

Rozdział przez ekstrakcję

1. Wykonanie ćwiczenia

Uwaga – wszystkie zlewki roztworu ditizonu i alkoholu amylogowego zlewać do specjalnie wydzielonych zbiorników !!!

Uwaga ! Zaleca się założyć rękawiczki !!!

1.1. Ekstrakcja ditizonu w zależności od pH.

1.1.1. Do probówki wlać ok. 2,5 cm³ wody destylowanej a następnie dodać około 1 cm³ roztworu **ditizonu** (roztwór ten jest zielony). Dodać 3 – 4 krople **2 M NH₃ aq**; lekko wstrząsać – zapisać ewentualne zmiany a następnie dodać 5 - 6 kropeł stężonego kwasu **H₂SO₄** i znów lekko wstrząsać. Obserwować i zanotować zachodzące zmiany barwy.

1.2. Rozdzielanie przez ekstrakcję wobec regulowanego pH.

1.2.1. Ekstrakcja ditizonianu cynku.

Do probówki wlać około 2 cm³ wody destylowanej i dodać 3 krople specjalnie przygotowanego i wydzielonego roztworu soli cynku i kilka kropeł **2 M H₂SO₄**, następnie dodać około 2 cm³ roztworu **ditizonu** . Wytrząsać a potem dodać kilka kropli amoniaku zmieniając pH roztworu. Po ustaleniu się równowagi między fazą organiczną i wodną, ponownie zakwasić próbkę **2 M H₂SO₄** i wytrząsać. Następuje ekstrakcja jonów **Zn²⁺** z powrotem do fazy wodnej i zielona barwa roztworu ditizonu powinna pojawić się ponownie.

1.2.2. Rozdzielanie **Zn²⁺** i **Hg²⁺**.

Jeżeli roztwór badany zawiera kationy **Zn²⁺** i **Hg²⁺** to doprowadzając go do pH = 0,5 – 2,5 można ekstrahować najpierw jony **Hg²⁺**, a następnie przy pH w granicach 6,5 – 10 jony **Zn²⁺** w postaci ditizonianów do tetrachlorku węgla. Trwały pomarańczowy ditizonian rtęci ulega ekstrakcji nawet z bardzo kwaśnych roztworów (pH ok. 0).

Do rozdzielacza wprowadzamy około 2 cm³ wody, 1 kroplę specjalnie przygotowanego i wydzielonego roztworu soli **Hg(NO₃)₂** oraz 2 krople roztworu **Zn(NO₃)₂**; następnie dodać 2 krople stężonego **H₂SO₄** i ekstrahować ditizonian rtęci za pomocą 2 – 3 cm³ roztworu **ditizonu**. Oddzielić fazę organiczną spuszczać ją do probówki. Czynność tę powtarzać aż do momentu całkowitej ekstrakcji **Hg²⁺** z roztworu wodnego, tj. aż do uzyskania zielonej barwy kolejnej porcji ditizonu [nie ulega już odbarwieniu po wstrząsaniu]. Po całkowitym wyekstrahowaniu rtęci wytworzyć środowisko amoniakalne dodając amoniaku i następnie ekstrahować ditizonian cynku dwukrotnie za pomocą ditizonu. Obserwować i opisać zmiany zarówno w fazie wodnej, jak i organicznej po każdym dodaniu nowego odczynnika.

1.2.3. Wpływ reakcji strącania na ekstrakcję - rozdzielanie Ag^+ .

Tworzenie się związków trudno rozpuszczalnych w jednej z faz stanowi utrudnienie w ekstrakcji do fazy drugiej, np.: ditizonian srebra daje się ekstrahować w szerokim zakresie pH. Jeśli jednak dodać do roztworu wodnego jonów Cl^- lub SCN^- strącanie AgCl lub AgSCN przeszkadza w ekstrakcji ditizonianu srebra wobec tego samego pH.

Do probówki wlać 5 cm^3 wody i dodać 1 kroplę roztworu AgNO_3 , 1 – 2 krople roztworu stężonego H_2SO_4 i około 1 cm^3 ditizonu. Wytrząsać. W tych warunkach ekstrahuje się ditizonian srebra (żółty). Dodać nadmiar chlorków w postaci stałego KCl i zamieszać. Ditizonian srebra rozkłada się.

1.2.4. Przemieszczanie stanu równowagi kompleksów roztworze wodnym.

Kompleksy tiocyjanianowy kobaltu (II) są mało trwale w roztworze wodnym. W obecności rozpuszczalnika organicznego, który ekstrahuje $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SCN})_4$ i niebieski kompleks pojawia się w fazie organicznej (wszystkie stany równowagi ulegają przesunięciu w prawo).

Do probówki wlać około 1 cm^3 roztworu CoCl_2 a następnie dodać trochę stałego NH_4SCN . Początkowo blado-różowy roztwór jonów kobaltu przechodzi w czerwony. Dodać około 1 cm^3 alkoholu amylowego (dostępny w dygestorium) i zamieszać- to powoduje pojawienie się niebieskiego zabarwienia w warstwie rozpuszczalnika organicznego. Następnie do roztworu wodnego kontaktującego się z fazą organiczną zawierającą kompleks Co^{2+} dodać 1 – 2 cm^3 10% roztworu EDTA . Wymieszać niebieskie zabarwienie powinno zniknąć. **Roztwór zlać do specjalnego pojemnika znajdującego się w dygestorium !!!**

Informacja: Dodatek EDTA , silnie kompleksuje jony kobaltu w roztworze wodnym. Dodanie EDTA rozkłada kompleks tiocyjanianowy i powoduje przejście jonów kobaltu z powrotem do **roztworu** wodnego.

2. Opracowanie wyników

- Opisać zachowanie się ditizonu w zależności od pH opierając się na badaniach prowadzonych w pkt. 1.1.
- Podać warunki ekstrakcji i reekstrakcji ditizonianu cynku.
- W jaki sposób można stwierdzić, że rtęć została całkowicie wyekstrahowana z fazy wodnej?.
- Podać barwy roztworów przy poszczególnych etapach wykonania ćwiczenia.
- Jakie zmiany można zaobserwować w roztworze zawierającym ditizonian srebra (faza organiczna) po dodaniu stałego KCl po wykonaniu ćwiczenia w pkt. 1.2.3?

- Uzupełnić tabelkę po wykonaniu ćwiczenia:

| Kation | Reakcje charakterystyczne | pH | Zabarwienie ditizonianu w CCl ₄ |
|------------------|---------------------------|----|--|
| Zn ²⁺ | | | |
| Hg ²⁺ | | | |
| Ag ⁺ | | | |

- Podać reakcje tworzenia i równowagi kompleksów Co²⁺ z jonami SCN⁻ w środowisku wodnym i organicznym oraz ich barwę.
- Podać reakcje charakterystyczne na wykrywanie kationów.
- Jakie są inne sposoby rozdziału i wykrywania kationów Ag⁺ i Hg²⁺? Opisać je reakcjami.

3. Wnioski

4. Zakres materiału

- Jakie parametry charakteryzują proces ekstrakcji?
- Charakterystyka układów ekstrakcyjnych?
- Na czym polega ekstrakcja w układach jonowo – asocjacyjnych i wewnętrznych chylatów?
- Jakie znaczenie posiadają reakcje maskowania w ekstrakcji?
- Jakie warunki muszą spełniać rozpuszczalniki organiczne stosowane w procesach ekstrakcji?
- Co to jest reekstrakcja? Podać metody i omówić techniki ekstrakcyjne.

5. Literatura

- J. Minczewski, Z. Marczenko *Chemia analityczna, t 3*, PWN W-wa 1976
- W. N. Aleksiejew *Analiza jakościowa*