

= 단신 =

킬레이트 수지에 의한 몇가지 금속이온의 분리 농축에 관한 연구

차기원* · 박찬일 · 유정숙 · 황화자 · 장병두*

인하대학교 화학과, *인천대학교 화학과
(2004. 3. 10 접수, 2004. 6. 14 승인)

Separation and concentration of some ions by chelate resin

Ki-Won Cha*, Chan-Il Park, Jung-Suk You, Huzzi Huang and Bong-Du Chang*

Department of Chemistry, Inha University, Incheon 402-751, Korea

*Department of chemistry, Incheon University

(Received Mar. 10, 2004, Accepted Jun. 14, 2004)

Abstract : The separation and concentration method of gold(III) and platinum(IV) ions from other ions has been investigated using chelate resin, Amberlite IRC 718 in the mixed solution. The adsorption and desorption capacity of ions on the chelate resin in mixed solution were measured at room temperature. Using the data, gold(III) and platinum(IV) ions were separated and concentrated in the ions solution.

Key words : Chelate resin, Amberlite IRC 718, Gold(IV), Platinum(V)

1. 서 론

혼합 용액에 존재하는 이온을 분리하고 농축하는 방법은 미량 성분을 정확하게 분석하기 위해서도 필요하지만 폐수에서 공해물질을 회수 처리하는데도 중요하다. 최근 실리카겔에 킬레이트제를 도입한 흡착제에 의한 금속이온의 농축¹⁻¹⁰ 과 분리,^{11,12} 그리고 여러 가지 용매에서 금속 이온의 선택적 추출¹³ 등에 관한 연구가 이루어지고 있다. 연구자들은¹⁴ Amberlite XAD-7 수지를 이용하여 철을 분리 정량한바 있다. 본 연구에서는 흡착제로서 킬레이트 수지인 Amberlite IRC 718 수지를 이용하여 백금(IV), 금(III), 구리(II), 납(II), 아연(II), 철(III) 이온의 흡착 및 탈착 용량을 여러 가지 혼합 용매에서 측정하고 이를 이용하여 분리 농축 가능성을 연구하였다.

이와 관련된 연구¹⁵ 의 일부를 발표한바 있으며 이 때는 이온들의 흡착 및 탈착 용량을 1 M 염산과 0.25 M thiourea 용액에서 연구하였다.

2. 실험

2.1. 시약 및 장치

각 이온의 염 (예 : $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$, $PdCl_2$)은 Junsei 의 특급 시약을 사용하였고, 그의 시약은 분석용 시약을 사용하였으며 물은 탈이온수를 사용하였다. Amberlite IRC 718 수지는 스티렌-디비닐벤젠 기질에 $-N(CH_2COOH)_2$ 의 기능이 달린 수지로서 내산, 내알칼리성이고 교환용량은 1.1 meq/g 이다. 각 이온 용액은 각 이온염을 일정량 달아 증류수에 녹여 준비하였고 완충용액은 아세트산계와 인산계의 완충용액을 사용하였다. 금속이온의 정량에는 Jobin Yvon JV 24 ICP를 사용하였고 pH 미터는 Nova- 310을 사용하였다.

* Corresponding author

Phone: +82-(0)32-860-7685 Fax: +82-(0)32-872-2520

E-mail: kwcha@inha.ac.kr

2.2. 수지관 준비

Amberlite IRC-718 킬레이트 수지 일정량을 탈이온수에 넣고 저어준다. 물위에 뜨는 미세 입자는 기우림법으로 떨어버리고 잠금손잡이가 달린 지름이 2.5 cm관에 물과 같이 흘려 넣어 수지의 높이가 8.0 cm 되게 넣고 증류수를 수지 상단까지 배제하고 1.0 M 염산용액으로 평형을 시켜 놓는다.

2.3. 금속이온의 흡착능 측정

105 °C로 건조한 수지 1.0 g을 100 mL 삼각플라스크에 넣고 1000 ppm의 금속이온 용액 1.0 mL를 넣고 각 pH의 완충용액으로 pH를 조절한 후 전체 부피가 50.0 mL되게 뭍힌다. 24시간 일정한 속도로 저어준 후 상등액에 남은 금속이온의 농도를 측정하여 흡착능을 측정한다.

3. 결과 및 고찰

3.1. pH에 따른 이온의 흡착능

수용액의 pH에 따라 킬레이트 수지에 대한 여러 금속이온의 흡착능의 변화를 보기 위해 pH를 1-7까지 변화시키며 각이온의 흡착능의 변화를 측정한 결과는 Fig 1 과 같다. 흡착능은 첨가한 양에서 흡착한 양의 100 분율로 계산하였다. Fig. 1의 결과를 보면 금(III)과 백금(IV)의 흡착능은 측정 pH에서 거의 일정하게 100%의 흡착율을 나타냈으며, 구리(II), 철(III), 납(II)과 아연(II)이온은 pH가 증가할수록 크게 흡착능이 증가 한다. 금(III)과 백금(IV)이 각 pH에서 강하게 흡착하는 것은 이들 이온이 수지에 붙어 있는 리간드와 세계 결합하기

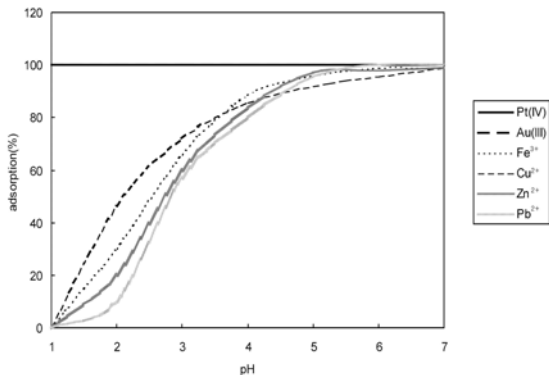


Fig .1. Adsorption of ions on Amberlite IRC 718 to pH

때문으로 생각되며 그 외 이온들이 pH의 증가에 따라 흡착능이 크게 증가하는 것은 수지의 기능기의 수소가 이온이 떨어져 나가고 금속이온이 흡착되는 것 같다. 이 결과를 보면 각 이온의 분리에 가장 좋은 pH 는 2 정도에서 가장 잘 분리 될 것 같으며 금과 백금은 분리되기 어려울 것 같다.

3.2. 흡착평형 시간

각 이온의 흡착평형에 걸리는 시간을 측정하기 위해 저어주는 시간에 따른 흡착능 변화를 pH 1에서 측정한 결과는 Table 1 과 같다. Table 1의 결과를 보면 60분 후면 거의 평형에 도달하는 것 같다.

3.3. 금속이온의 탈착

Fig. 1을 보면 pH 2에서 각 이온의 흡착능의 차가 크게 나지만 금(III)과 백금(IV)의 흡착능의 차가 비슷하여 분리가 불가능하다. 따라서 이들의 분리조건을 찾기위해 여러 가지 용액에서 탈착능을 측정하였다. 탈착능은 일정량의 금속이온을 흡착한 수지 1 g을 삼각플라스크에 넣고 탈착용액 50 mL를 가하고 24시간 저어준 후 떨어져 나간 이온 양을 측정하여 계산하였다. Table 1의 결과를 보면 에탄올, 아세톤 및 메탄올 수용액에서 금(III)과 백금(IV)이온의 탈착율이 25%를 넘지 않고 두 이온의 탈착율이 비슷하고 각 농도의 염산에서는 전연 탈착되지 않는다. 60% 메탄올 수용액에 염산을 0.1 M 되게 가한 용액과 60% 아세톤 수용액에 염산을 0.1 M 되게 가한 용액에서는 탈착율이 100%이었다. 그러나 이 경우에도 두 이온의 탈착율의 차는 나지 않는다. 이와 같이 0.1 M염산에서는 탈착되지 않고 여기에 에탄올이나 아

Table 1. Effects of ion adsorption on Amberlite IRC 718 to shaking time

Shaking time(min)	Adsorption (%)			
	Au(III)	Pt(IV)	Cu(II)	Pb(II)
5	35	31	2	0
10	61	60	3	
20	83	85	5	3
40	96	98	5	3
60	99	98	7	5

Concentration of ions : 1.0 mg/50 mL
pH : 1.0

Table 2. Desorption of platinum(IV) and gold(III) on Amberlite IRC-718

Desorption solution	Concentration (%)	Desorption %	
		Au(III)	Pt(IV)
Metanol	20	12	7
	40	17	13
	60	25	18
Acetone	20	15	10
	40	20	15
	60	29	21
Ethanol	20	11	12
	40	16	17
	60	22	25
HCl	0.1 M	0	0
	0.5 M	0	0
	1.0 M	0	0
0.1 M HCl + Methanol	20	45	65
	40	85	90
	60	100	100
0.1 M HCl + Acetone	20	60	65
	40	92	95
	60	100	100

세톤을 60% 가하면 100% 탈착되는 것은 용액의 유전상수의 변화에 의한 것으로 생각된다.

3.4. 금속이온의 농축

Fig. 1을 보면 금과 백금이온은 pH 1-7 까지의 범위에서 흡착능이 크고, Table 2의 결과를 보면 60% 메탄올 수용액에 0.1 M 염산을 가한 용액에서는 100% 탈착되는 것을 알았다. 이들 이온이 미량으로 존재하는 용액에서 이들 이온의 농축정도를 보기 위해 pH 5의 0.1 ppm 농도의 이들 용액 1000 mL을 8 cm 수지통에 5 mL/min의 유속으로 흡착시키고 60% 메탄올 수용액에 0.1 M 염산을 가한 용액으로 5 mL/min 유속으로 용리하여 두 이온의 농도를 측정하여 회수율과 농축비를 계산하고 같은 방법으로 0.1 ppm의 구리(II), 납(II), 철(III), 아연(II) 혼합용액 1000 mL를 주입시키고 0.1 M 염산으로 용리하여 회수한 회수율과 농축비는 Table 3과 같다.

0.1 ppm의 시료용액을 1000 mL 흘려 넣어도 그 속에 들어 있는 이온들이 전부 흡착되었고 흡착된 이온들을 용리시키는데 필요한 용리액의 부피는 100-110 mL이었다. 따라서 1000 mL에 들어 있던 이온들을 100-110 mL로 농축 하였으므로 농축 인자는 9-10이다.

Table 3. Recovery and pre-concentration of some metallic ions

Ion	Taken(mg)	Recovery (%)	Preconcentration factor
Au(III)	0.1	98.90	10
Pt(IV)	0.1	97.81	10
Cu(II)	0.1	99.80	9.5
Pb(II)	0.1	99.70	9.0
Fe(III)	0.1	99.75	9.0
Zn(II)	0.1	99.95	10

3.5. 금(III)과 백금(IV)의 분리

지금까지의 결과를 보면 금과 백금의 흡착과 탈착능이 다른 금속이온의 흡착 및 탈착능과 현저이 차이가 난다. 이를 이용하여 여러 금속이온으로부터 이들을 분리 회수하고자 하였다. 0.1 ppm의 구리(II), 철(III), 납(II), 아연(II), 금(III)과 백금(IV)이 함유된 혼합용액 1000 mL를 8 cm 수지통에 5 mL/min의 유속으로 수지상단에 수지가 흔들리지 않게 유입시키고 단계적으로 0.1 M 염산용액 150 mL를 같은 유속으로 통과시킨후 60% 메탄올 수용액에 0.1 M 염산이 함유된 용리액을 150 mL 통과시켜 얻은 용리곡선은 Fig. 2와 같다. 용출액은 10 mL씩 받아 각 분액에 함유된 금속이온을 분석하여 작성하였다. 이 결과를 보면 8 cm의 수지통에 0.1 ppm 농도의 시료를 1000 mL 주입시키면 그 속의 금속이온들이 전부 수지에 흡착되었다가 단계적으로 0.1 M 염산으로 용리하면 110 mL내에서 구리(II), 납(II), 철(III), 아연(II) 이온

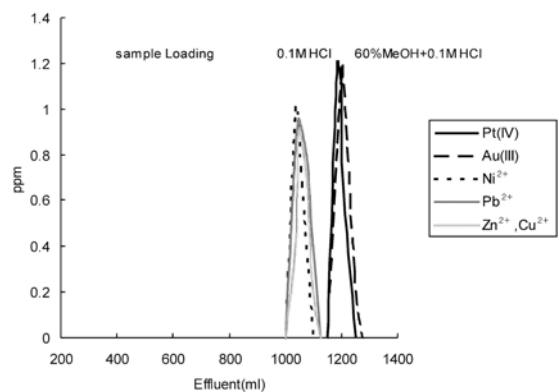


Fig. 2. Preconcentration and separation curves of ions.
Column : 3.14 cm² x 8 cm
Flow rate : 5 mL/min
Resin : Amberlite IRC 718

들은 용리되고 여기서 용리되지 않은 금(III)과 백금(IV)은 60%에탄올 수용액에 0.1 M 염산이 함유된 용리액에서 100 mL이내에서 용리되어 회수된다.

4. 결 론

Amverlite IRC-718 킬레이트 수지를 사용하여 백금(IV), 금(III), 납(II), 철(III), 구리(II), 아연(II)이온의 흡착과 탈착능을 여러 가지 농도의 염산, 염산과 메탄올, 염산과 에탄올, 염산과 아세톤 혼합용액에서 측정하였다. 이를 이용하여 각 금속이온의 회수율과 농축비를 측정하였다. 백금과 금이온을 다른 이온으로부터 분리 회수 할 수 있었다.

감사의 글

이 연구는 2002년 인천대학교 교내연구비 지원에 의해 수행 되었으며 이에 감사 드립니다.

참고 문헌

1. M.E. Mahmoud, E.M. Soliman, *Talanta*, **44**, 1063(1997).
2. T.C. Morera, Y. Gushikem, *Anal. Chem. Acta*, **176**, 263(1985).
3. A. Tong, Q.Y. Atman, A.G. Howard, *Analyst*, **115**, 947(1987).
4. R.E. Sturgeon, S.S. Berman, S. N. Willie, *Anal. Chem.*, **53**, 2337(1981).
5. K.W. Cha, C.I. Park, *Bull. Korean Chem. Soc.*, **19**, 785(1998).
6. I.P. Alimarin, T.I. Tikhomirova, *Talanta*, **34**, 103(1987).
7. A.R. Sarker, P.K. Datta, M. Sarker, *Talanta*, **43**, 1857(1996).
8. J.J. Park, H.B. Lim, C.S. Hwang, *Anal. Sci. & Tec.* **16**, 218(2003).
9. Y.S. Kim, Y.S. Choi, *Anal. Sci. & Tec.* **16**, 29A(2003).
10. Y. Gushikem, E.O. Ehirim, *Talanta*, **42**, 1625(1995).
11. N. Simonzad도, A.A. Schilt, *Talanta*, **35**, 187 (1988).
12. U. Pyll, G. Stork, Z. Frezenius, *Anal. Chem.*, **343**, 576(1992).
13. M.M. Guedas, F.G. Rmer, B. Griepenik, *Anal. Chem.*, **287**, 19(1977).
14. C.I. Park, B.D. Chang, D.C. Jung, K.W. Cha, *J. Korean Chem. Soc.* **41**, 522(1999).
15. C.I. Park, J.S. Chung, K.W. Cha, *Bull. Korean Chem. Soc.*, **21**,121(2000).