

ĆWICZENIE 5.

UTLENIANIE ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH CEREM (IV) REGENEROWANYM ANODOWO.

I. Wykonanie ćwiczenia.

Zmontować układ pomiarowy składający się z elektrolizera, amperomierza i zasilacza. Jako fazę przewodzącą anody stosuje się folię platynową, zaś fazą przewodzącą katody jest spiralnie zwinięty drut platynowy lub blaszka platynowa umieszczona wewnątrz szklanej rurki ze spiekem szklanym.

Do przestrzeni anodowej wprowadzać powoli, kroplami przez otwór w wieczku roztwór kwasu szczawiowego $H_2C_2O_4$ do zaniku żółtej barwy anody i jeszcze 2-3 krople nadmiaru. Ustawić stabilizator prądu zasilacza w pozycji 0,4 A, włączyć zasilacz i ustalić pokrętkiem stabilizatora natężenie prądu równe 0,4 A. Zanotować przyłożone napięcie i obserwować anolit. W momencie pojawienia się barwy żółtej przerwać proces elektrolizy przez wyłączenie zasilacza (mamy tzw. punkt zerowy).

Następnie do przestrzeni anodowej wprowadzić 2 ml $0,2 \text{ mol/dm}^3$ roztworu kwasu szczawiowego. Postępując jak podano wyżej zmierzyć czas trwania elektrolizy przy natężeniu prądu 0,4 A (zasilacz włączamy równocześnie z zegarem). Opisane czynności powtórzyć prowadząc elektrolizę przy natężeniach prądów 0,2 A i 0,1 A. Pojawiające się żółte zabarwienie anody powinno być trwałe przez ok. 1 min. W przypadku zaniku barwy w krótszym czasie należy kontynuować elektrolizę.

Zgłosić się do prowadzącego po badany związek. Wykonać obliczenie masy odważki, uwzględniając, że do pomiaru potrzeba 0,3 mmol związku. Obliczenia przedstawić prowadzącemu zajęcia. Dalszy sposób postępowania zależy od rodzaju otrzymanej substancji (skonsultować z prowadzącym ćwiczenie).

Metoda I (np. utlenianie kwasu winowego):

Odważyć trzy próbki otrzymanego związku z dokładnością do 0,1 mg (0,0001 g), każdą o masie zawierającej ok. 0,3 mmol. Odważoną ilość substancji wprowadzić do przestrzeni anodowej elektrolizera. Wykonać elektrolizę w sposób opisany powyżej przy natężeniu prądu 0,4 A. Zanotować czas trwania elektrolizy (tj. czas do momentu pojawienia się lekko żółtego zabarwienia świadczącego o pojawieniu się nadmiaru jonów $Ce(IV)$ w roztworze). Ćwiczenie powtórzyć dla natężeń prądów 0,2 A i 0,1 A.

Metoda II (np. utlenianie kwasu jabłkowego, kwasu cytrynowego):

Odważoną ilość substancji (ok. 30 mg z dokładnością do 0,1 mg) wprowadzić do przestrzeni anodowej elektrolizera. Wykonać elektrotlenianie przy natężeniu prądu 0,2 A, do momentu pojawienia się lekko żółtego, trwałego zabarwienia. Następnie elektrotlenianie kontynuować jeszcze 10 minut. Zanotować całkowity czas trwania elektrolizy. Następnie, odczekać 10 minut. Po tym czasie odmiareczkować nadmiar wytworzonych jonów ceru(IV) wprowadzając do anody kroplami mianowany roztwór $H_2C_2O_4$ (miareczkowany roztwór

musi być intensywnie mieszany). Zanotować zużytą objętość kwasu - titranta. Po wykonaniu miareczkowania przeprowadzić elektrolizę roztworu (przy tym samym natężeniu prądu) do ponownego pojawienia się żółtego zabarwienia roztworu. Zanotować czas dodatkowej elektrolizy. Ćwiczenie powtórzyć dla natężenia prądu 0,1 A.