**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 ≅ 0,4 g neznámého vzorku

b) vzorek převést do kádinky na 100 ml + 10 ml směsi minerálních kyselin (11 ml destilované vody +

 14 ml 35% HCl + 8 ml 65% HNO3, směs dokonale promíchat), přikrýt hodinovým sklíčkem a

 v digestoři mírně zahřát, dokud nedojde k úplnému rozkladu vzorku

c) roztok ochladit → zředit destilovanou vodou na 30 ml + za stálého míchání přidávat po kapkách

 25-27% NH3 až do vytvoření stálého zákalu + poté 5 ml konc. CH3COOH → převést do 100 ml

 odměrné baňky → doplnit destilovanou vodou po značku

d) na analytických váhách navážit ≅ 0,4 g standardu Cu, zopakovat body b) a c)

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

Platinovou síťkovou elektrodu a platinovou spirálovou elektrodu ponořit do kádinky s dest. H2O a poté do kádinky s ethanolem → po chvíli vyjmout, vložit do Petriho misky a dát do sušárny vyhřáté maximálně na 100°C. Asi po 5 minutách elektrody opatrně přenést do suché kádinky a nechat vychladnout. 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 + 30 ml

 1 M HNO3 (odm.válcem) + 1 g pevné močoviny → objem upravit na 100 ml → kádinku 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 propojeném s počítačem → stisknout tlačítko *SHIFT*, na displeji se zobrazí *Sh:Ft*,

 poté stisknout tlačítko *RS-232/485* a nakonec *Lock/Unlock* → uzamčení tlačítek k propojení

 s počítačem

 ↓

 spustit program LabVIEW s názvem *Analýza slitin* → zobrazí se úvodní obrazovka

 ↓

 stanovení spustit kliknutím na ikonu bílé šipky v levém horním rohu 

 ↓

 zkontrolovat vstupní napětí (2,50 V) a vstupní proud (0,5 A), spustit tlačítkem On/Off

 ↓

 po 45 min se program automaticky vypne, 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)

d) ukončení → při nepřerušeném proudu vytáhnout obě elektrody z roztoku → odpojit, síťovou

 elektrodu ponořit do kádinky s vodou, ethanolem → do sušárny na 100°C

 ↓

 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 + 1 – 2 g pevného KI + 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 odm. válcem přidat 2 ml

 roztoku škrobu

 ↓

 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:

* **vyhodnocení stanovení mědi elektrogravimetricky, hodnoty nalezeného množství mědi v %.**
* **vyhodnocení stanovení mědi jodometricky, hodnoty nalezeného množství mědi v %.**
* **porovnání hodnot získaných elektrogravimetricky s hodnotami získanými jodometricky, zdůvodnění nepřesností, zhodnocení případných problémů během měření.**