東海大學
Exp. 8 實驗報告
Tunghai University

系級 姓名
electrogravimetric determination of copper
組別 學號
日期 107.5.17

• electrogravimetry

→ 是一種用於分離和定量物質（通常是金屬）離子的方法。在這个过程中，分析物溶液被电解。电化学还原导致分析物沉積在陰極上。在實驗前後稱重陰極，並用差值稱重計算原始溶液中分析物的量。控制电极的电位对於確保只有被分析的金属会沉積在电极上。

→ 已知在極化現象中，电解產物施加反电动势，這減小了實際的EMF。因此，只有当克服這种反EMF时，才可能电解电解值。讓我們考慮一个情況，其中兩个鉑电極置於稀硫酸銅溶液中。如果施加电位源，則不会有可偵測的电流流过系統，直到施加一些最小电位，之後將电流隨施加的电位增加而增加。所施加的电压正好足以克服由於極化引起的反电动势並且还導致电解質的电解沒有任何阻礙，這被稱為分解电位。分解电位Ed由各种电位組成，由下式給出：

$$E_a(min) = E_d = E_b + E_s + E_v$$

- E_a：施用电位
- E_d：分解电位
- E_b：反电位
- E_v：过压（overvoltage）

• electrolyze 电解

→ 电解是指將电流通过电解質溶液或熔融態物質。而在陰極和陽極上引起氧化还原反应的过程。电化学电池在接受外加电压（即充电过程）時，会發生电解过程。所有離子化合物都是电解質，因為它們在液体中時，離子可以自由移动，所以可導电。

→ 舉例：

• 正極（anode）：$2H_2O \rightarrow O_2 + 4H^+ + 4e^-$

東海大學
Exp. 實驗報告
Tunghai University

系級　　姓名

組別　　學號

日期

•負極 (cathode)：$4H^+ + 4e^- \longrightarrow 2H_2$

總反应式：$2H_2O \longrightarrow 2H_2 + O_2$

在這个反应中，陽極產生放出电子的反应(氧化)，陰極產生取得电子的反应(还原)。

目的：學習如何利用电重力分析法決定樣品中金同的含量。

實驗步驟：

1. 取一含銅矿物的未知样品，以 100°C ~120°C 乾燥样品 2hr，並放凉冷卻。
2. 秤 0.12g ~0.14g 样品(準確至 0.1 mg)到电解的燒杯中。加入 10 mL 濃硝酸至样品，加熱溶液到沸騰並到所有样品都溶解，再緩慢加入 10 mL 蒸餾水。如果溶解很慢，可以慢慢滴入硝酸直至殘餘物是白色或接近無色的。
3. 当样品溶解時即可準備电極。將电極浸在濃硝酸中清潔，用蒸餾水清洗孔洞。用少許丙酮乾燥陰極。以 100°C 烘箱数分鐘。之後冷卻，且秤取每陰極至 0.1 mg。
4. Note 清潔後的陰極絕不能再碰到其它東西。並置於乾淨燒杯。秤重之後，一定不可以再碰到手，只能用鑷子处理，避免油膩堆積。
5. 以室溫溫度冷卻未知溶液後，加入 0.5 g 的尿素。
6. 在电解前，詢問助教使用电解儀器的方法，在电解儀上裝电極，陰極在負端，陽極在正，確定兩个电極不会碰到。
7. 提高含有未知溶液的燒杯，以便陰極可以被覆蓋在液面下，留下 1~2 cm 不被蓋住。打開攪动馬達，並調整电压，以便於約 1.5 A 的电流通过溶液。
8. 当溶液中的藍色 Cu^{2+} 消失大約 20 min 時加入足夠的蒸餾水，使在陰極的液面上升約 1 cm，調整位能，用 0.5 A 的电流继續电解。
9. 如果 15 min 後沒有銅出現在新的陰極上，电解就完成。
10. 当沒有銅再沉積時，用洗滌瓶潤洗电極，慢慢降下燒杯。切記不可关掉电压，直到电極完全從溶液中移走，並潤洗完畢。

系級　　姓名

組別　　學號

日期

11、分離电极避免手接触到，並浸在有蒸餾水的燒杯。然後用少許乙醇潤洗电极。以100°C乾燥陰极 2~3 min 並冷卻，最後秤取 0.1 mg。

12、用 step 3 清洗陰极，並还給助教。

注意事項：

1、Cu ore $\xrightarrow[\Delta]{\text{溶解}}$ $\xrightarrow[\text{蒸餾水}]{70\text{ml}}$ 準備电鍍，白金網的網子部份不可用手摸。

鍍 40 ~ 50 min 後，加蒸餾水至溶液中，5 min 後看新浸入的白金網部份是否有 Cu 鍍上，繼續电鍍 15 min 至电鍍完成。

準備兩裝約 30 ml 蒸餾水的 50 ml 燒杯，將白金網垂直放入，不可按插頭，直到確定 HNO_3 已沖洗乾淨。放入烘箱中烘乾，不可超過 2min.

2、實驗未完成前不可关 power，否則 Cu 会溶於溶液中。

3、網要記得先秤重。

儀器設定：

Anode: 白金絲 (oxidation)

Cathode: 白金網 (Reduction)

結果：

(1) Calculate and report weight percent copper in your sample.

unknown no.	weight of Cu ore (g)	weight of platinum gauze (g)	weight of platinum gauze with Cu(g)
n5	0.1205	7.9144	7.9273

$$wt\% = \frac{7.9273 - 7.9144}{0.1205} = 10.705\%$$ -1.5

(2) How much copper ore which contains 10% Cu should one take to guarantee that at least 75 mg of Cu will be plated out on the platinum cathode?

設有 x mg copper ore

則 $10\% \cdot x = 75\,mg \Rightarrow x = 750\,mg$ //

(3) Assuming a constant current of 1.8 ampere during the electrolysis, how long will it take to plate out 250 mg of Cu?

$$\text{mole} \times n = \frac{Q}{96485} = \frac{It}{96485}$$

$$\Rightarrow \frac{0.25}{63.5} \times 2 = \frac{1.8t}{96485}$$

$$\Rightarrow t = 422.069\,s = 7.034\,min$$ //

(4) Calculate the percent copper in a sample that weighs 2.5003 g and yields 0.1428 g copper upon electrolysis.

$$\frac{0.1428}{2.5003} \times 100\% = 5.711\%$$ //

(5)Write the electrode reactions that occur at the cathode if no nitrate is present.

$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2(g)$

$Cu^{2+} + 2e^- \rightarrow Cu(s)$ //

80 +1.5