

Protokoll

2.8 Extraktion von Cobalt aus einem $\text{Co}^{2+}/\text{Ni}^{2+}$ -Lösungsgemisch vom 30.10.2002

Aufgabenstellung

- Bestimmung des Verteilungskoeffizienten ν

Geräte

- Reagenzgläser
- Pasteurpipette
- Messpipette mit Pileusball
- Stopfen

Chemikalien

- 1mL 0.1M CoSO_4 -Lösung
- 1mL 0.1M NiSO_4 -Lösung
- 2mL 8M Ammoniumrhodanidlösung (NH_4SCN)
- ca. 70mL Essigsäureethylester ($\text{CH}_3 - \text{COO} - \text{C}_2\text{H}_5$)

Durchführung

- exakt 1mL CoSO_4 und 1mL NiSO_4 miteinander mischen
- die NH_4SCN -Lösung komplett zum $\text{Co}^{2+}/\text{Ni}^{2+}$ -Lösungsgemisch geben
- 4mL Essigsäureethylester der Lösung zugeben
- Reagenzglas mit Stopfen verschließen und gut schütteln
- Phasentrennung abwarten (ca. 3min)
- die untere, wässrige Phase möglichst quantitativ abnehmen und wieder 4mL Essigsäureethylester zugeben
- erneut extrahieren und den Vorgang noch zweimal wiederholen
- am Ende nochmals die wässrige Phase abnehmen
- zur Bestimmung des Verteilungskoeffizienten ν füllt man 1mL der ersten organischen Phase in ein Reagenzglas
- nun solange Essigsäureethylester zugeben, bis Farbe mit der der Lösung zwei übereinstimmt
- dies wird mit 1mL der zweiten und dritten Extraktion wiederholt
- Bestimmung der erreichten Volumina mittels Messzylinder

Beobachtung / Messwerte

- nach Zugabe der Thiocyanatlösung zum $\text{Co}^{2+}/\text{Ni}^{2+}$ -Lösungsgemisch färbt sich die Lösung tiefblau
- durch Zugabe von Essigsäureethylester tritt eine Phasentrennung ein
- die obere Phase ist tiefblau, die untere grünlich/türkis
- nach 2.Phasentrennung:
 - die obere Phase ist blau, die untere grün
- nach 3.Phasentrennung:
 - die obere Phase ist hellblau, die untere hellgrün
- nach 4.Phasentrennung:
 - die obere Phase ist babyblau, die untere lindgrün

Messwerte:

Phase (i)	Volumen (V_i)
1	4,8mL
2	3,8mL
3	4,5mL

Auswertung und Diskussion

Der Anfangs entstandene Komplex ist eine tiefblaue Co^{2+} -Verbindung:



Durch Zugabe des organischen Lösungsmittel findet eine Extraktion des Co-Komplexes vom Nickel statt. Der Großteil des Co-Komplexes geht in die organische Phase über und trennt sich von der Nickelverbindung, die in der wässrigen Phase verbleibt (anfangs aber noch mit Co-Komplex-Rückständen). Durch mehrfaches Wiederholen, des Tennungsvorgangs bleibt am Ende nur noch die Nickelverbindung in der wässrigen Phase übrig.

Berechnung des Verteilungskoeffizienten:

$$\nu = \frac{V_i - V_0}{V_0}$$
$$\nu_1 = 4,8 - 1 = 3,8 \quad \nu_2 = 3,8 - 1 = 2,8 \quad \nu_3 = 4,5 - 1 = 3,5$$
$$\bar{\nu} = 3,37$$

Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

Sammelbehälter für Versuch 2.8:

1. Cobaltkomplex enthaltender Essigsäureethylester
2. Ni²⁺-haltige Phase