

ĆWICZENIE 6.

SYNTEZA ZWIĄZKÓW MANGANU O WYSOKICH STOPNIACH UTLENIEŃ W PROCESACH ANODOWEGO ROZTWARZANIA STOPU ŻELAZO-MANGAN.

I. Wykonanie ćwiczenia.

Przed rozpoczęciem pomiarów należy każdorazowo aktywować fazę przewodzącą elektrody (żelazomangan) zanurzając ją na 10 s w roztworze kwasu chlorowodorowego (solnego) HCl (1:1 – jedna objętość roztworu stężonego HCl : jedna objętość wody)). Stop opłukać wodą destylowaną, osuszyć i zważyć z dokładnością do 0,1 mg. Wynik zanotować. Skonstruować układ pomiarowy. Stop żelazomangan Mn/Fe będzie pełnił rolę fazy przewodzącej anody, natomiast fazą przewodzącą katody będzie drut miedziany lub platynowy. Przestrzenie katodowa i anodowa muszą być rozdzielone za pomocą spieku szklanego lub przepony. Podłączyć zmontowany układ do zasilacza zgodnie z schematem.

Do elektrolizera wprowadzić 50 ml 1 mol/dm³ roztworu KHCO₃. Włączyć zasilacz równocześnie z włączeniem zegara. Ustawić wartość żądanego natężenia prądu. Proces elektrochemicznego utleniania (anodowego roztwarzania) przeprowadzać trójrotnie przy natężeniu prądu: a) 0.3 A, b) 0.5 A oraz c) 0.75 A. Każdy proces elektrolizy prowadzić przez 20 min. Co 4 minuty należy odczytać wartość przyłożonego napięcia. Wyniki zapisywać w tabelce w układzie czas [min.] – napięcie [mV]. Po zakończeniu każdego procesu elektrolizy otrzymany roztwór zakwasić 15 ml roztworu H₂SO₄ (1:1 – jedna objętość stężonego roztworu kwasu siarkowego(VI) : jedna objętość wody) i dodać kroplami, intensywnie mieszając, do odbarwienia roztworu 0.05 mol/dm³ roztwór H₂C₂O₄, a następnie jeszcze 1 ml nadmiaru titranta. Zanotować całkowitą objętość użytego titranta (0,05 mol/dm³ roztworu H₂C₂O₄). Nadmiar H₂C₂O₄ odmiareczkować mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu. Punkt końcowy miareczkowania wyznacza pojawienie się trwałego różowego zabarwienia roztworu od kropli dodanego w nadmiarze titranta. Zanotować objętości użytego roztworu manganianu(VII) potasu KMnO₄. Po każdej elektrolizie przemyć wodą destylowaną, osuszyć i zwarzyć fazę przewodzącą anody z dokładnością do 0,1 mg. Wynik zanotować. Po wykonaniu pierwszej serii pomiarów przemyć elektrolizer dokładnie gorącą wodą, a następnie wodą destylowaną. Wprowadzić do niego 50 ml 1 mol/dm³ roztworu KOH i wykonać trzy elektrolizy przy natężeniu prądu: a) 0.5 A, b) 0.75 A oraz c) 1 A. Każdy proces elektrolizy prowadzić przez 20 min. Wszystkie pozostałe warunki i czynności wykonać tak samo jak w pierwszej części doświadczenia.