения органической фазы свежим водным 2,32 моль/л раствором $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ в 1 моль/л HNO_3 ограничивалось изменением содержания азотной кислоты в водной фазе после контакта.

В соответствии со схемой, приведённой на рис. 2, исходную водную фазу подавали на первую ступень каждого цикла, после экстракции рафинат передавали на следующую ступень этого же цикла. Таким образом, рафинат двигался по цепочке 1-2-3-4 в каждом цикле, т.е. 0-И1-И2-И3-И4; следующая порция исходного водного

раствора проходила снова ряд этих же ступеней 0-III-III2-III3-III4 и т.д., а после четвертой ступени (в каждом цикле) рафинат выводили из каскада.

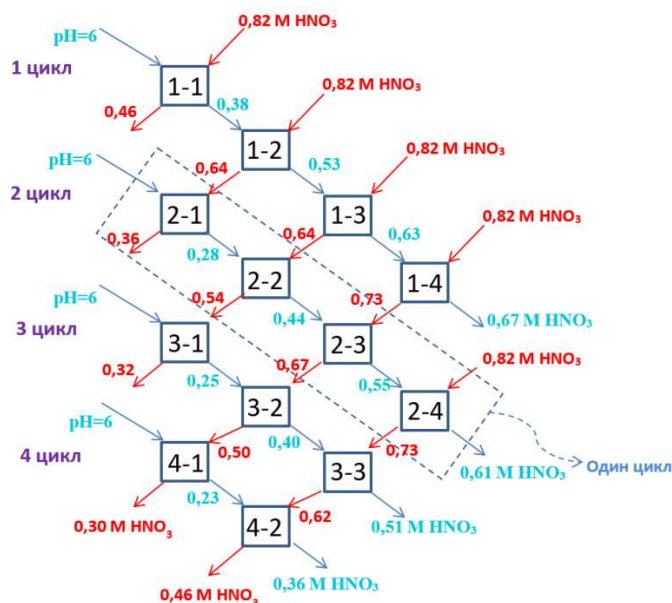


Рис. 2. Операционная схема проведения четырехступенчатой противоточной экстракции одним растворителем при использовании четырех делительных воронок

Исходный раствор экстрагента передавали на четвертую ступень каждого цикла (а перед запуском экстракционного каскада также на все ступени первого цикла), после чего органическую фазу переводили на предыдущую ступень следующего цикла. Таким образом, органическая фаза двигалась по цепочке I2-III1; I3-III2-III1; I4-III3-III2-IV1, а после первой ступени в каждом цикле её выводили из каскада. Результаты эксперимента приведены на рис. 3.

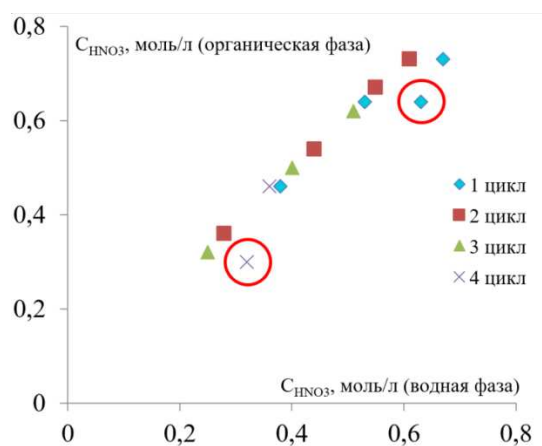


Рис. 3. Распределение азотной кислоты в четырехступенчатом противоточном каскаде. В красных кружках приведены данные, которые были отбракованы как не согласующиеся с прочими экспериментальными результатами

Выводы

Сопоставление полученных данных по экстракции азотной кислоты с ранее известными литературными [1] показывает, что, как и следовало ожидать, присутствие высаливателя существенно способствует переходу азотной кислоты из водной фазы в органическую. Методом экспериментального моделирования экстракционного четырехступенчатого каскада «в системе 2,32 моль/л водный раствор нитрата кальция – метилизобутилкетон» была получена изотерма экстракции, которую предполагается использовать в технологии цветных, редких и радиоактивных элементов.

Список литературы

1. Николотова З.И. Справочник по экстракции / под общ. ред. д-ра хим. наук А.М. Розена. Экстракция нейтральными органическими соединениями: справочник по экстракции / З.И. Николотова, Н. А. Карташова. – Москва: Атомиздат, 1976-1978 – Москва : Атомиздат, 1976. – 598 с.
2. Розен А.М. Физическая химия экстракционных равновесий. В кн. Экстракция, теория, применение, аппаратура. Под ред. д-ра техн. наук А.П. Зефирова и канд. хим. наук М.М. Сенявина Вып.1. М.: Атомиздат, 1962, С. 6.
3. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии, М : Химия, 1989, 453 с.
4. Трейбал Р. Жидкостная экстракция. М.: Химия. 1966. 724 с.
5. Альдерс Л. Жидкостная экстракция. М.: Изд-во иностр. лит. 1962. 258 с.