

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ  
ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ

Кафедра аналитической, физической химии и физико-химии полимеров

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ  
МЕТОД АНАЛИЗА

Методические указания к лабораторной работе № 8  
по физико-химическим методам анализа

Волгоград 2007

УДК 542

## ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Методические указания к лабораторной работе № 8 по физико-химическим методам анализа/ Сост. С.С. Радченко, Ф.С. Радченко; Волгоград. гос. техн. ун-т. – Волгоград, 2007. – 18 с.

Излагаются теоретические основы экстракционного процесса. Рассматриваются способы проведения экстракции. Приводится классификация экстракционных процессов по природе и свойствам экстрагентов и по типу соединения, переходящего в органическую фазу.

Предназначена для студентов, обучающихся по направлению 55080, 55180.

Табл.: 3 Библиогр.: 3 назв.

Рецензент: Г.Д. Бахтина

Печатается по решению редакционно-издательского совета

Волгоградского государственного технического университета

© Волгоградский  
государственный  
технический  
университет, 2007

## Лабораторная работа №8

# ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Экстракционные методы пригодны для концентрирования, извлечения микрокомпонентов или макрокомпонентов, индивидуального и группового выделения компонентов при анализе разнообразных промышленных и природных объектов. Метод прост и быстр в выполнении, обеспечивает высокую эффективность разделения и концентрирования и совместим с разными методами определения. Экстракция позволяет изучать состояние веществ в растворе при различных условиях, определять физико-химические характеристики, например, константы диссоциации кислот и оснований, константы устойчивости комплексов. Многие аналитически важные экстракционные системы стали миниатюрными прообразами некоторых важных технологических экстракционных процессов.

## 1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ЭКСТРАКЦИОННОГО МЕТОДА РАЗДЕЛЕНИЯ

Экстракция – это физико-химический процесс распределения вещества между двумя фазами, чаще всего между двумя несмешивающимися жидкостями, обычно между водой и органическим растворителем. При экстракции одновременно протекают процессы: образование экстрагируемых соединений; распределение экстрагируемых соединений между водной и органической фазами; реакции в органической фазе (диссоциация, ассоциация, полимеризация).

Соединение (обычно в органической фазе), ответственное за образование экстрагируемого соединения, называют *экстрагентом*. Инертные органические растворители, такие, как хлороформ, тетрахлорид углерода, бензол, применяемые для улучшения физических и экстракционных свойств экстрагента, называют *разбавителями*. Органическую фазу, отделенную от водной фазы и содержащую экстрагированные соединения, называют *экстрактом*.

Перевод вещества из органической фазы в водную называют *реэкстракцией*, а раствор, используемый для реэкстракции – *реэкстрагентом*.

Условия способствующие экстракции вещества:

1. Чтобы ион металла и другие заряженные частицы перешли в органическую фазу, необходимо нейтрализовать заряд. Ионы металла можно связать в незаряженный комплекс; комплексы, имеющие заряд, можно экстрагировать в виде ионных ассоциатов.
2. Чем больше энергия сольватации и меньше энергия гидратации экстрагирующихся соединений, тем выше степень извлечения.
3. Чтобы соединение полностью экстрагировалось, необходимо обеспечить его гидрофобность, т. е. должны, как правило, отсутствовать гидрофильтные группы ( $-SO_3H$ ,  $-COOH$ ,  $-OH$  и др.) и внешняя органическая часть хелата должна быть достаточно объемистой и могла блокировать гидрофильную часть молекулы.
4. С увеличением размера молекул экстрагирующегося соединения степень извлечения обычно повышается, поскольку крупные молекулы сильнее нарушают структуру воды.
5. Экстракции способствует «сольватация» молекулами экстрагента. Например, экстракция ионов кадмия, кобальта и других двухзарядных ионов 8-гидроксихинолином в  $CHCl_3$  обеспечивается образованием соединений состава  $M(Ox)_{2n}HOx$ .
6. Экстракция ионных ассоциатов ухудшается с увеличением заряда и уменьшением размера ионов. При прочих равных условиях обычно лучше экстрагируются однозарядные ионы, хуже – двух- и особенно трехзарядные.
7. При прочих равных условиях более устойчивые комплексы экстрагируются лучше.

## 1.1. ОСНОВНЫЕ ЗАКОНЫ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Распределение вещества А в условиях равновесия в системе, состоящей из двух ограниченно смешивающихся жидких фаз, можно представить в виде

$$A_{(B)} \Leftrightarrow A_{(O)} \quad (1)$$

Изменение энергии Гиббса для гетерогенного равновесия описывается уравнением вида

$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \ln \frac{(a_A)_{(O)}}{(a_A)_{(B)}} \quad (2)$$

где  $(a_A)_{(O)}$  и  $(a_A)_{(B)}$  – активности вещества в органической и водной фазах.

Поскольку в условиях равновесия  $\Delta G = 0$ , получим

$$\frac{(a_A)_{(O)}}{(a_A)_{(B)}} = e^{-\Delta G^0 / RT} = K_D^0 \quad (3)$$

Отсюда следует, что при постоянных температуре, давлении и ионной силе отношение активностей одной и той же формы растворенного вещества в этих фазах – величина постоянная (закон распределения Нернста). Величину  $K_D^0$  называют константой распределения. В реальных условиях, поскольку коэффициенты активности, особенно в органической фазе, редко известны, используют реальную константу распределения.

$$K_D = \frac{[A]_{(O)}}{[A]_{(B)}} \quad (4)$$

где  $[A]_{(O)}$  и  $[A]_{(B)}$  – концентрации вещества в органической и водной фазах.

Предельное значение  $K_D$  найденное при ионной силе стремящейся к нулю, близко к термодинамической константе распределения. Если обе фазы – растворы, насыщенные относительно твердой фазы, и экстрагируемое вещество существует в единственной форме, то при равновесии константа распределения равна

$$K_D = \frac{s_{(O)}}{s_{(B)}} \quad (5)$$

где  $s_{(O)}$  и  $s_{(B)}$  – растворимости вещества в органической и водной фазах.

Экстрагируемое вещество может находиться в растворе в разных формах. Практический интерес представляет отношение суммарных концентраций всех форм вещества в двух фазах, т. е. коэффициент распределения

$$D = \frac{c(O)}{c(B)} \quad (6)$$

Значение коэффициента распределения зависит от условий экстракции, например от pH и концентрации экстрагента, тогда как константа распределения постоянна (при  $I=const$ ).

Количество вещества в каждой из фаз будет равно

$$Q(B) = c(B)V(B) \quad \text{и} \quad Q(O) = c(O)V(O) \quad (7)$$

где  $c(B)$  и  $c(O)$  – концентрации вещества в фазах;  $V(B)$  и  $V(O)$  – объемы фаз.

Используя эти обозначения можно показать связь коэффициента распределения  $D$  со степенью извлечения  $R$

$$R = \frac{c(O)V(O)}{c(B)V(B) + c(O)V(O)} = \frac{D}{D + V(B)/V(O)} \quad (8)$$

Коэффициент распределения  $D$  выражает соотношение общих концентраций вещества в обеих фазах, следовательно, эта величина будет зависеть от условий распределения и не зависеть от объемов фаз. В отличие от  $D$ , степень извлечения  $R$ , выражающая долю проэкстрагированного вещества от общего его количества, зависит от соотношения объемов фаз и при одном и том же коэффициенте распределения вещество при постоянном объеме водной фазы  $V(B)$  извлекается тем полнее, чем больше объем органической фазы  $V(O)$ .

## 1.2. СПОСОБЫ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСТРАКЦИОННОГО ПРОЦЕССА

Периодическая экстракция представляет собой экстракцию вещества из водной фазы отдельными порциями свежего экстрагента. При достаточно высоких значениях коэффициента распределения однократная экстракция позволяет количественно извлечь вещество в органическую фазу. Эффективность однократной экстракции можно характеризовать степенью извлечения,

расчитанной по формуле (8). Если однократная экстракция не обеспечивает достаточной степени извлечения, то ее можно повысить за счет увеличения  $V_{(O)}$  или прибегая к многократной экстракции. Часть вещества, оставшаяся в водной фазе после первой экстракции, будет равна:

$$(1 - R) = \frac{c_{(B)}V_{(B)}}{c_{(B)}V_{(B)} + c_{(O)}V_{(O)}} = \frac{1}{D \frac{V_{(O)}}{V_{(B)}} + 1} \quad (9)$$

После любой  $n$ -кратной экстракции оставшуюся часть вещества в водной фазе можно рассчитать по формуле:

$$(1 - R) = \frac{1}{\left[ D \frac{V_{(O)}}{V_{(B)}} + 1 \right]^n} \quad (10)$$

Отсюда степень извлечения вещества после  $n$ -кратной экстракции равна

$$R = 1 - \frac{1}{\left[ D \frac{V_{(O)}}{V_{(B)}} + 1 \right]^n} \quad (11)$$

Расчет распределения вещества в зависимости от числа экстракций показывают, что для достижения максимальной степени извлечения число последовательных экстракций может быть не более 5–6. Периодическую экстракцию преимущественно проводят в делительной воронке. В делительную воронку вводят водный раствор, содержащий экстрагируемое соединение, и органический растворитель, не смешивающийся с водной фазой. Затем воронку энергично встряхивают для обеспечивания хорошего контакта фаз. После встряхивания фазы разделяют.

**Непрерывная экстракция** – осуществляется при непрерывном и относительном перемещении двух фаз; одна из фаз, обычно водная, остается неподвижной.

**Противоточная экстракция.** Последовательность операций в противоточном распределении заключается в том, что верхняя, как правило, органическая фаза переносится последовательно через серию экстракционных

трубок и в каждой из них контактирует со свежими порциями нижней водной фазы до установления равновесия. Таким образом, на каждой стадии происходит распределение веществ между свежими порциями обеих фаз. Процесс установления равновесия и переноса повторяют  $n$  раз. Эффективность метода противоточной экстракции велика; даже при небольшой разнице в значениях коэффициентов распределения разделяемых веществ путем увеличения числа равновесий и переносов можно достичь их количественного разделения и выделения. Наиболее эффективно разделение осуществляется при условии, когда коэффициенты распределения не слишком малы и не слишком велики. Если коэффициенты распределения разделяемых веществ малы, то разделение неэффективно, поскольку на каждой стадии переносится небольшое количество каждого вещества. При больших значениях коэффициентов распределения необходимо большое число ступеней, поскольку вещества плохо удерживаются в водной фазе.

Противоточную экстракцию применяют для разделения сложных смесей, а также для выделения малых количеств компонентов из больших объемов исходного материала.

### **1.3. КЛАССИФИКАЦИЯ ЭКСТРАКЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ**

В основу классификации экстракционных процессов можно положить разные признаки: природу и свойства экстрагентов; тип соединения, переходящего в органическую фазу.

Экстракционные процессы по типу используемого экстрагента можно разделить на три группы: экстракция кислотными (катионообменными), основными (анионообменными) и нейтральными экстрагентами (табл. 1.1).

Нейтральные экстрагенты, как правило, обладающие высокой донорной способностью, используют для экстракции незаряженных комплексов ионов металлов с лигандами типа  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\Gamma$ ,  $\text{SCN}^-$ . Например, экстракцию циркония из хлоридных растворов описывают уравнением

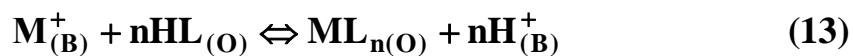


где ТБФ — трибутилфосфат.

Таблица 1.1. Классификация экстракционных процессов, основанная на природе экстрагента

Тип экстрагента	Группы соединений
Кислотные (катионо-обменные)	Хелатообразующие: $\beta$ -дикетоны, купфероны, гидроксамовые кислоты, 8-гидроксихинолин, диметилглиоксим, дифенилтиокарбазон, диэтилдитиокарбаминаты. Карбоновые и нафтеновые кислоты. Фосфороганические кислоты: ди(2-этилгексил)fosфорная. Сульфокислоты: динонилнафталинсульфокислота
Основные (анионо-обменные)	Соли третичных аминов. Соли четвертичных аммониевых оснований – $\text{R}_4\text{N}^+\text{X}^-$ . Соли тетрафенилфосфония и тетрафениларсония – $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{P}^+\text{X}^-$ и $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{As}^+\text{X}^-$
Нейтральные (координационные)	Эфиры: диэтиловый, 2,2-дихлордиэтиловый Кетоны: метилизобутилкетон, окись мезитила, циклогексанон Фосфаты – $(\text{RO})_3\text{PO}$ ; фосфонаты – $(\text{RO})_2\text{RPO}$ ; фосфинаты – $(\text{RO})\text{R}_2\text{PO}$ ; фосфиноксиды – $\text{R}_3\text{PO}$ ; фосфины – $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{P}$ Диантгирилметан и его аналоги. Сульфиды – $\text{RR}'\text{S}$ ; сульфоксиды – $\text{RR}'\text{SO}$ . Производные тиомочевины – $(\text{RNH})(\text{R}'\text{NH})\text{CS}$

Среди кислотных экстрагентов часто используют хелатообразующие реагенты и фосфороганические кислоты. Реакция этих экстрагентов с ионами металла с некоторым упрощением может быть представлена в виде уравнения



Экстракция с основными экстрагентами может протекать по механизму ионного обмена:



Обычно все экстрагенты (исключая изоамиловый спирт, диэтиловый эфир, 2,2-дихлордиэтиловый эфир и метилизобутилкетон) используют в виде их растворов в органическом растворителе.

Органический растворитель – разбавитель улучшает экстракционные и физические свойства органической фазы. К разбавителям предъявляются требования: относительная плотность разбавителя (относительно воды) значительно больше или меньше единицы, в этом случае фазы хорошо расслаиваются; слабая растворимость в воде; малая токсичность; невысокая стоимость. Широко используют такие растворители, как тетрахлорид углерода  $\text{CCl}_4$  ( $\rho=1,59$ ), хлороформ  $\text{CHCl}_3$  ( $\rho=1,49$ ), реже бензол  $\text{C}_6\text{H}_6$ , (токсичен,  $\rho=0,88$ ), гексан ( $\rho=0,66$ ), толуол ( $\rho=0,87$ ).

Классификация экстрагирующихся соединений по типу дает наиболее полное представление о механизме экстракционных процессов. Можно выделить два типа экстрагирующихся соединений: неионизованные (однородно- и смешанолигандные комплексы) и ионные ассоциаты. В свою очередь каждый тип объединяет соединения, отличающиеся строением, природой связи и характером взаимодействия с экстрагентом (табл. 1.2).

**Координационно-несольватированные нейтральные соединения.** К этой группе относятся соединения с преимущественно ковалентной связью, поэтому они в заметной степени не гидратируются и не сольватируются. Распределение подобных соединений хорошо описывается законом распределения. Эти соединения экстрагируются растворителями различной природы, а инертными растворителями (бензол, тетрахлорид углерода) — избирательно.

**Внутрикомплексные соединения (ВКС).** Напомним, что ВКС принадлежат к циклическим комплексным соединениям, т. е. к хелатам. Однако образование ВКС всегда связано с вытеснением по крайней мере одного иона водорода. Кроме незаряженных ВКС имеются положительно и отрицательно заряженные комплексы. Катионные ВКС можно экстрагировать при введе-

нии крупных гидрофобных анионов, анионные – при введении крупных гидрофобных катионов.

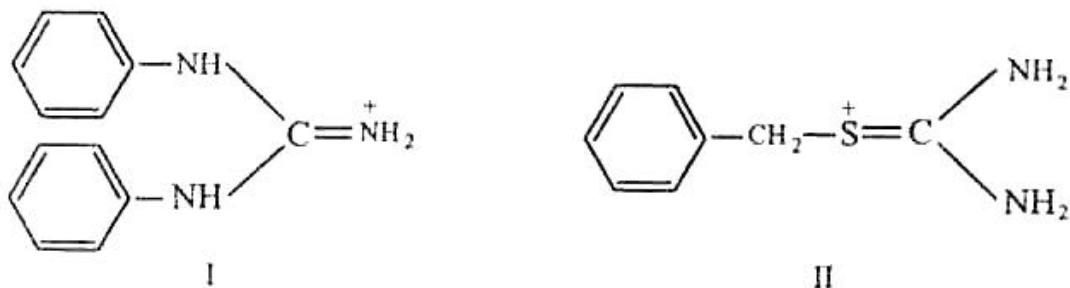
Таблица 1.2. Типы и группы экстрагирующихся соединений

Основные типы соединений	Группы соединений
Неионизованные	Координационно-несольватированные соединения с ковалентной связью: хлориды ( $HgCl_2$ , $AsCl_3$ , $SbCl_3$ , $GeCl_4$ ); бромиды ( $HgBr_2$ , $AsBr_3$ , $SbBr_3$ , $GeBr_4$ , $SeBr_4$ ); иодиды ( $HgI_2$ , $AsI_3$ , $SbI_3$ , $SnI_4$ ); оксиды ( $RuO_4$ , $OsO_4$ ) Внутрикомплексные соединения: 8-гидроксихинолинаты, диэтилдитиокарбаминаты, дитизонаты, $\beta$ -дикетонаты и др. Координационно-сольватированные нейтральные комплексы: хлориды $MCl_nL_x$ ( $M=Sc(III)$ , $Zr(IV)$ , $Hf(IV)$ , $Th(IV)$ , $Au(III)$ и др.); нитраты $M(NO_3)_nL_y$ ; $L$ – нейтральные экстрагенты
Ионные ассоциаты	Координационно-несольватированные ионные ассоциаты: $[B^+][A^-]$ , где $B^+$ – основные экстрагенты. $A^-$ – $ClO_4^-$ , $ReO_4^-$ , $MnO_4^-$ и др. Комплексные кислоты: ( $HFeCl_4$ , $H_2CdI_4$ , $HSbCl_6$ и др.); экстрагенты – основные и нейтральные

**Координационно-сольватированные нейтральные комплексы.** Во внутреннюю координационную сферу иона металла такого комплекса обычно входит неорганический лиганд ( $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$ ,  $NO_3^-$ ) и экстрагент, например  $ScCl_3(TBF)_3$ ,  $Zr(NO_3)_4(TBF)_2$ ,  $UO_2(NO_3)_2(TBF)_2$ ,  $UO_2Br_2(TBF)_2$ , где ТБФО – трибутилфосфиноксид. Следовательно, при образовании и экстракции подобных комплексов необходимо присутствие экстрагентов, имеющих электронодонорные атомы, например атом азота, кислорода или серы. К таким экстрагентам относят нейтральные экстрагенты. При подборе неорганического лиганда и экстрагента удобно руководствоваться принципом жестких и мягких кислот и оснований.

**Координационно-несольватированные ионные ассоциаты.** Это соединения крупных гидрофобных катионов (например, тетрафениларсоний,

тетрафенилфосфоний) с анионами  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{RO}_4^-$ ,  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{IO}_4^-$  и другими крупными анионами, которые не сольватированы или почти не сольватированы. Поставщиками крупных органических катионов могут быть основные красители – трифенилметановые, антипириновые и ксантеновые; дифенилгуанидиний (I) и бензтиуроний (II):



Катионные красители используют для концентрирования и экстракционно-фотометрического определения анионов типа  $\text{AuCl}_4^-$ ,  $\text{AuBr}_4^-$ ,  $\text{TlCl}_4^-$ ,  $\text{SbCl}_6^-$ ,  $\text{FeCl}_4^-$ . Поставщиками крупных анионов могут быть нафталинсульфокислоты (III), пикриновая кислота (IV), тетрафенилборат ( $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}^-$ ):



Так, для извлечения тяжелых щелочных металлов, особенно цезия, используют тетрафенилборат и пикрат. Экстракция таких ассоциатов увеличивается с увеличением размера входящих в их состав катиона и аниона, гидрофобности последних и с ростом диэлектрической проницаемости растворителя.

**Комплексные кислоты** общей формулы  $\text{H}_n\text{MX}_{n+m}$ , где  $m$  – заряд иона металла, а  $n$  обычно равно 1 или 2, например  $\text{HFeCl}_4^-$ ,  $\text{H}_2\text{CdI}_4$ ,  $\text{HNbF}_6^-$ ,  $\text{HSbCl}_6^-$  экстрагируются лишь экстрагентами, способными к протонированию в кислой среде, а также солями четвертичных аммониевых оснований. Экстракция комплексных кислот зависит от следующих факторов:

- чем меньше заряд аниона, тем меньше гидратация и тем лучше извлекаются комплексные кислоты кислородсодержащими растворителями, хуже всего экстрагируются трехзарядные анионы;
- увеличение размера комплексного аниона благоприятствует экстракции;
- с увеличением устойчивости комплексного аниона расширяется интервал концентрации неорганического лиганда и ионов водорода, в котором осуществляется полная экстракция;
- увеличение электроотрицательности периферийных атомов комплекса способствует образованию водородных связей с молекулами воды, т. е. увеличивает гидратацию комплекса и приводит к понижению экстракции;
- снижение сольватирующей способности экстрагента по отношению к гидрату протона приводит к падению экстракции, разветвленный радикал экстрагента по сравнению с линейным обычно способствует ухудшению экстракции.

## **2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

### **2.1. РЕАКТИВЫ**

- 1) стандартный раствор соли висмута  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  с концентрацией 0,1 мг/л;
- 2) насыщенный раствор тиомочевины;
- 3) хлорная кислота, разбавленная 1:10;
- 4) азотная кислота, разбавленная 1:1;
- 5) экстрагент – смесь моно- и ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, концентрацией 1:1 в гексане.

### **2.2. ОБОРУДОВАНИЕ**

- 1) фотоэлектроколориметр – 1 шт.;
- 2) бюретка на 25 мл – 1 шт.;
- 3) мерные колбы на 25 мл – 7 шт.;
- 4) делительная воронка на 100 мл – 1 шт.;
- 5) мерные цилиндры на 25 мл – 2 шт.;
- 6) бумажный фильтр – 1 шт.

### **2.3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**

Определение концентрации окрашенных растворов веществ основано на зависимости интенсивности прошедшего через раствор монохроматического света (при постоянной интенсивности падающего света) от природы растворенного вещества, толщины слоя раствора и его концентрации. Эту зависимость называют законом Бугера–Ламберта–Бера.

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon cl \quad (15)$$

где  $I$  и  $I_0$  – интенсивности прошедшего и падающего света соответственно,  $\varepsilon$  – молярный коэффициент молярного поглощения,  $c$  – концентрация раствора,  $l$  – толщина слоя раствора,  $D$  – оптическая плотность раствора.

Молярный коэффициент поглощения зависит от природы растворенного вещества, длины волны монохроматического света и температуры раствора.

### **2.3.1. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА**

В 6 мерных колб емкостью 25 мл последовательно отмерить с помощью бюретки от 1 до 6 мл стандартного раствора соли висмута  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  прилить во все колбы с помощью дозатора по 10 мл  $\text{HNO}_3$  (1:1) и по 5 мл насыщенного раствора тиомочевины используя мерный цилиндр, довести объемы растворов в колбах дистиллированной водой до меток, закрыть пробками и тщательно перемешать. Установить на фотоколориметре длину волны равную 400 нм. Измерить оптические плотности полученных растворов, начиная с раствора с наименьшей концентрации. В качестве раствора сравнения используется дистиллированная вода. Полученные данные заносят в таблицу, предварительно рассчитав концентрацию висмута в размерности «моль/л».

Таблица 3

№п/п	Концентрация $\text{Bi}^{3+}$ , моль/л	D
1		
2		
3		
4		
5		
6		

По данным таблицы построить график зависимости оптической плотности (D) от концентрации висмута.

### **2.3.2. ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСТРАКЦИИ ВИСМУТА И ЕГО КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

В делительную воронку с анализируемой смесью, содержащей висмут, никель и медь, прилить 8 мл экстрагента. Закрыв плотно пробку, энергично встряхивать воронку в течение трех минут. Оставить воронку в покое в тече-

ние пяти минут для четкого расслоения фаз, после чего водную фазу слить через краник внизу делительной воронки в стакан для слива неорганических веществ. Сливать водную фазу следует осторожно, чтобы вместе с ней не слить часть органической фазы. Затем в делительную воронку прилить 8 мл разбавленной (1:10) хлорной кислоты, встряхивать 3 минуты, пять минут отстаивать и слить водный слой в стакан для слива неорганических веществ. Это делается для того, что бы извлечь из органической фазы примеси (незначительные количества ионов меди и никеля). Отмытый от мешающих ионов экстракт подвергнуть реэкстракции. С этой целью к органической фазе с помощью дозатора прилить 5мл азотной кислоты (1:1), в течение трех минут энергично встряхивать и в течение пяти минут отстаивать. Водный слой осторожно слить в мерную колбу на 25 мл, не допуская попадания туда органического слоя. Реэкстракцию повторить трижды, каждый раз сливая водный слой в одну и ту же колбу. Остаток органической фазы в делительной воронке слить в стакан для слива органических веществ. Затем к реэкстракту прилить 5мл тиомочевины, и довести до метки содержимое колбы дистиллированной водой, тщательно перемещать. Произвести измерение оптической плотности полученного раствора, фильтруя его через сухой бумажный фильтр прямо в кювету, ополоснув ее первыми порциями фильтрата. По калибровочному графику найти концентрацию висмута, соответствующую найденной величине оптической плотности. Ошибка определения 1-3 %.

### **3. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Применение экстракционных методов.
2. Определение экстракции. Что называют экстрагентом, разбавителем, экстрактом, реэкстракцией и реэкстрагентом?
3. Условия способствующие экстракции вещества.
4. Что такое константа распределения и коэффициент распределения? От чего они зависят. Что такое степень извлечения?

5. Классификации экстракционных процессов по природе и свойствам экстрагентов.
6. Классификация экстракционных процессов по типу соединения, переходящего в органическую фазу.
7. Способы проведения экстракционных процессов, их достоинства.
8. На чем основано определение концентрации растворенного вещества фотоколориметрическим методом?

### **Рекомендуемая литература**

1. Под редакцией академика Ю. А. Золотова. Основы аналитической химии. М.: Высшая школа. 2004. Т. 1.–360с.
2. К. Гекслер, Х. Экштайн. Аналитические и препаративные лабораторные методы. М.: Химия. – 1994. – 410 с.
3. Ю. А. Золотов Экстракция внутрикомплексных соединений.–М.: Наука. 1968.–312с.

Составители:                   Станиславов Сергеевич Радченко  
                                     Филипп Станиславович Радченко

Экстракционно-фотометрический метод анализа.

Методические указания

Редактор Л.П. Кузнецова

Темплан 2007 г., поз.Н\_\_\_\_\_.

Подписано в печать\_\_\_\_\_. Формат Н60х84 1/16

Бумага газетная. Печать офсетная. Усл.печ.л.\_\_\_\_\_.

Уч.-изд.л.\_\_\_\_\_. Тираж 300 экз. Заказ\_\_\_\_\_. Бесплатно.

Волгоградский государственный технический университет  
400131, Волгоград, просп. им. В.И. Ленина, 28.

РПК "Политехник" Волгоградского государственного технического университета

400131, Волгоград, ул. Советская, 35.