

Электрогравиметрический метод определения содержания меди



Химия

Физическая химия

Электрохимия

Электролиз

Химия

Аналитическая химия

Другие методы химического анализа



Уровень сложности

твёрдый



Размер группы

2



Время подготовки

10 Минут



Время выполнения

20 Минут

PHYWE
excellence in science

Общая информация

Описание

PHYWE
excellence in science

Экспериментальная установка

Электрогравиметрия - это аналитический процесс, определяющий концентрацию вещества. Электрогравиметрия первоначально переводит растворенное вещество в твердое вещество.

Как правило, определяемый металл осаждается на катод, как только к электронам прикладывается постоянное напряжение. Катод точно взвешивают до и после электролиза, и массу определяют, определяя разницу.

Платиновая сетка выбирается в качестве катода, а платиновая проволока - в качестве анода. Электрогравиметрические измерения проводятся в растворе серной кислоты, чтобы предотвратить окисление на аноде.

Дополнительная информация (1/2)

PHYWE
excellence in science

предварительные знания



Научный принцип



- Электрогравиметрия служит преимущественно для количественного определения катионов, которые при приложении электрического тока либо восстанавливаются до металла на катоде, либо окисляются до труднорастворимого оксида на аноде.
- Увеличение массы на катоде или аноде в конце электролиза определяется при взвешивании, и на основании этого можно рассчитать количество катионов или анионов.
- Законы электролиза Фарадея описывают корреляцию между количеством веществ, преобразованных в реакциях на электродах, и приложенным зарядом (количеством электричества).
- Постоянная Фарадея, которая выступает в качестве коэффициента пропорциональности, может быть экспериментально определена из этой зависимости.

Дополнительная информация (2/2)

PHYWE
excellence in science

Цель обучения



Задачи



- Законы Фарадея применимы к осаждению ионов на электродах.
- Первый закон Фарадея: Количество осажденного вещества пропорционально количеству тока, протекающего через проводник. В качестве катода обычно выбирают большой и внешний электрод. Благодаря большей площади поверхности возможно лучшее отделение меди.
- Электрогравиметрия в первую очередь используется для определения катионов, катодно восстанавливаемых до металла (например, Cu, Ag, Au, Ni, Co, Zn, Cd) электрическим током. В данном эксперименте электрогравиметрия используется для определения меди.
- Экспериментальная установка состоит из двух платиновых электродов. Катод выполнен в виде проволочной сетки цилиндрической формы, а анод - в виде спирали. Определение меди исследуют электрогравиметрическим определением количества меди в данном растворе образца.

Инструкции по технике безопасности

PHYWE
excellence in science

Опасности

- Кислоты оказывают сильное раздражающее действие!
- Этанол очень легко воспламеняется
- Носите защитные очки!

Этанол: Высоко воспламеняющаяся жидкость и пар. вызывает серьезное раздражение глаз

Серная кислота: Может вызывать коррозию металлов. Вызывает серьезные ожоги кожи и повреждение глаз.

Азотная кислота: Может усилить огонь; окислитель. Вызывает серьезные ожоги кожи и повреждение глаз.

Теория

PHYWE
excellence in science

Электрогравиметрия используется для количественного определения катионов, которые либо восстанавливаются до металла на катоде, либо окисляются до труднорастворимого оксида на аноде. Увеличение массы катода или анода в конце электролиза определяется взвешиванием. По разнице в массе можно рассчитать количество катионов или анионов.

Благородные металлы и Cu, Ni, Co могут быть осаждены в элементарной форме. Для электролиза требуется напряжение для непрерывного осаждения металлов на катоде или оксидов металлов на аноде. Это значение можно рассчитать по разнице между потенциалом анода и катода, а также по перенапряжению (возникающему в результате ингибирования реакции) и омическому сопротивлению раствора электролита.

При более высоких температурах (выше 60 °C) проводимость может быть значительно увеличена, чтобы добиться более высокого тока и более быстрого осаждения. При нанесении металлов (например, меди) платиновый электрод будет покрыт медью. Для электрогравиметрического разделения плотность тока должна быть в пределах 5-50 мА / см².

Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	Магнитная мешалка MR Hei-Tec, с нагревателем	35752-93	1
2	PHYWE Источник питания, универсальны DC: 0...18 V, 0...5 A / AC: 2/4/6/8/10/12/15 V, 5 A	13504-93	1
3	Цифровой мультиметр, 3 1/2 разрядный дисплей с NiCr-Ni термопарой	07122-00	2
4	Платиновые электроды для электрогравиметрии	45210-00	1
5	Соединительный проводник, 500 мм, красный	07361-01	1
6	Соединительный проводник, 500 мм, синий	07361-04	1
7	Соединительный проводник, 750 мм, красный	07362-01	2
8	Соединительный проводник, 750 мм, синий	07362-04	1
9	Магнитная мешалка, цилиндрическая, 30 мм	46299-02	1
10	Штативный стержень, нерж. ст., l=500 мм, резьба M10.	02022-20	1
11	Держатель для динамометра	03065-20	1
12	Штативный стержень, нерж. ст., с отверстием, l=100 мм	02036-01	1
13	Держатель для двух электродов	45284-01	1
14	Прямоугольный зажим	37697-00	2
15	Мензурка, высокая, 250 мл	46027-00	3
16	Мерная пипетка, 50 мл	36581-00	1
17	Градуированная пипетка, 10 мл	36600-00	1
18	Шаровая пипетка	36592-00	1
19	Пипетки Пастера, l=145 мм, 250 шт.	36590-00	1
20	Резиновые наконечники для пипеток, 10 шт.	39275-03	1
21	Промывалка, пластмасса, 500 мл	33931-00	1
22	Сульфат меди (II), крист., 250 г	30126-25	1
23	Серная кислота, 95-97%, 500 мл	30219-50	1
24	Азотная кислота, 65%, 1000 мл	30213-70	1
25	Этиловый спирт, абсолютный, 500 мл	30008-50	1
26	Вода, дистиллирован., 5 л	31246-81	1

PHYWE
excellence in science

Подготовка и выполнение работы

Подготовка (1/2)

PHYWE
excellence in science

Экспериментальная установка

Для количественного электрогравиметрического анализа платиновые электроды должны быть тщательно очищены, а также во всех используемых растворах следует избегать использования хлорид-ионов, так как хлор, который будет выделяться из них на аноде и разрушать платину.

Очистите электроды, окунув их в концентрированный раствор азотной кислоты (вытяжной шкаф!), Тщательно промойте дистиллированной водой, затем просушив в духовке при 110 ° C или окунув в чистый этанол и оставив сушиться на воздухе.

Подготовка (2/2)

PHYWE
excellence in science

Точно взвесьте цилиндрический катод из платиновой сетки. Зафиксируйте катод и анод из спиральной платиновой проволоки в держателе электродов и закрепите их на штативном стержне магнитной мешалки.

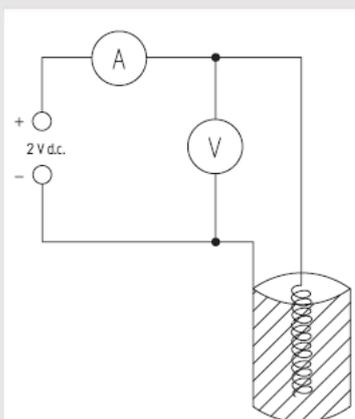
Необходимо немного согнуть анодную проволоку, чтобы она располагалась по центру цилиндрического катода. Опустите электроды в стеклянный стакан объемом 250 мл, чтобы стержень магнитной мешалки мог свободно вращаться. Закрепите термометр между стаканом и катодом.



Платиновые электроды

Выполнение работы (1/2)

PHYWE
excellence in science



Электрическая схема для электролиза

Поместите в мензурку помощью пипетки 50 мл 0,1 М раствора сульфата меди и 4 мл концентр. раствора серной кислоты, добавьте дистил. воду на 5-10 мм ниже верха цилиндрической проволочной сетки. Как показано на рисунке последовательно подключите мультиметр в качестве амперметра, а мультиметр, используемый в качестве вольтметра, - параллельно. Настройте магнитную мешалку на среднюю скорость перемешивания и нагрейте раствор до температуры 70-80 °С. Начните электролиз, подавая постоянный ток. потенциал +2 В на аноде относительно катода.

При снижении тока электролиза примерно до одной десятой его начальной величины (обычно через час) раствор должен стать бесцветным, а электролиз практически завершен. Для подтверждения этого разбавьте раствор дистиллированной водой, чтобы катод полностью покрыл катод. Если после электролиза в течение еще 15 минут свежая медь не осаждается на чистой части катода, то, не отключая питания, снимите термометр и осторожно поднимите электроды.

Выполнение работы (2/2)

- Хорошо промойте электроды дистиллированной водой и просушите их в духовом шкафу или погрузите в чистый этанол, а затем высушите на воздухе.
- Снова взвесьте катод из платиновой сетки и определите массу металлической меди, осажденной из раствора.
- Масса меди определяется как разность масс взвешивания катода до и после осаждения.



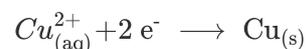
Оценка (1/5)



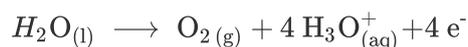
Электроды в установке

Когда два платиновых электрода погружаются в один и тот же раствор CuSO_4 и прикладывается небольшое внешнее напряжение, на катоде осаждается медь, а на аноде образуется кислород.

Катод:



Анод:



Оценка (2/5)

PHYWE
excellence in science

Катод теперь становится медным электродом, а анод - кислородным электродом, и они имеют разные потенциалы. Таким образом, платиновые электроды поляризуются. Между ними можно измерить так называемое напряжение поляризации. Оно противоположно приложенному чрезвычайно малому напряжению и предотвращает дальнейший электролиз. Когда внешнее напряжение увеличивается, ток сначала практически не изменяется. Однако начиная с определенного значения на кривой вольт-амперной характеристики наблюдается излом и происходит быстрое линейное повышение тока. Значение напряжения здесь соответствует максимальному напряжению поляризации и называется напряжением разложения.

Для осаждения последнего взвешенного количества меди требуется высокое напряжение. Напряжение разложения зависит от концентрации. На практике для осаждения кислорода необходим более отрицательный потенциал, чем рассчитанный по уравнению Нернста, то есть образование кислорода подавляется. Эта разница называется перенапряжением. Перенапряжение зависит от материала электродов, плотности тока, температуры и характера поверхности электрода.

Оценка (3/5)

PHYWE
excellence in science

Можно оценить минимальное напряжение, необходимое для электролиза. Предполагается, что начальная концентрация ионов меди составляет 0,1 моль / л, и электролиз считается завершенным, когда концентрация уменьшается до 0,000001 моль / л. Значение pH кислого раствора сульфата меди приблизительно равно нулю, а перенапряжение принимается равным +0,47 В. Подстановка этих значений в уравнения (4) и (5) приводит к минимальному диапазону напряжения, в котором должно происходить количественное электролитическое осаждение меди на катоде от 1,39 до 1,54 В.

Расчет является приблизительным, поскольку на обоих электродах существуют перенапряжения, и их не всегда просто измерить точно, особенно в перемешиваемых растворах. Кроме того, раствор между электродами представляет собой омическое сопротивление. Для его преодоления необходимо использовать определенное противодействующее напряжение, которое зависит от типа и концентрации электролита, а также от температуры. Электрогравиметрия - очень точный способ количественного определения меди, и учащиеся должны иметь возможность определять содержание меди в растворе пробы с точностью 1% или выше.

Оценка (4/5)

PHYWE
excellence in science

Объясните принцип электрогравиметрического определения меди

При электрогравиметрическом определении меди, металл _____ на платиновой сетке _____ и определяется разностью масс _____ катода до и после осаждения. Это электролитическое _____ обычно используется для электрогравиметрического определения _____. Внешний электрод большего размера выбран в качестве _____, потому что _____ площадь поверхности означает лучшее осаждение.

катода

взвешивания

катода

ионов металлов

большая

осаждается

осаждение

 Проверить

Оценка (5/5)

PHYWE
excellence in science

Выберите формулу для расчета потенциала электролиза меди (какое напряжение требуется для осаждения меди на электроде)?

 Формула А

 Формула В

 Формула С

 Проверить

А)

$$E_c = E_{\text{Cu}^{2+}|\text{Cu}} + \frac{RT}{nF} \ln \alpha_{\text{Cu}^{2+}}$$

В)

$$E_c = E_{\text{Cu}^{2+}|\text{Cu}} + \frac{RT}{F} \ln \alpha_{\text{Cu}^{2+}}$$

С)

$$E_c = E_{\text{Cu}^{2+}|\text{Cu}} + \frac{R}{n} \log \alpha_{\text{Cu}^{2+}}$$

Слайд	Оценка/Всего
Слайд 16: Электрография	0/7
Слайд 17: Рассчитать потенциал	0/1

Общий балл  0/8

 Показать решения

 Вспомнить