



ELEKTROGRAWIMETRIA

Elektrogravimetryczne oznaczanie miedzi i niklu w roztworze

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości miedzi i niklu w roztworze w postaci metalu wydzielającego się na katodzie.

Odczynniki:

- Kwas siarkowy, stężony
- Kwas azotowy, stężony
- Azotan miedzi $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- Stężony amoniak (ok. 25% roztwór NH_3)
- Siarczan amonu, krystaliczny
- Siarczan niklu $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 0.1% roztwór heksacyjanożelazianu (III) potasu ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$)
- Roztwór DMG
- Alkohol do przemywania katody

Aparatura i szkło laboratoryjne:

- Kolba miarowa o pojemności 100 ml – 3 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 10 ml – 2 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 5 ml – 2 szt.
- Zlewka o pojemności 250 ml – 1 szt.
- Zlewka o pojemności 100 ml – 2 szt.
- Elektrolizer
- Elektroda platynowa – 2 szt.
- Płytki ceramiczne na próby – 2 szt.
- Szkiełko zegarkowe lub bibuła, zakraplacz – 2 szt.

Sposób wykonania:

1. Oznaczanie miedzi:

- Zważyć katodę przed rozpoczęciem pomiarów na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g.**
- Przygotować wodny roztwór $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ poprzez rozpuszczenie 0,6040 g (lub nieco poniżej) krystalicznej soli w kolbie miarowej 100 cm³, a następnie przenieść cały roztwór do naczynka reakcyjnego uzupełniając wodą do 150 cm³.
- Dodać 5 cm³ stężonego H_2SO_4 , ogrzać roztwór do temp. ok. 80°C. Wrzucić myszkę (mieszadło) i zanurzyć elektrody do 2/3 ich wysokości.

- d) Włączyć mieszanie i przeprowadzić elektrolizę przy $I = 1$ A oraz napięciu powyżej 2V (postępować zgodnie z instrukcjami prowadzącego).

Przebieg wydzielania się miedzi z roztworu ocenia się w przybliżeniu na podstawie zabarwienia roztworu (orientacyjny czas trwania elektrolizy można przewidzieć na podstawie prawa Faradaya). Obecność lub brak miedzi w elektrolicie sprawdzić za pomocą reakcji kroplowej. W tym celu pobrać kroplę roztworu elektrolitu i umieścić na szkiełku zegarkowym lub specjalnej płytce ceramicznej. Do kropli elektrolitu dodać kroplę 0.1 % roztworu heksacyjanożelazianu(III) potasu ($K_3Fe(CN)_6$). W przypadku obecności miedzi powstaje czerwono-brunatne zabarwienie.

- e) Po zakończeniu elektrolizy układ elektrod należy podnieść, a katodę z wydzieloną miedzią należy przemyć (nie wyłączając prądu) wodą, a następnie alkoholem.
f) Katodę z osadem miedzi wysuszyć suszarką, ostudzić i zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g.
g) Warstwę miedzi z katody usunąć poprzez zanurzenie w stężonym kwasie azotowym, wysuszyć suszarką, ostudzić i zważyć elektrodę na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g.

2. Oznaczanie niklu:

- a) **Zważyć katodę przed rozpoczęciem pomiarów na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g.**
b) Przygotować wodny roztwór $NiSO_4$ poprzez rozpuszczenie 0,4215 g (lub nieco mniej) krystalicznej soli w kolbie miarowej 100 cm³, a następnie przenieść cały roztwór do naczynka reakcyjnego uzupełniając wodą do 150 cm³.
c) Dodawać stężony amoniak do uzyskania niebieskiego zabarwienia roztworu soli.
d) Wrzucić myszkę (mieszadło) i zanurzyć elektrody do 2/3 ich wysokości.
e) Włączyć mieszanie i przeprowadzić elektrolizę przy $I = 1$ A oraz napięciu powyżej 4V (postępować zgodnie z instrukcjami prowadzącego).

Przebieg wydzielania się niklu z roztworu ocenia się w przybliżeniu na podstawie zabarwienia roztworu (orientacyjny czas trwania elektrolizy można przewidzieć na podstawie prawa Faradaya). Obecność lub brak niklu w elektrolicie sprawdzić za pomocą reakcji kroplowej z DMG (dwumetyloglioksym) na bibule, szkiełku zegarkowym lub specjalnej płytce ceramicznej (różowoczerwone zabarwienie świadczy o obecności niklu).

- f) Po zakończeniu elektrolizy katodę z wydzielonym niklem należy wyjąć i przemyć wodą, a następnie alkoholem.
g) Katodę z warstwą niklu wysuszyć suszarką, ostudzić i zważyć (na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g).
h) Warstwę niklu z katody usunąć przez zanurzenie w gorącym kwasie azotowym (1:2), wysuszyć suszarką, ostudzić i zważyć elektrodę na wadze analitycznej z dokładnością do 0.0001 g.



3. Oznaczanie miedzi i niklu w mieszaninie.

- a) Otrzymaną mieszaninę roztworu soli miedzi i niklu przenieść do naczynka reakcyjnego uzupełniając wodą do 150 cm³.
- b) Przeprowadzić elektrolizę miedzi zgodnie z punktami 1 c – g, a następnie elektrolizę niklu zgodnie z punktami 2 c – h.

Opracowanie wyników:

1. Z różnicy masy czystej katody i z osadzonym metalem wyznaczyć masę wydzielonych metali.
2. Obliczyć % efektywności elektrolizy porównując do masy metalu zawartej w rozpuszczonej soli.
3. Zaproponować przelicznik wagowy oparty na masie molowej metalu i jego soli.
4. Obliczyć teoretyczne czasy elektrolizy dla 100% efektywności procesu korzystając z prawa Faradaya oraz danych i wielkości, które były używane w poszczególnych doświadczeniach.
5. Dla badanej mieszaniny wyznaczyć masy wydzielonych metali oraz % zawartość miedzi i niklu w mieszaninie wykorzystując wyznaczone % efektywności elektrolizy poszczególnych metali.

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. A. Cygański „Podstawy metod elektroanalitycznych” WNT 2004.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna” PWN 1998.
5. Poradnik fizykochemiczny, PWN.