

TADEUSZ KARDASZ

## UPROSZCZONY SPOSÓB PRZEPROWADZANIA EKSTRAKCJI Z ROZTWORÓW WODNYCH ROZPUSZCZALNIKAMI ORGANICZNYMI DLA CELÓW ANALITYCZNYCH

Ośrodek Metodyczno-Naukowy IUNG Wrocław. Kierownik — prof. dr K. Boratyński

W chemicznej analizie ilościowej szerokie zastosowanie znalazła metoda wydzielania określonego pierwiastka (związku chemicznego) z roztworu wodnego mieszaniny w drodze ekstrakcji rozpuszczalnikami organicznymi [2].

Pierwiastki metaliczne przeprowadzane są w tym przypadku w połączenia organiczno-mineralne i w tej postaci ekstrahowane z roztworu wodnego. Przez dobór odpowiednich warunków ekstrakcji można spowodować, że jony (związki) przeszkadzające nie przechodzą do wyciągu organicznego, dzięki czemu jest możliwe wydzielenie z mieszaniny i oznaczenie danego pierwiastka.

Jeżeli do ekstrakcji badanego pierwiastka z dużej ilości roztworu wodnego użyjemy małej ilości rozpuszczalnika organicznego, uzyskamy znaczne jego zagęszczenie, pozwalające na stosowanie konwencjonalnych metod oznaczania. Ma to szczególnie duże znaczenie przy analizowaniu materiału, w którym badany pierwiastek występuje w ilościach śladowych.

W pracowniach chemiczno-rolniczych i gleboznawczych z takimi przypadkami spotykamy się przy oznaczaniu zawartości niektórych mikroelementów w glebie i roślinie. Tak na przykład oznaczenie zawartości przyswajalnej dla roślin miedzi w glebie polega na sporządzeniu odpowiedniego wyciągu z gleby (rozcieńczony  $\text{HNO}_3$ , rozcieńczony  $\text{HCl}$ , EDTA itp.), na ekstrakcji miedzi z roztworu wodnego za pomocą  $\text{CCl}_4$  lub innego rozpuszczalnika organicznego, z równoczesnym przeprowa-

dzeniem jej w karbaminian, oraz na pomiarze ekstynkcji uzyskanego roztworu.

Podobnie przy kolorymetrycznym oznaczaniu zawartości Mo czy Zn w glebie lub roślinie ekstrahuje się je z odpowiednio uzyskanych roztworów wodnych za pomocą rozpuszczalników organicznych jako połączenia barwne i dokonuje pomiarów ekstynkcji tych roztworów organicznych.

Do przeprowadzenia tego rodzaju ekstrakcji zalecane i stosowane są powszechnie szklane lejki rozdzielcze koniczne lub cylindryczne (tzw. rozdzielacze), w których po dodaniu odpowiednich odczynników miesza się (wytrząsa) roztwór wodny z odpowiednim rozpuszczalnikiem organicznym. Po odstaniu i rozdzieleniu się obu faz — wodnej i organicznej — odpuszcza się przez kurek ciecz znajdującą się na dole i w ten sposób oddziela obie fazy od siebie.

Samo mieszanie (wytrząsanie) przeprowadzić można ręcznie lub mechanicznie. Stosunkowo krótki na ogół czas potrzebny do wytrząsania, z jednej strony, a mała wydajność przy względnie dużych wymiarach istniejących specjalnych urządzeń do mechanicznego wytrząsania [1] w rozdzielaczach, z drugiej strony, sprawiają, że w pracowniach badawczych zdecydowanie przeważa ręczne wytrząsanie.

Ten sposób jednakże przy przeprowadzaniu większych serii oznaczeń, np. przy badaniach masowych zawartości mikroelementów w glebach, jakie obecnie podejmują stacje chemiczno-rolnicze, jest kłopotliwy, nie mówiąc o tym, że może powodować pewne błędy (różne i zmienne warunki ekstrakcji).

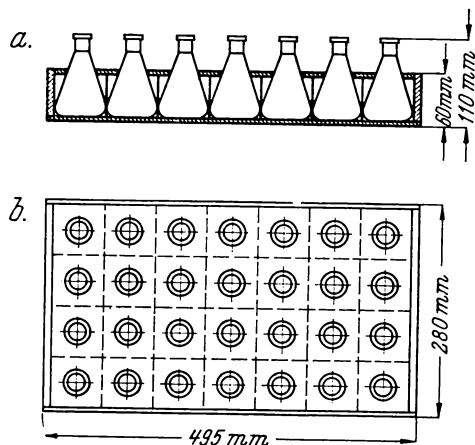
Prace podjęte w Ośrodku Metodyczno-Naukowym IUNG we Wrocławiu nad dostosowaniem metod kolorymetrycznego oznaczania pierwiastków śladowych do oznaczeń seryjnych doprowadziły do opracowania uproszczonego sposobu przeprowadzania ekstrakcji rozpuszczalnikami organicznymi z roztworów wodnych.

Opracowany sposób przeprowadzania ekstrakcji jest prosty, wygodny i umożliwia przeprowadzanie analiz w większych seriach. Lejki rozdzielcze (rozdzielacze) zastąpione zostają przez kolbki stożkowe i kapilarę szklaną do odciągania fazy wodnej. W miejsce specjalnych urządzeń do mechanicznego wytrząsania w rozdzielaczach stosuje się proste w konstrukcji, krajowe wytrząsarki poziome<sup>1</sup>.

Przedstawiony poniżej sposób przeprowadzania ekstrakcji znaleźć może zastosowanie nie tylko przy analizach mikroelementów, ale we wszystkich innych przypadkach, gdy w toku analizy przewidziana jest

<sup>1</sup> Producent: Mechanika Precyzyjna — Warszawa.

ekstrakcja oznaczanego związku z roztworu wodnego za pomocą rozpuszczalników organicznych zarówno cięższych, jak też lżejszych od wody.



Rys. 1. Stelaż z kolbkami stożkowymi

a — przekrój podłużny, b — widok z góry

Rack with Erlenmeyer flasks

a — longitudinal cross-section, b — view from above

#### OPIS SPOSOBU PRZEPROWADZANIA EKSTRAKCJI

Odpowiednią ilość roztworu wodnego, przygotowanego do ekstrakcji, przenosi się do suchych kolbek stożkowych na 100 ml („Silvit”, najlepiej z korkiem szklanym<sup>2</sup>) i zadaje określoną ilością rozpuszczalnika organicznego. Kolbki zamyka się korkami, umieszcza w stelażu (patrz rys. 1) i wytrząsa na wytrząsarce poziomej przez odpowiedni okres czasu. Po zakończeniu wytrząsania i rozdzieleniu się faz wyjmuje się kolbki ze stelaża i trzymając je ukośnie usuwa fazę wodną za pomocą kapilary połączonej z pompką wodną.

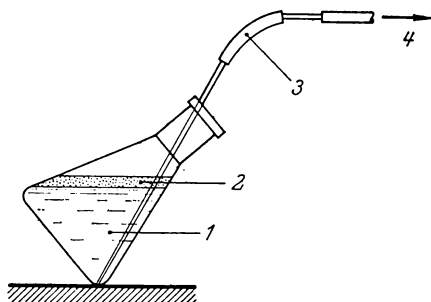
W celu usunięcia resztek roztworu wodnego bądź domieszek mechanicznych sący się pozostały w kolbce roztwór organiczny przez suchy sącdek bądź przenosi do probówek wirówkowych i odwirowuje. W tym ostatnim przypadku, podobnie jak poprzednio, usuwa się przy pomocy kapilary resztki roztworu wodnego.

Na rysunku 2 przedstawiony jest przykładowo sposób odciągania fazy wodnej w przypadku rozpuszczalnika organicznego lżejszego od wody. Przy wprowadzaniu kapilary do roztworu wodnego poprzez roztwór

<sup>2</sup> Można również stosować korki winidurowe, gumowe itp. w zależności od rodzaju rozpuszczalnika.

organiczny, a szczególnie przy wyjmowaniu kapilary po usunięciu roztworu wodnego, należy przerwać ssanie przez zaciśnięcie palcami węża gumowego, łączącego kapilarę z pompką wodną, jak to pokazano na rys. 3. Da się to łatwo uczynić, gdyż ze względu na niewielkie podciśnienie, potrzebne do odciągnięcia fazy wodnej, do połączenia kapilary z pompką wodną można użyć cienkościennego węża gumowego.

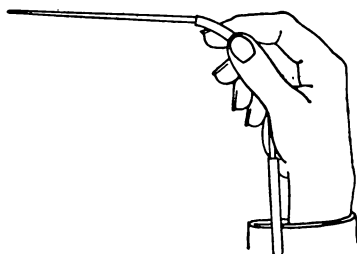
W przypadku stosowania rozpuszczalnika organicznego cięższego od wody postępowanie jest analogiczne i jeszcze prostsze, gdyż roztwór wodny znajduje się nad fazą organiczną.



Rys. 2. Sposób odciągania fazy wodnej  
1 — roztwór wodny, 2 — rozpuszczalnik organiczny, 3 — wąż gumowy, 4 — do pompki wodnej

Procedure in drawing off the water phase

1 — aqueous solution, 2 — organic solvent, 3 — thin-walled rubber tube; 4 — to water pump



Rys. 3. Sposób trzymania kapilary  
Mode of holding the capillary tube

W zasadzie należy posługiwać się dwoma kapilarami długości około 10 cm, o różnej średnicy w zależności od ilości odciąganej roztworu wodnego, np. o średnicy wlotu około 1 mm dla odciągnięcia z kolbek i około 0,5 mm przy probówkach wirówkowych.

Stelaż na kolbki, przedstawiony na rys. 1, o wymiarach  $495 \times 280 \times 60$  mm, dostosowany do wspomnianej wyżej wytrząsarki poziomej, podzielony jest przegrodami wewnętrznymi na 28 miejsc. Posiada on przykrywkę z odpowiednimi otworami okrągłymi, co pozwala na utrzymanie kolbek stożkowych w pozycji pionowej podczas wytrząsania. Przykrywka osłania także częściowo badane roztwory od światła, co przy niektórych oznaczeniach może być nie bez wpływu na otrzymane wyniki.

Stelaż można sporządzić ze sklejki albo lepiej z tworzywa sztucznego, np. z płyt winidurowych.

Jak wykazały badania porównawcze, uzyskuje się przy opisanym sposobie wytrząsania co najmniej kilkakrotne skrócenie czasu w porównaniu do wytrząsania ręcznego.

#### LITERATURA

- [1] Jackson M. L.: Soil chemical analysis. 1960, s. 404.  
[2] Morrison G. H., Freiser H.: Ekstrakcja w chemii analitycznej. PWT, 1960.

Т. КАРДАШ

#### УПРОЩЕННЫЙ СПОСОБ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСТРАКЦИИ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ОРГАНИЧЕСКИМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ ДЛЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЦЕЛЕЙ

Научно-методический пункт Института Агротехники Удобрения и Почвоведения, Wrocław

#### Резюме

Описано упрощение способа проведения экстракции органическими растворителями из водных растворов, особенно пригодное для серийных определений. Заключается оно в замещении распределителей конусообразными колбами и капиллярной трубкой для отвода жидкой фазы. Благодаря этому взбалтывание водного раствора с органическим растворителем может быть легко механизировано без необходимости применения специального типа взбалтывателей.

T. KARDASZ

#### A SIMPLIFIED METHOD OF EXTRACTION FROM AQUEOUS SOLUTIONS WITH ORGANIC SOLVENTS FOR ANALYTICAL PURPOSES

Scientific Methods Division, Institute of Soil Science and Plant Cultivation, Wrocław

#### Summary

A simplified extraction method from aqueous solutions by means of organic solvents is described which seems especially suitable for serial analyses. The usual separatory funnels are replaced by erlenmeyer flasks and a capillary tube for drawing off the water phase. In this way mixing (shaking up) of the aqueous solution with the organic solvent can be easily mechanized without resorting to a special type of shaker.

