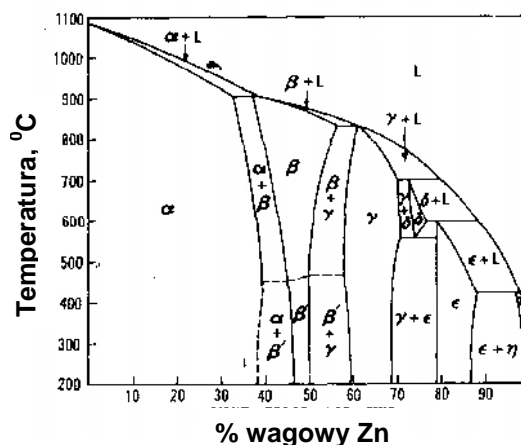


## WICZENIE 1/2

### Analiza mosi dzu

#### Wprowadzenie

Mosi dze to stopy, których głównymi składnikami są miedź i cynk. Na rys.1 pokazano diagram równowagi w układzie Cu – Zn. Mosi dze można podzielić na stopy: jednofazowe  $\alpha$ , dwufazowe  $\alpha + \beta$  oraz jednofazowe  $\beta$ .



Rys.1. Wykres równowagi w układzie Cu - Zn

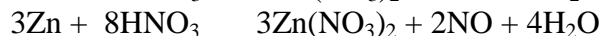
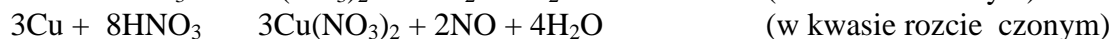
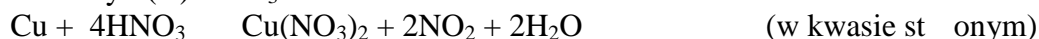
Najszerze zastosowanie praktyczne posiadają mosi dze zawierające 60-80% miedzi i 20-40% cynku. Stopy te mogą także zawierać cyn (do 4%), ołów (do 2%) i elazo (do 1%).

Mosi dze (bez innych dodatków stopowych) zawierają do 37% cynku są jednofazowe - faza  $\alpha$ . Stopy są plastyczne, lecz charakteryzują się niską wytrzymałością. Nadają się one do przeróbki plastycznej na zimno (służą do produkcji walców, rur, rurek do chłodziw) jak też do gięcia bokowego (np. produkcja łusek karabinowych). Mosi dze zawierające ok. 40% Zn oraz 1-2% Pb (jako dodatek stopowy) stosuje się jako odlewy, głównie do produkcji armatury.

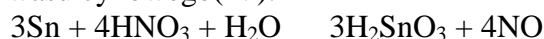
W przypadku stopów dwufazowych ( $\alpha + \beta$ ) ze wzrostem zawartości fazy  $\beta$  obserwuje się obniżenie własności plastycznych z równoczesnym wzrostem wytrzymałości.

W wiczeniu oznacza się ilościowo trzy składniki mosi dzu: miedź, cynk i ołów. Całkowity udział innych pierwiastków (np. cyny, elaza) można oszacować na podstawie różnicy mas analizowanej próbki i sumy mas oznaczonych metali.

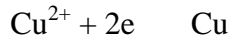
Składniki stopu oznacza się z jednej nawyki. Próbkę stopu rozтворя się na gorąco w kwasie azotowym(V)  $\text{HNO}_3$ :



Po rozpuszczeniu mosi dzu roztwór ogrzewa się (lecz nie do wrzenia) przez pewien czas. Jeśli w tym okresie nastąpi zmętnienie roztworu, świadczy to o obecności cyny – obserwuje się wytrącanie kwasu cynowego(IV):



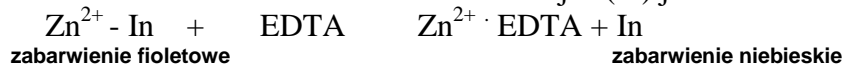
Osad kwasu cynowego należy odszukać na szczelisku z bibuły (dokładnie przemywać szczeliskę gorącym 1%  $\text{HNO}_3$ ). W przeliczeniu oznacza się zawartość miedzi i ołowiu metodą elektrogravimetryczną (określenie zawartości składnika na podstawie przyrostu masy elektrody po procesie elektrolizy) z zastosowaniem elektrod platynowych. W środowisku kwasu azotowego, miedź wydziela się na katodzie w postaci metalicznej:



natomiast ołów utlenia się na anodzie w postaci tlenku ołowiu(IV):



Po zakończeniu elektrolizy i całkowitym wydzieleniu miedzi i ołowiu z elektrolitu, oznacza się zawartość cynku w roztworze na drodze miareczkowania kompleksometrycznego za pomocą EDTA w obecności czerni eriochromowej T (In) jako wskaźnika:



Na podstawie wyników wszystkich oznaczeń oblicza się procentową zawartość metali w analizowanej próbce mosiądzu.

## Literatura obowiązkowa

- Minczewski J., Marczenko Z. „Chemia analityczna. Tom 2. Analiza ilościowa”: rozdziały:
  - „Zagadnienia ogólne”
  - „Analiza miareczkowa. Część ogólna”
  - „Analiza miareczkowa. Kompleksometria” („Podstawy teoretyczne miareczkowania kompleksometrycznego”; Miareczkowanie roztworem EDTA”)
- Minczewski J., Marczenko Z. „Chemia analityczna. Tom 3. Analiza instrumentalna”: rozdział:
  - „Elektrolityczne metody rozdzielania i oznaczania”

## Przebieg ćwiczenia

### Materiały i aparatura

waga analityczna	cylinder miarowy 10 cm <sup>3</sup>
elektrolizer	szkiełko zegarkowe
kuchenka elektryczna	próbnik szklany
2 elektrody Pt	lejek szklany
mieszadło	tryskawka
biureta 50 cm <sup>3</sup>	termometr
2 kolbki stożkowe 250 cm <sup>3</sup>	
2 zlewki 250 cm <sup>3</sup>	$\text{HNO}_3$ (stężony)
1 zlewka 150 cm <sup>3</sup>	0,025 M EDTA
kolba miarowa 100 cm <sup>3</sup> (lub 200 cm <sup>3</sup> )	Bufor amonowy o pH =10
pipeta 25 cm <sup>3</sup>	czerni eriochromowa T

### I. Roztworzenie stopu

Na wadze analitycznej należy odważyć ok. 0,5 g mosiądzu (z dokładnością do 0,1 mg) – wynik zanotować. Następnie umieścić w szklanej zlewce o obj. 250 cm<sup>3</sup>, dodać ok. 20 cm<sup>3</sup> roztworu  $\text{HNO}_3$  (1:1). Przykryć naczynie szkiełkiem zegarkowym, umieścić na kuchence elektrycznej i odpowiednio ogrzewać rozpuścić całkowicie stop.

## II. Usuwanie cyny

Po rozpuszczeniu stopu roztwór ogrzewa (lecz nie do wrzenia) przez ok. 20 min. Je li w tym czasie nast pi zm tnienie, doda ok. 30 cm<sup>3</sup> gor cej wody i ogrzewa roztwór przez ok. 15 min., po czym osad ods czy na s czku z bibuły, przemywaj c go dokładnie gor cym 1% HNO<sub>3</sub> (nale y wykona obliczenia w celu przygotowania 20 cm<sup>3</sup> 1% roztworu przez rozcie czenie st onego HNO<sub>3</sub>). Ostudzony przez cz nale y zebra w cało ci do kolby miarowej o obj to ci 100 cm<sup>3</sup> (lub 200 cm<sup>3</sup>) przepłukuj c tak e cianki zlewki wod z tryskawki. Uzupełni kolb wod do kreski, dokładnie wymiesza zawarto .

## III. Elektrogravimetryczne oznaczanie miedzi i ołowiu

Do zlewki o obj to ci 150 cm<sup>3</sup> odmierzy 50 cm<sup>3</sup> przez czu, doda 50 cm<sup>3</sup> gor cej wody (lub odmierzy 100 cm<sup>3</sup> przez czu, je li roztwór zgromadzono w kolbce o obj. 200 cm<sup>3</sup>). Roztwór ogrza do temperatury ok. 80 °C. Zwa y dwie elektrody platynowe (czyste, suche) na wadze analitycznej (wyniki zanotowa ). Elektrody podpi do elektrolizera, nast pnie zanurzy w analizowanym roztworze. Przeprowadzi proces elektrolizy stosuj c nat enie pr du 1-2 A, przy napi ciu co najmniej 2 V. Gdy roztwór ulegnie odbarwieniu, pobra na bibuł 1 kropl elektrolitu, doda 1 kropl roztworu elazocyjanku potasu K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] w celu sprawdzenia obecno ci miedzi (czerwonobrunatny osad elazocyjanku miedzi Cu<sub>2</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]). W przypadku stwierdzenia obecno ci jonów miedzi w roztworze, proces elektrolizy nale y kontynuowa . Po całkowitym wydzieleniu miedzi z roztworu, nale y wył czy elektrolizer, obie elektrody dokładnie wypłuka wod destylowan , a nast pnie wysuszy (katod - w temperaturze ok. 100 °C przez ok. 3 min., natomiast anod w temperaturze 120 °C przez ok. 30 min.) i zwa y . Na podstawie przyrostu masy katody i anody, nale y obliczy ilo wydzielonych metali (nale y pami ta o przeliczeniu masy PbO<sub>2</sub> wydzielonego na anodzie na mas ołowiu) i ich udział procentowy w stopie (wzgl dem masy pocz tkowej próbki, z uwzgl dnieniem stopnia rozcie czenia roztworu w trakcie procedury analitycznej). W roztworze pozostałym po zako czeniu elektrolizy oznacza si zawarto cynku.

## IV. Kompleksometryczne oznaczanie cynku

Cynk oznacza si kompleksometrycznie w roztworze zbuforowanym (pH ok. 10) wobec czerni eriochromowej T jako wska nika. W tym celu do kolbki sto kowej 250 cm<sup>3</sup> pobiera si 25 cm<sup>3</sup> ostudzonego roztworu po zako czeniu elektrolizy (pozbawionego jonów miedzi i ołowiu), dodaje 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej oraz tyle buforu amonowegoo pH = 10<sup>1</sup> by wytr caji cy si przej ciowo biały osad wodorotlenku cynku Zn(OH)<sub>2</sub> uległ rozpuszczeniu. Do badanego roztworu nale y doda 4–5 kropli czerni eriochromowej T (roztwór przyjmuje ró owo-fioletowe zabarwienie) i zmiareczkowa 0.025 M EDTA do uzyskania klarownego, niebieskiego zabarwienia roztworu. Oznaczenie powtórzy 3-krotnie pobieraj c wie e porcje analizowanego roztworu. Nale y obliczy ilo Zn<sup>2+</sup> (w gramach) w próbce pobranej do analizy, a nast pnie określi zawarto procentow cynku w mosi dzu (nale y uwzgl dni etapy rozcie czania roztworu w kolbce miarowej i w trakcie oznaczenia elektrogravimetrycznego).

<sup>1</sup> Roztwór buforowy o pH = 10 nale y sporz dzi przez zmieszanie 20 cm<sup>3</sup> 10%-owego NH<sub>4</sub>Cl z 20 cm<sup>3</sup> rozcie czonego roztworu NH<sub>3</sub>aq.