|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ROK | Nr zespołu | Lp. | Nazwisko | Imię | Sporządził |
| 2021 | 4 | 1 | Ryś | Przemysław | Przemysław Ryś |
| Grupa dziekanatowa | 2 | Penkala | Roch |  |
| 1 | 3 |  |  |  |
| Data: 23.04.2021 | 4 |  |  |  |

Ćwiczenie Nr 5

Podstawy elektrochemii

1. **Cel ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się ze zjawiskiem elektrolizy oraz budową i działaniem ogniwa galwanicznego.

1. **Zagadnienia do przygotowania**

* ***Na czym polega proces elektrolizy?***

Elektroliza to wymuszony przepływem prądu stałego, proces rozkładu substancji złożonej na proste. Do ujemnej katody dążą dodatnie kationy, które na powierzchni katody ulegają redukcji czyli przyłączają elektrony. Do dodatniej anody dążą ujemne aniony, które na powierzchni anody ulegają utlenieniu czyli oddają elektrony.

* ***Co to jest utlenianie oraz redukcja? Na jakich elektrodach zachodzą te procesy?***

Utlenianiem nazywamy reakcję, której towarzyszy oddawanie elektronów przez jony lub atomy pierwiastków chemicznych.

Redukcją jest natomiast reakcja, której towarzyszy pobieranie owych elektronów przez jony lub atomy pierwiastków chemicznych.

Procesy utleniania oraz redukcji są ze sobą zawsze sprzężone.

Elektroda, na której zachodzi reakcja utleniania, to anoda (-).

Elektroda, na której zachodzi reakcja redukcji, to katoda (+).

* ***Oblicz SEM ogniwa* Zn|Zn2+||Cu2+|Cu. *Zapisać równania reakcji elektrodowych oraz podaj kierunek wędrówki jonów w roztworze.***

E°Zn2+|Zn = -0,76 V (Anoda) : Zn 🡪 Zn2+ + 2e- (Reakcja utleniania)

E°Cu2+|Cu = 0,34 V (Katoda): Cu2+ +2e- 🡪 Cu (Reakcja redukcji)

SEM = E°Cu2+|Cu - E°Zn2+|Zn = 0,34 – (-0,76) = 1,1 V (SEM ma zawsze wartość dodatnią)

Jony przepływają od ujemnej anody w kierunku dodatniej katody.

* ***Na czym polega elektrograwimetryczne oznaczanie zawartości metali?***

Elektrograwimetryczne oznaczanie zawartości metali polega na wagowym oznaczaniu pierwiastków metalicznych, które w procesie elektrolizy wydzielają się na katodzie w postaci metalu lub na anodzie w postaci tlenku metalu. Ilość osadzonego produktu otrzymuje się ważąc elektrodę przed i po procesie elektrolizy.

1. **Opis wykonywanych eksperymentów i obserwacje.**
2. ***Ogniwo galwaniczne***

Przygotować dwie zlewki o objętości 50 cm3 . Do jednej z nich wlać roztwór siarczanu(VI) miedzi(II) CuSO4 o stężeniu 1 mol/dm3 , a do drugiej - roztwór siarczanu(VI) cynku ZnSO4 o stężeniu 1 mol/dm3. W roztworze CuSO4 zanurzyć oczyszczoną papierem ściernym płytkę miedzianą, natomiast w roztworze ZnSO4 – oczyszczoną płytkę cynkową. Obie elektrody połączyć z woltomierzem. Roztwory połączyć kluczem elektrolitycznym (rurka szklana napełniona roztworem chlorku potasu (KCl). Jakie jest wskazanie woltomierza? Jak nazywa się mierzona wielkość fizyczna? Zanotuj obserwacje.

**Obserwacje:**

W obu roztworach widoczny jest efekt wydzielenia się jonów.

Wskazanie woltomierza wyniosło 0,99 V. W przypadku odwrotnego podpięcia elektrod uzyskujemy ten sam wynik z odwrotnym znakiem. Jest to tzw. „siła elektromotoryczna”.

1. ***Elektrograwimetria***
2. ***Rozpuszczenie stopu***

1. Na wadze analitycznej odważyć (dokładnością do 0,0001 g) próbkę ok. 0,2 g stopu CuNi.

2. Elektrodę platynową (katodę) zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g.

3. Roztworzyć stop, w tym celu odważoną próbkę umieścić w zlewce, a następnie pod dygestorium (pamiętać o okularach ochronnych!!!) ostrożnie wlać do niej ok. 10 cm3 stęż. HNO3 (aż do całkowitego rozpuszczenia osadu).

1. ***Oznaczenie miedzi***

4. Do otrzymanego roztworu dodać ok. 5 cm3 stęż. H2SO4 (pamiętać o okularach ochronnych!!!).

5. Zlewkę umieścić na maszynce elektrycznej i ogrzewać do momentu pojawienia się białych dymów (odpędzenie nadmiaru kwasu azotowego w postaci tlenków azotu - bure dymy).

6. Roztwór ostudzić (koniecznie !)

7. Po ostudzeniu, do roztworu dodawać bardzo ostrożnie wodę destylowaną do obj. ok. 200 cm3.

8. Roztwór ponownie ogrzać (do ok. 80°C).

9. Stosując mieszanie roztworu (włączyć mieszadło magnetyczne) przeprowadzić elektrolizę przy natężeniu prądu 1-2 A i napięciu powyżej 2 V. Orientacyjny czas trwania elektrolizy przewidzieć na podstawie prawa Faradaya. Po tym czasie należy sprawdzić, czy miedź całkowicie wydzieliła się z roztworu. Można to jakościowo oszacować zanurzając elektrody głębiej w elektrolicie i obserwując czy osadza się nowa warstewka miedzi na świeżo zanurzonej powierzchni platyny. Dokładniej, obecność lub brak miedzi w elektrolicie sprawdzić za pomocą tzw. reakcji kroplowej. W tym celu pobrać kroplę roztworu elektrolitu (nie więcej ze względu na oznaczanie w roztworze również niklu) i umieścić np. na szkiełku zegarkowym. Do kropli elektrolitu dodać kroplę roztworu heksacyjanożelazianu(III) potasu (K3[Fe(CN)6]). W przypadku obecności miedzi powstaje czerwono-brunatne zabarwienie.

10. Po zakończeniu elektrolizy katodę z wydzieloną miedzią należy wyjąć i przemyć wodą destylowaną nie wyłączając prądu (wyłączenie za wcześnie może spowodować rozpuszczenie się części miedzi w kwaśnym elektrolicie). Katodę z osadem dodatkowo przepłukać w alkoholu oraz dokładnie wysuszyć (suszarka).

11. Po ostudzeniu, zważyć (z dokładnością 0,0001 g) na wadze analitycznej.

1. ***Oznaczanie niklu***

1. Pozostały po elektrolizie miedzi roztwór przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 500 cm3 (zlewkę, w której znajdował się roztwór dokładnie wypłukać wodą destylowaną przenosząc pozostałość do tej samej kolby). Kolbę uzupełnić wodą destylowaną do kreski i całość dokładnie wymieszać.

2. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą do kolb stożkowych o pojemności 250 cm3 trzy równoległe próbki po 25 cm3 każda.

3. Z cylindra miarowego dodać do każdej kolby po 10 cm3 roztworu NH4OH rozcieńczonego z wodą w stosunku 1:1.

4. Do każdej próbki dodawać kroplami odpowiednio przygotowany wcześniej roztwór mureksydu aż do uzyskania żółtego zabarwienia.

5. Miareczkować powoli roztworem EDTA o stężeniu 0,025 mol/dm3 .

1. **Opracowanie wyników**

***1. Zapisać równania reakcji elektrodowych zachodzących w ogniwie Zn|Zn2+||Cu2+|Cu. Podać kierunek wędrówki jonów w roztworze, a elektronów w zewnętrznym przewodniku metalicznym. Oblicz siłę elektromotoryczną SEM ogniwa i porównaj ją z wartością uzyskaną w doświadczeniu***.

E°Zn2+|Zn = -0,76 V (Anoda) : Zn 🡪 Zn2+ + 2e- (Reakcja utleniania)

E°Cu2+|Cu = 0,34 V (Katoda): Cu2+ +2e- 🡪 Cu (Reakcja redukcji)

SEM = E°Cu2+|Cu - E°Zn2+|Zn = 0,34 – (-0,76) = 1,1 V (SEM ma zawsze wartość dodatnią)

Elektrony przepływają od ujemnej anody w kierunku dodatniej katody.

Jony Zn2+ do roztworu, a jony Cu2+ osadzają się na płytce.

***2. Oblicz SEM ogniw: Zn|ZnSO4||FeSO4|Fe oraz Cu|CuSO4||AgNO3|Ag. Jakie reakcje elektrodowe zachodzą w obu ogniwach?***

Zn 🡪 Zn2+ + 2e- (Utlenianie) ; E°Zn2+|Zn = -0,76 V (Anoda)

Fe2+ + 2e- 🡪 Fe (Redukcja) ; E°Fe2+|Fe = -0,44 V (Katoda)

SEM(Zn|ZnSO4||FeSO4|Fe) = E°Fe2+|Fe - E°Zn2+|Zn = -0,44 – (-0,76) = 0,32 V

Cu 🡪 Cu2+ + 2e- (Utlenianie) ; E°Cu2+|Cu = 0,34 V (Anoda)

Ag2+ + 2e- 🡪 Ag (Redukcja) ; E°Ag2+|Ag = 0,80 V (Katoda)

SEM(Cu|CuSO4||AgNO3|Ag) = E°Ag2+|Ag - E°Cu2+|Cu = 0,80 – 0,34 = 0,46 V

***3. Na postawie prawa Faradaya obliczyć teoretyczny czas trwania elektrolizy potrzebny na całkowite wydzielenie miedzi z roztworu i porównać go z czasem rzeczywistym prowadzonego eksperymentu. Wyjaśnić rozbieżności.***

I prawo Faradaya dane jest równaniem: m = k\*I\*t gdzie k = ; F = 96500 C

Przekształcając wzór otrzymujemy: t =

Podstawiając dane otrzymujemy: t = s = 5 min

Rzeczywisty czas był dłuższy ponieważ wpłynął na to fakt, że badana próbka była zanieczyszczona innymi metalami (cynk i nikiel).

1. ***Zapisać reakcje elektrodowe (anodowe i katodowe) przebiegające w trakcie elektrolizy badanego roztworu.***

Cu2+ +2e- 🡪 Cu (reakcja katodowa)

Ni 🡪 Ni2+ + 2e- (reakcja anodowa)

1. ***Wyznaczyć masę miedzi wydzieloną na elektrodzie platynowej.***

Przed pomiarem katoda platynowa waży 22,0455 [g]

Po pomiarze katoda platynowa waży 22, 0604 [g]

Masa roztworzonego stopu wynosi 0,0125 [g]

Różnica mas katody po pomiarze i przed pomiarem wynosi 0,0149 [g]

Jest to masa większa od masy samej płytki stopu co może wiązać się z wydzieleniem się na katodzie prócz miedzi jakiegoś innego metalu którym zanieczyszczony był użyty roztwór.

1. ***Dokonać obliczeń stężenia molowego jonów niklu w miareczkowanej próbce, wiedząc, że EDTA reaguje z Ni2+ w stosunku molowym 1:1. Podać dokładność tego oznaczenia.***

m = 0,0125 [g]

V = 7,7 [cm3]

Cm = = 0,00415 []

***7. Określić masę niklu w badanej próbce.***

Stosunek masowy badanego stopu wynosi:

Cu ---- Ni ---- Zn

65 ---- 15 ---- 20

Sam stop waży 0,0125 [g], po ułożeniu odpowiedniej proporcji otrzymujemy, że:

M(niklu) = = 0,001875 [g]

***8. Podać zawartości Cu i Ni w % wagowych w badanym stopie i wyjaśnić dlaczego suma % wagowych nie wynosi 100%.***

%Cu = 65 %

%Ni = 15 %

Suma procentowa nie wynosi 100 % ponieważ stop zawiera również cynk obecny w 20%.

***9. Podać wnioski końcowe.***

W wyniku procesu elektrograwimetrii z roztworzonego stopu na płytce katodowej osadza się miedź, a sam roztwór zabarwił się lekkim różem, co sugeruje nam iż w badanym roztworze obecne są kationy miedzi.