

11. ANALÝZA SLITIN

1) Příprava vzorku:

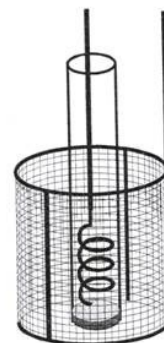
- na analytických váhách bylo naváženo → $m = 0,3686$ g vzorku slitiny
- také bylo naváženo → $m = 0,3972$ g standardu
- vzorky byly převedeny do kádinek na 100 ml + **10 ml směsi kyselin**, přikryty hodinovým sklíčkem a v digestoři mírně zahřívány
- po rozložení vzorků byly jejich roztoky ochlazeny → naředěny destilovanou vodou na 30 ml + za stálého míchání byl pipetkou přidáván **po kapkách NH_3** až do vytvoření stálého zákalu + potom **5 ml konc. CH_3COOH** .
- roztoky byly převedeny do 100 ml odměrné baňky, doplněny po rysku.

2) Ošetření Pt-elektrod:

- platinová síťkovou elektroda byla ponořena do destilované vody, potom do ethanolu a dána do sušárny (100°C),
- po vychladnutí byla zvážena $m_{\text{Pt-0}} = 20,1698$ g

3) Elektrogravimetrické stanovení Cu ve vzorku slitiny:

- do vysoké kádinky na 150 ml s míchadélkem → **20 ml vzorku slitiny + 30 ml 1 M HNO_3 + 1 g pevné močoviny** a objem byl upraven na 100 ml (ohřev na $60 - 70^\circ\text{C}$)
- vnější síťková elektroda byla připojena k **záporné** svorce (-), vnitřní drátková elektroda ke **kladné** svorce (+), elektrody se nesmí nikde dotýkat
- po 40 minutách byla analýza ukončena, síťkovou elektroda byla ponořena do destilované vody, potom do ethanolu a dána do sušárny (100°C)
- síťková elektroda byla po vychladnutí zvážena $m_{\text{Pt-Cu}} = 20,2283$ g



4) Výpočet hmotnosti Cu:

$$m_{\text{Cu}} = (m_{\text{vK}} - m_{\text{oK}}) \cdot V_0 / V_{\text{pip}}$$

$$\% \text{Cu} = m_{\text{Cu}} / m_{\text{slitiny}} \cdot 100$$

5) Jodometrické stanovení:

- titrační baňky na 250 ml + **10 ml roztoku Cu + 1 – 2 g pevného KI + 5 ml 20% NH_4SCN** (až po rozpuštění KI) → vše se zředí destilovanou vodou na cca 100 ml
- titruje se ihned **0,05 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$** do světle žlutého odstínu
- pak se přidají **2 ml roztoku škrobu** a po kapkách se titruje do špinavě bílé (popřípadě s růžovým nádechem).

Objem ekvivalence pro standard Cu:

$$V_1 = 13,70 \text{ ml}$$

$$V_2 = 13,80 \text{ ml}$$

$$V_3 = 13,85 \text{ ml}$$

Objem ekvivalence pro neznámý vzorek slitiny:

$$V_1 = 10,30 \text{ ml}$$

$$V_2 = 10,30 \text{ ml}$$

$$V_3 = 10,30 \text{ ml}$$

6) Vyhodnocení:

Standardizace odměrného roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$:

$$c(\text{Cu}) = m_{\text{Cu}}^0 / (M(\text{Cu}) \cdot V_0)$$

$$M(\text{Cu}) = 63,546 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$

$$V_0 = 100 \text{ ml}$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = [c(\text{Cu}) \cdot V(\text{Cu})] / V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})$$

Stanovení obsahu mědi ve slitině:

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = n(\text{Cu}) \quad m(\text{Cu}) = n(\text{Cu}) \cdot M(\text{Cu})$$

$$m(\text{Cu}) = M(\text{Cu}) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{ekv.}} \cdot V_0 / V_{\text{pip}}$$

$$\% \text{Cu} = m_{\text{Cu}} / m_{\text{slitiny}} \cdot 100$$