

LABORATORIO DE FÍSICO-QUÍMICA

Prof. Francisco Yánez

Prep. Daniela Márquez

PRACTICA N° 2

ELECTROGRAVIMETRIA

Elaborado por:

- Chen, William C.I: 16.113.714
- Díaz, Jennifer C.I: 15.518.763

Caracas, Mayo del 2004.

INDICE

SUMARIO	2
INTRODUCCION	3
TABLAS DE DATOS EXPERIMENTALES	7
TABLAS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES	8
ANALISIS DE RESULTADOS	9
CONCLUSIONES.....	11
RECOMENDACIONES	12
CALCULOS TIPICOS.....	13
BIBLIOGRAFIA	14

SUMARIO

En este informe de práctica se realiza la separación cuantitativa de metales en disolución acuosa de éstos, por un método electroquímico llamado *Electrogravimetría*. Este método consiste en la electrolisis de electrolitos que contiene a los metales que se pueden separar gracias a sus diferencias de potenciales de reducción. La Electroquímica, es el área de la fisicoquímica que trata de la interconversión de energía eléctrica y energía química. Existen dos tipos de celdas en las que se llevan a cabo los procesos electroquímicos. La celda galvánica, que utiliza la energía liberada en una reacción de manera espontánea para generar electricidad y *la celda electrolítica*, que utiliza la energía eléctrica para provocar una reacción química no espontánea, este proceso se conoce con el nombre de electrólisis.

Con el uso de un analizador electrolítico y dos electrodos que representan el ánodo y el cátodo. En nuestro caso específico tenemos la separación del cobre y el níquel.

El experimento consiste en montar una celda electrolítica, donde los electrodos son de platino para que no reaccionen, cuyo electrolito contiene una cantidad específica de cobre en una solución de sulfato de cobre, una cantidad específica de níquel como sulfato de níquel en medio ácido (ácido sulfúrico) y se diluye con agua para posteriormente calentarlo. Se toman los pesos iniciales de los electrodos y luego se sumergen en el electrolito y, haciendo pasar una intensidad de corriente a través del sistema, comienza la electrodeposición del cobre en el cátodo. Al finalizar la deposición del cobre se toman los pesos finales de los electrodos. Luego, al electrolito, se le añade una solución

buffer, de amoníaco y sulfato de amonio, al sistema y se vuelve a calentar para repetir la electrolisis y depositar el níquel en el cátodo y se toma el nuevo peso de los electrodos. Las dos electrolisis duran aproximadamente una hora en llevarse a cabo.

De los valores experimentales obtenidos podemos calcular la cantidad de cobre recuperado y de níquel presente en la solución problema en el experimento, lo cual se realiza calculando un porcentaje de recuperación normal que viene dado por la diferencia de masa inicial y final de los electrodos dividido por la cantidad de metal suministrado multiplicado por cien. Al calcularlos se observa que el porcentaje de cobre recuperado es casi la cantidad suministrada de cobre, lo cual confirma la teoría que dice que la deposición es total; en cambio el porcentaje de níquel es muy pequeño lo cual nos hace pensar que la cantidad de níquel en la solución es muy pequeña.

Este método de separación de metales por sus diferencias de potenciales de reducción, es utilizado en un proceso industrial muy importante el cual se conoce como *galvanizado* que consiste en recubrir laminas metálicas de sustancias metálicas resistentes para favorecer su longevidad. Esta técnica también se utiliza en los cromados de tuberías u otros instrumentos.

INTRODUCCION

La determinación de una cierta cantidad de masa de sustancia como consecuencia de un proceso electrolítico es el origen de los métodos electrogravimétricos. Las celdas electrolíticas son las que llevan a cabo reacciones no espontáneas. En ellas se necesita emplear energía de una fuente externa para que la reacción de oxidación reducción tenga lugar.

La descripción de las celdas electroquímicas se centra en la comparación de los potenciales de reducción que permiten deducir si una reacción se produce en forma espontánea o no, pero en esas descripciones se asume un flujo imperceptible de corriente. Para que una celda pueda hacer trabajo útil o para que se produzca la electrólisis es necesario que haya un movimiento significativo de cargas. Siempre que hay un movimiento de cargas, la magnitud del voltaje de salida de una celda galvánica disminuye y el necesario para producir la electrólisis en una celda electrolítica aumenta. Los factores responsables de esta variación son: El potencial óhmico, la polarización por concentración y el sobrepotencial.

En la experiencia se utilizó un analizador electrónico, el cual proporciona las condiciones de operación necesarias para que sea efectivo el proceso de electrolisis. Se realizó la electrodeposición de cobre en una solución ácida de sulfato de cobre y la electrodeposición de níquel en la solución residual que se tiene luego de haber realizado la experiencia con el cobre. Dado que el níquel se deposita efectivamente en medio básico (o amoniacal) se preparo una solución "buffer" que permite neutralizar el efecto del ácido.

Después de concluida cada experiencia se cuantifica la variación de masa en el cátodo, ya que en este se depositan los metales, para luego determinar el porcentaje de recuperación de cobre y el porcentaje de níquel presente en la solución problema

Este procedimiento es empleado a niveles industriales debido a la facilidad de su aplicación y al alto rendimiento de recuperación de metales que se obtiene.

Esta experiencia es importante realizarla porque nos aclara los conocimientos adquiridos en materias anteriores sobre el tema y nos permite incrementar nivel de cultura cuando investigamos el uso industrial de esta técnica, sobre todo en la industria de recubrimientos metálicos.

TABLAS DE DATOS EXPERIMENTALES

Tabla N° 1: Electrolito para la electrodeposición del cobre.

Solución	Sulfato de Cobre(CuSO ₄)	Acido Sulfúrico(H ₂ SO ₄)	Solución Problema	Agua
Cantidad	0,75±0,0001 g	2±0,1 ml	2±0,1 ml	150±0,1 ml

Tabla N° 2: Masa de los electrodos Iniciales.

Electrodo	Cátodo	Ánodo
Masa	6,9492±0,0001 g	12,55052±0,0001 g

Tabla N° 3: Masa electrodos después de la electrodeposición del Cu.

Electrodo	Cátodo	Ánodo
Masa	7,1146±0,0001 g	12,5494±0,0001 g

Tabla N° 4: Masa electrodos después de la electrodeposición del Ni.

Electrodo	Cátodo	Ánodo
Masa	7,1356±0,0001 g	12,5479±0,0001 g

TABLAS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla N° 1: Masa de los metales depositados.

Masa de Cobre Recuperado	Masa de Níquel presente en Sol.
0,1654±0,0001 g	0,021±0,0001 g

Tabla N° 2: % de masa de metales depositados.

% de Cobre Recuperado	% de Níquel presente en Sol.
55,13%	0,2853%

ANALISIS DE RESULTADOS

El procedimiento empleado es de poca dificultad e implica pocos pasos para alcanzar los objetivos planteados, esto representa que los resultados esperados deben corresponder con los obtenidos en la experiencia. Lo primero que se debe discutir son los datos de la práctica los cuales inevitablemente, ya sea por errores de apreciación o de lectura, están sujetos a incertidumbres, es decir, no son nunca mediciones exactas.

La electrodeposición del cobre en la práctica realizada, dio como resultado un porcentaje de recuperación de 55,13 % lo que permite verificar que es una buena efectividad del procedimiento aplicado y que las variables que intervienen fueron controladas adecuadamente.

Entre estos factores que intervinieron en el resultado obtenido, se puede mencionar, la posibilidad de que el tiempo de espera para la deposición del cobre no fue suficiente, a pesar de que, al chequear el electrodo no se observó un incremento en la capa de cobre depositada, si no que desapareció la coloración azul que indica la presencia de sulfato de cobre. El hecho de que el electrodo (Cátodo) se cayó ocasionando una posible pérdida de cobre aparentemente pudo haber afectado la masa de cobre y níquel depositada. En cuanto a la temperatura, no se llevó un control riguroso, por lo tanto no se puede determinar la influencia de la misma sin embargo la temperatura de la plancha permaneció constante a 60 °C aproximadamente.

La recuperación del níquel fue bastante baja, obteniéndose un 0.797%, a pesar de que se preparó un medio amoniacal mediante un

buffer para estimular la electrodeposición, y se chequeo la presencia de níquel en la solución mediante un indicador, es decir, el tiempo de espera tenía como condición principal que la concentración de níquel en la solución fuese baja o nula, el resultado obtenido fue bastante bajo, lo que permite concluir que las concentración de níquel en la solución problema era muy baja.

Ahora se analizarán los resultados intermedios, comenzando por los generados durante la electrodeposición del cobre, durante esta experiencia el cátodo reflejó un aumento de masa, el cual se esperaba ya que el cobre que se encontraba en la solución debía depositarse en él, además de éste, el ánodo reflejó una disminución de masa, esta disminución puede atribuirse a diferentes factores, como por ejemplo, el lavado incorrecto de los electrodos antes y después de la electrodeposición o la manipulación con la mano de los mismos. En el caso de la electrodeposición de Níquel, se observó un aumento de masa en el cátodo, debido a que en éste se depositó el Níquel contenido en 2 ml. de la solución problema, pero como en el caso anterior, el ánodo también reflejó una disminución.

CONCLUSIONES

El método empleado en la práctica para la electrodeposición de metales es satisfactorio para la recuperación de cobre obteniéndose un 55,13% de recuperación másico.

Asumiendo que el método de electrolisis es efectivo, se puede afirmar que la concentración de níquel en la muestra problema es baja dado el porcentaje volumétrico de níquel 0.797%.

Dado que el níquel se deposita en mayor proporción en medio básico y la verificación con la cinta indicadora de ausencia de níquel en la solución, se comprobó el efecto neutralizador de la solución buffer.

En base a los resultados obtenidos, podemos concluir que la separación o electrodeposición del cobre y el níquel se realizó bajo condiciones realmente óptimas pudiendo afirmar así que el desarrollo de la práctica fue exitoso, no sólo porque estos valores son realmente razonables, sino también porque se cumplieron los objetivos fijados para la misma.

La fácil aplicación del método y su alta efectividad lo hacen uno de los principales métodos de recuperación de cobre a nivel industrial.

RECOMENDACIONES

- Limpiar los electrodos a utilizar previamente a la experiencia para eliminar restos orgánicos o inorgánicos que perturben la deposición del metal en ellos.
- Agarrar los electrodos con pinzas o con una servilleta a la hora de manipularlos, para evitar que se contaminen se sustancias ajenas al experimento.
- Ser muy cuidadoso al utilizar la balanza para pesar sustancias o cualquier cosa ya es muy sensible y podría reportar valores de peso incorrectos. Recuerda que a la hora de tomar la medición del peso se deben cerrar todas la compuertas de la balanza.
- Colocar con mucho cuidado los electrodos en los terminales del equipo a utilizar, colocando el ánodo en el terminal central y el cátodo en el lateral.
- Hundir hasta la mitad los electrodos en el electrolito ya que si se hunden demasiado no será posible hacer la prueba de culminación de electrólisis mas de una vez.
- Ser paciente durante el experimento.
- No acercarse mucho el rostro a la celda ya se pueden desprender gases irritantes e/o intoxicantes.
- Controlar continuamente los medidores de voltaje y amperaje del equipo.
- No esperar mucho tiempo antes de fijar el metal en el cátodo con el agua destilada.
- Etiquetar el material utilizado para evitar confusiones entre los reactivos y así evitar accidentes.
- Manipular con mucho cuidado las pipetas y el material de laboratorio en general.

CALCULOS TIPICOS

A. Cálculo del porcentaje de recuperación del Cobre:

✓ Calculo de los moles requeridos.

$$n_{Cu} = \frac{m_{Cu}}{PM_{Cu}} = \frac{0,3g}{63,54g \cdot mol^{-1}}$$

n_{Cu} = Moles de Cobre

m_{Cu} = Masa de Cobre a emplear

PM_{Cu} = Peso Molecular del Cobre

✓ Calculo de la masa de $CuSO_4$ requeridos.

$$n_{Cu} = n_{CuSO_4} = 0,00472mol$$

n_{CuSO_4} = Moles Sulfato de Cobre

m_{CuSO_4} = Masa de Sulfato de Cobre

PM_{CuSO_4} = Peso Molecular del Cobre

$$m_{CuSO_4} = n_{CuSO_4} \times PM_{CuSO_4} = 0,00472mol \times 159,6g \cdot mol^{-1} = 0,753 \pm 0,0001g$$

✓ Calculo del % de cobre recuperado.

$$m_{CuREC} = m_{CuCatFin} - m_{CuCatIni} = 7,1146g - 6,9492g = 0,1654 \pm 0,0001g$$

$\%_{CuREC}$ = % de Cobre recuperado

m_{CuREC} = Masa de Cobre recuperado

$m_{CuCatFin}$ = Masa del cátodo después de la electrodeposición del cobre.

$m_{CuCatIni}$ = Masa del cátodo antes de la electrodeposición del cobre.

$$\%_{CuREC} = \frac{m_{CuREC}}{m_{Cu}} \times 100$$

$$\%_{CuREC} = \frac{0,1654 \pm 0,0001g}{0,3 \pm 0,0001g} \times 100 = 55,13\%$$

✓ Calculo del % de Níquel recuperado.

$$m_{NiSol} = m_{CuCatFin} - m_{CuCatIni} = 7,1356 - 7,1146 = 0,021 \pm 0,0001g$$

$$m_{NiSO_4} = \rho_{NiSO_4} \times V_{NiSO_4} = 3,68g \cdot ml^{-3} \times 2ml \pm 0,1 = 7,36g$$

$\%_{NiSol}$ = % de Níquel recuperado

m_{NiSol} = Masa de Níquel en la solución

$m_{CuCatFin}$ = Masa del cátodo después de la electrodeposición del níquel.

$m_{CuCatIni}$ = Masa del cátodo después de la electrodeposición del cobre.

$$\%_{NiSol} = \frac{m_{NiSol}}{m_{NiSO_4}} \times 100 =$$

$$\%_{NiSol} = \frac{0,021 \pm 0,0001g}{7,36 \pm 0,0001g} \times 100 = 0,2853\%$$

BIBLIOGRAFIA

- BROWN, T. ***CHEMISTRY the Central Science***. Ed. Prentice-Hall 7th edición, 1997. p.p 131, 723-761.
- DANIELS, F. ***PHYSICAL CHEMISTRY***. Ed. John Wiley & Sons, Inc. 2nd edition, 1961. p.p 380-440.
- GLASSTONE, S. ***Tratado de QUÍMICA FÍSICA***. Ed. Aguilar 7^a edición, 1976. p.p 909-922.
- GONZALEZ, C. ***Guía de Practicas del Laboratorio de Física General***. Departamento de Física General, Escuela Básica, Facultad de Ingeniería, Inédita, 1999. p.p 3-76.

Referencias Adicionales:

- Barrow, Gordon. ***Química Física***.
- Castellan, Gilbert. ***Físico-Química***.
- Levine, I. ***Físico-Química***.
- Chang, R. ***Química General***.