**11. A N A L Ý Z A S L I T I N**

*Elektrogravimetrické stanovení je založeno na kvantitativním elektrolytickém vydělení stanovované látky z analyzovaného roztoku ve formě vážitelného povlaku na vhodné inertní (např. platinové) elektrodě.*

*Při elektrochemických reakcích, probíhajících na elektrodách s vloženým stejnosměrným napětím, dochází na katodě k redukci kovových kationtů za vyloučení kovu, na anodě se jako výsledek oxidačních reakcí tvoří oxidy vyšších oxidačních stupňů, např. při elektrolýze roztoku s Pb2+ se na anodě vylučuje oxid olovičitý. Aby došlo k elektrolytickému vylučování kovu nebo oxidu, musí být na elektrody vloženo určité, tzv. rozkladné napětí Er, (tj. minimální napětí, které odpovídá součtu standardních elektrodových potenciálů pro jednotlivé reakce), které se odvozuje od rovnovážných potenciálů obou elektrod (EA, EK), jejichž hodnoty závisí podle Nernstova vztahu na koncentraci vylučovaných iontů.*

*Při našem experimentu technikou elektrolýzy za konstantního napětí souběžně s vylučováním mědi probíhá na katodě redukce kyseliny dusičné na kyselinu dusitou, která má oxidační vlastnosti a při jejím větším nahromadění (především ke konci elektrolýzy) může dojít k rozpuštění vyloučené mědi. Vznikající nežádoucí kyselinu dusitou lze odstranit přídavkem močoviny.*

*Standardní oxidačně redukční potenciál E0 (Cu2+/Cu0) = + 0,34 V pro reakci:* 

**11.1. Rozklad vzorku slitiny**

a) na analytických váhách navážit cca 0,4 g neznámého vzorku (zaznamenat přesně hodnotu navážky)

b) vzorek převést do kádinky na 100 ml, odměrným válcem přidat 10 ml směsi minerálních kyselin

 (11 ml destilované vody + 14 ml 35% HCl + 8 ml 65% HNO3, směs dokonale promíchat), kádinku

 přikrýt hodinovým sklíčkem a v digestoři mírně zahřát, dokud nedojde k úplnému rozkladu vzorku

c) roztok ochladit, poté zředit destilovanou vodou na 30 ml a následně za stálého míchání přidávat

 po kapkách 25-27% NH3 až do vytvoření stálého zákalu.

d) k zakalenému roztoku přidat 5 ml konc. CH3COOH, čirý roztok převést do 100 ml odměrné baňky

 a doplnit destilovanou vodou po rysku

e) stejným způsobem na analytických váhách navážit cca 0,4 g standardu Cu a postupovat podle bodů

 b), c) a d)

**11.2. Ošetření Pt-elektrod a určení jejich přesné hmotnosti**

Platinovou síťkovou elektrodu a platinovou spirálovou elektrodu ponořit do kádinky s destilovanou H2O a poté do kádinky s ethanolem. Po vyjmutí z ethanolu vložit do Petriho misky a umístit do sušárny vyhřáté maximálně na 100°C. Asi po 5 minutách elektrody opatrně přenést do suché kádinky a nechat vychladnout. Poté platinovou síťkovou elektrodu zvážit na analytických vahách.

**11.3. Elektrogravimetrické stanovení Cu**

a)do vysoké kádinky na 150 ml vložit míchadélko, napipetovat 20 ml neznámého vzorku slitiny,

 odměrným válcem přidat 30 ml 1 M HNO3 a navážku 1 g pevné močoviny. Poté objem upravit

 na 100 ml a kádinku s roztokem zahřát na 60 - 70°C.

b) vnější síťkovou elektrodu (na ní se bude redukovat měďnatý kation na kov), připojit k záporné

 svorce (-), vnitřní drátkovou elektrodu ke kladné svorce (+), elektrody se nesmí nikde dotýkat.

 Elektrody ponořit do roztoku tak, aby asi 0,5 cm vyčnívalo z roztoku.

c) na zdroji připojeném k elektrodám stisknout tlačítko *SHIFT* a *ENTER*, dojde k uzamčení obvodu

 propojení, zkontrolovat vstupní napětí (2,50 V) a vstupní proud (0,5 A), zaznamenat si počáteční

 hodnoty.

d) v závěru elektrolýzy po úplném odbarvení roztoku (asi po 30 – 35 min), prověřit úplnost vyloučení

 mědi ponořením celé síťkové elektrody při nepřerušeném proudu do roztoku (pokud bylo vyloučení

 mědi z roztoku kvantitativní, zůstane původně neponořená část Pt-elektrody nezměněná, neobjeví

 se na ní povlak Cu)

e) elektrolýzu ukončit po 45 minutách, tj. při nepřerušeném proudu vytáhnout obě elektrody

 z roztoku, poté odpojit síťovou elektrodu, zaznamenat si koncové hodnoty proudu a napětí.

f) elektrodu ponořit do kádinky s vodou, poté ethanolem a umístit do sušárny na 100°C

g) po vychladnutí síťkovou Pt-elektrodu zvážit

**Výpočet hmotnosti Cu: **

 ****

**11.4. Jodometrické stanovení Cu**

 a)do titrační baňky na 250 ml napipetovat 10 ml roztoku vzorku, přidat 1 – 2 g pevného KI a

 napipetovat 5 ml 20% NH4SCN (až po rozpuštění KI) a zředit destilovanou vodou na cca 150 ml

 b) titrovat ihned 0,05 M Na2S2O3 . 5 H2O do světle žlutého odstínu, potom odměrným válcem

 přidat 2 ml roztoku škrobu a po kapkách dotitrovat do špinavě bílé (popřípadě s růžovým

 nádechem)

 **Výpočet hmotnosti Cu:** 



**Standardizace odměrného roztoku Na2S2O3. 5 H2O:**

Látková koncentrace standardního roztoku mědi cCu:  ****

M(Cu) = 63,546 g.mol-1

V0 = 100 ml

Titr (koncentrace) c(Na2S2O3. 5 H2O):****

**Stanovení obsahu mědi ve slitině:**

**** → ****

platí:

****

**Výpočet podílu Cu ve vzorku: **

**11.5. Vyhodnocení analýzy**

Při vyhodnocení obsahu mědi ve vzorku slitiny v protokolu do závěru uvedeme:

1. **Vyhodnocení stanovení mědi elektrogravimetricky, hodnoty nalezeného množství mědi v %.**
2. **Vyhodnocení stanovení mědi jodometricky, hodnoty nalezeného množství mědi v %.**
3. **Porovnání hodnot získaných elektrogravimetricky s hodnotami získanými jodometricky, zdůvodnění nepřesností, zhodnocení případných problémů během měření.**