

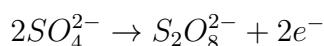
Úloha 6: Elektrolytická preparace a elektrogravimetrie

Zadané úlohy:

1. Anodickou oxidací roztoku síranu draselného v kyselině sírové připravte peroxodisíran draselný a proveďte s ním reakce podle návodu.
2. Galvanickým pokovením naneste na kovovou katodu povrchovou vrstvu mědi; přitom ověřte platnost Faradayova zákona stanovením relativní atomové hmotnosti mědi.
3. Poměděnou katodu použijte pro elektrogravimetrické stanovení molární koncentrace niklu v neznámém roztoku.

Teoretický úvod:

- Elektrolyza je redoxní děj, při kterém se na katodě ionty redukují a na anodě se oxidují. Peroxosíran si připravíme elektrolyzou, konkrétně oxidací síranu na anodě.



- Galvanickým pokovováním se nám z vodných roztoků solí na katodě vylučuje kov, který rovnoměrně pokrývá celý její povrch. (Měď v našem případě) Pomocí Faradayova zákona můžeme spočítat její relativní atomovou hmotnost.
- 2. Faradayův zákon: Množství různých látek přeměněná týmž nábojem jsou v poměru chemických ekvivalentů těchto látek.

$$m = \frac{MIt}{zF}$$

- Elektrogravimetrii zjistíme hmotnost vyloučeného niklu. Z této hmotnosti spočítáme koncentraci nikelnatých iontů v původním roztoku.

$$c = \frac{m}{MV}$$

Postup:

V první části byla sestavena aparatura elektrolyzáru, dále připojena na bublačku odvádějící vznikající plyny a směsí lihu a suchého ledu v Dewarově nádobě. Před začátkem elektrolyzy bylo chladicí medium schlazeno na $-30^\circ C$, na této teplotě bylo i po celou dobu reakce udržováno. Zdroj napětí připojen k aparatuře byl nastaven na proud $1.5A$ a napětí $6.0V$. Elektrolyza probíhala $65min$. Poté, co reakce skončila, byl elektrolyt odsán na fritě a produkt ($K_2S_2O_8$) byl několikrát promytý ethanolem od zbytku elektrolytu. Na analytické váze byla zvážena jeho hmotnost, $m = 1.3541g$. Dosazením do rovnice 2. Faradayova zákona jsme spočítali reálný výtěžek $K_2S_2O_8$ (viz. výpočty a chemické rovnice).

Výsledný produkt byl vložen do dvou zkumavek ($0.1g$), do jedné byly dále přidány $3ml$ 5% roztoku KI a $0.5ml$ 10% H_2SO_4 a do druhé $3ml$ roztoku $MnSO_4$ v 10% a $0.5ml$ 5% roztoku dusičnanu stříbrného. Obě zkumavky byly zahřány nad kahanem. Tyto pokusy byly poté zopakovány, ale $K_2S_2O_8$ bylo nahrazeno H_2O_2 ($0.5ml$) (popis chemických reakce viz výpočty a chemické rovnice).

V druhé části úlohy byl kovový plíšek sloužící jako katoda aparatury pro elektrogravimetrii a galvanické pokovení odmaštěn pomocí $6M HNO_3$ a následně byl opláchnut destilovanou vodou a ethanolem, poté byl vysušen a zvážen na analytických vahách, $m = 15.3223g$. Následně byla sestavena aparatura pro galvanické pokovování s měděnými anodami a

pomědňovacím roztokem. Proud byl nastaven na $0.5A$ a napětí na $0.9V$. Reakci jsme nechali běžet $20min$. Poté byla reakce zastavena, měděný plíšek, byl opět očištěn destilovanou vodou a ethanolem a usušen. Poměděný plíšek byl znovu zvážen na analytické váze, $m = 15.5608$. Podle 2. Faradayova zákona jsme spočítali relativní atomovou hmotnost mědi. (viz výpočty a chemické rovnice)

V poslední části úlohy byla sestavena elektrogravimetrická aparatura s platinovými anodami a poměděným plíškem. Byly smíchány $10ml$ neznámého roztoku s číslem 61 se $120ml$ destilované vody, $5g$ pevného $(NH_4)SO_4$. Elektrické napětí bylo nastaveno na $10V$. Reakce byla prováděna po dobu $75min$. Na hodinovém sklíčku jsme byli za použití diacetyldioximu přesvědčení, že byl z roztoku vyloučen všechnen nikl. Kapka po smíchání s diacetyldioximem zrudověla, ale netvořily se v ní žádné červené sraženiny. Aparatura byla odpojena od zdroje a byla vyjmuta poměděná destička s vyloučeným niklem. Tato destička byla očištěna destilovanou vodou a ethanolem a usušena. Po jejím zchlazení byla zvážena analytických vahách, $m = 15.5943g$

Vypočty a chemické reakce:

- *Reálný výtěžek $K_2S_2O_8$*

- Elektrolýzou bylo připraveno $1.3541g$, teoretický výtěžek spočítán jako (2. Faradayův zákon):

$$m = \frac{MIt}{zF} = \frac{270.32 \cdot 1.5 \cdot 3900}{2.96487} = 6.2875g$$

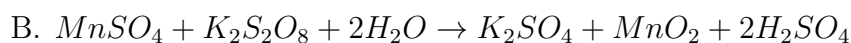
- Reálný výtěžek je tedy:

$$x = \frac{1.3541}{6.2875} = 21.5\%$$

- *Chemické reakce s $K_2S_2O_8$ a H_2O_2*



výsledný roztok byl tmavě rudý, stoupaly fialové páry jodu



výsledný roztok byl černý, černá sraženina



výsledný roztok byl tmavě žlutý, černá sraženina, stoupaly fialové páry jodu



Výsledný roztok byl bezbarvý.

- *Relativní atomová hmotnost Cu*

Galvanickým pokovením vzniklo na plíšku $0.2385g$ mědi, spočítáme relativní atomovou hmotnost mědi (2. Faradayův zákon):

$$A_r = \frac{mzF}{It} = \frac{0.2385 \cdot 2 \cdot 96487}{0.5 \cdot 1200} = 76.707$$

- *Koncentrace nikelnatých iontů*

Galvanickým pokovením vzniklo na plíšku $0.0335g$ niklu, spočítáme koncentraci nikelnatých iontů:

$$c = \frac{m}{MV} = \frac{0.0335}{58.69 \cdot 0.01} = 0.057 mol \cdot dm^{-3}$$

Závěr:

Praktický výtěžek $K_2S_2O_8$ bylo proti teoretickému jen 21.5%. Z pozorování reakcí s $K_2S_2O_8$ a H_2O , jsme vyvodili, že $K_2S_2O_8$ je silnějším oxidačním činidlem. Vypočtená relativní atomová hmotnost mědi $A_r = 76.707$ se nám významně mění od té tabulkové $A_r = 63.55$. Tato pravděpodobně vznikla nepřesným měřením času reakce. Koncentrace nikelnatých iontů v neznámém roztoku číslo 61 nám vyšla $c = 0.0570 mol \cdot dm^{-3}$.