

## Rozdział przez ekstrakcję

### 1. Wykonanie ćwiczenia

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

**Uwaga ! Zaleca się założyć rękawiczki !!!**

#### 1.1. Ekstrakcja ditizonu w zależności od pH.

1.1.1. Do próbki wlać ok. 2,5 cm<sup>3</sup> wody destylowanej a następnie dodać około 1 cm<sup>3</sup> roztworu **ditizonu** (roztwór ten jest zielony). Dodać 3 – 4 krople **2 M NH<sub>3</sub> aq**; lekko wstrząsać – zapisać ewentualne zmiany a następnie dodać 5 - 6 kropeł stężonego kwasu **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** 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 próbki wlać około 2 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i dodać 3 krople specjalnie przygotowanego i wydzielonego roztworu soli cynku [parapet] i kilka kropeł **2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**, następnie dodać około 2 cm<sup>3</sup> 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** i wytrząsać. Następuje ekstrakcja jonów **Zn<sup>2+</sup>** z powrotem do fazy wodnej i zielona barwa roztworu ditizonu powinna pojawić się ponownie.

##### 1.2.2. Rozdzielanie **Zn<sup>2+</sup>** i **Hg<sup>2+</sup>**.

Jeżeli roztwór badany zawiera kationy **Zn<sup>2+</sup>** i **Hg<sup>2+</sup>** to doprowadzając go do pH = 0,5 – 2,5 można ekstrahować najpierw jony **Hg<sup>2+</sup>**, a następnie przy pH w granicach 6,5 – 10 jony **Zn<sup>2+</sup>** 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 cm<sup>3</sup> wody, 1 kroplę specjalnie przygotowanego i wydzielonego roztworu soli **Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>** oraz 2 krople roztworu **Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>**; następnie dodać 2 krople stężonego **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** i ekstrahować ditizonian rtęci za pomocą 2 – 3 cm<sup>3</sup> roztworu **ditizonu**. Oddzielić fazę organiczną spuszczać ją do próbki. Czynność tę powtarzać aż do momentu całkowitej ekstrakcji **Hg<sup>2+</sup>** 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 $\text{Ag}^+$ .

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  $\text{Cl}^-$  lub  $\text{SCN}^-$  strącanie  $\text{AgCl}$  lub  $\text{AgSCN}$  przeszkadza w ekstrakcji ditizonianu srebra wobec tego samego pH.

Do próbki wlać 5  $\text{cm}^3$  wody i dodać 1 kroplę roztworu  $\text{AgNO}_3$ , 1 – 2 krople roztworu stężonego  $\text{H}_2\text{SO}_4$  i około 1  $\text{cm}^3$  ditizonu. Wytrząsać. W tych warunkach ekstrahuje się ditizonian srebra (żółty). Dodać nadmiar chlorków w postaci stałego  $\text{KCl}$  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 próbki wlać około 1  $\text{cm}^3$  roztworu  $\text{CoCl}_2$  a następnie dodać trochę stałego  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Początkowo blado-różowy roztwór jonów kobaltu przechodzi w czerwony. Dodać około 1  $\text{cm}^3$  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  $\text{Co}^{2+}$  dodać 1 – 2  $\text{cm}^3$  10% roztworu  $\text{EDTA}$ . Wymieszać niebieskie zabarwienie powinno zniknąć. **Roztwór zlać do specjalnego pojemnika znajdującego się w dygestorium !!!**

**Informacja:** Dodatek  $\text{EDTA}$ , silnie kompleksuje jony kobaltu w roztworze wodnym. Dodanie  $\text{EDTA}$  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  $\text{KCl}$  po wykonaniu ćwiczenia w pkt. 1.2.3?

- Uzupełnić tabelkę po wykonaniu ćwiczenia:

Kation	Reakcje charakterystyczne	pH	Zabarwienie ditizonianu w CCl <sub>4</sub>
Zn <sup>2+</sup>			
Hg <sup>2+</sup>			
Ag <sup>+</sup>			

- Podać reakcje tworzenia i równowagi kompleksów Co<sup>2+</sup> z jonami SCN<sup>-</sup> w środowisku wodnym i organicznym oraz ich barwę.
- Podać reakcje charakterystyczne na wykrywanie kationów.
- Jakie są inne sposoby rozdziału i wykrywania kationów Ag<sup>+</sup> i Hg<sup>2+</sup>? 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*