

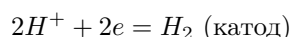
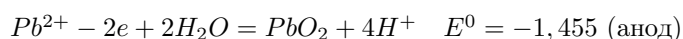
Лабораторна робота № 14.

Електрогравіметричне визначення Плюмбуму

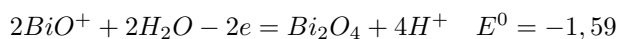
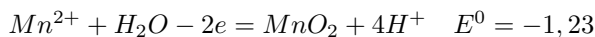
Ульяницький Олександр

11 лютого 2010 р.

Плюмбум визначають шляхом його анодного окиснення із азотнокислих розчинів, що містять 15–20 % вільної нітратної кислоти. Як анод застосовують платинову сітку. Окиснення відбувається за схемою:



Напруга на електродах повинна бути не менша 2–2,5 В. Визначенню заважають елементи, які можуть хоча б частково виділятися на аноді у вигляді оксидів (манган, бісмут, срібло):



Метод електролітичного визначення плюмбуму найчастіше застосовують при аналізі мідних сплавів (бронз, латуні).

Спеціальні прилади, реактиви, посуд

1. Установка для електролізу.
2. Електролітична комірка з платиновою сіткою та спіраллю.
3. Нітратна кислота, конц.
4. Оксалатна кислота, 10 %.

Порядок виконання роботи

Збирають електролітичну комірку, використовуючи як анод платинову сітку, а як катод – платинову спіраль, вміщену в середину сітки. Електроди не повинні торкатися один одного. Анод попередньо зважують. Електроди підключають до електролітичної установки, слідкуючи за полярністю.

Учбову задачу отримують в мірній колбі ємністю 25,0 мл, розбавляють водою до мітки та ретельно перемішують. Аліквотну частину розчину

(10,0 мл) переносять в електролітичну комірку, розбавляють водою до 70–80 мл, додають 15 мл нітратної кислоти. Розчин нагрівають на піщаній бані до 80–90 °С та піддають електролізу ($I = 2\text{--}2,5$ А) при постійному перемішуванні. Через 30 хв проводять пробу на повноту осадження.

Після закінчення електролізу, не вимикаючи струм, виймають платинову сітку із розчину і промивають її дистильованою водою. Вимикають струм і сушать платинову сітку з осадом в сушильній шафі при 200–220 °С до постійної маси. За отриманими даними розраховують вміст Плюмбуму в задачі (в г):

$$g = \Delta m \cdot \frac{A}{M} \cdot \frac{V_{\text{заг}}}{V_{\text{ал}}},$$

де Δm — збільшення маси аноду, внаслідок осадження PbO_2 , г; A — атомна маса Pb , г/моль; M — молекулярна маса PbO_2 , г/моль; $V_{\text{заг}}$ та $V_{\text{ал}}$ — об'єм задачі та її аліквотної частини, мл.

Платинову сітку з осадом занурюють для очистки в гарячу розведenu нітратну кислоту, в яку добавлено оксалатну кислоту, як відновник.

Результати

$$m_{\text{електроду}} = 15,1085 \text{ (г)}$$

$$m_{\text{після електролізу}} = 15,1435 \text{ (г)}$$

$$\Delta m = 15,1435 - 15,1085 = 0,0350 \text{ (г)}$$

$$g = \frac{0,0350 \cdot 207,2000}{207,2000 + 2,0000 \cdot 15,9994} \cdot \frac{25,0}{10,0} = 0,0758 \text{ (г)}$$

$$g_{\text{теоретичне}} = 0,0700 \text{ (г)}$$

$$\varepsilon = \frac{0,0758 - 0,0700}{0,0700} \cdot 100\% = 8,3\%$$