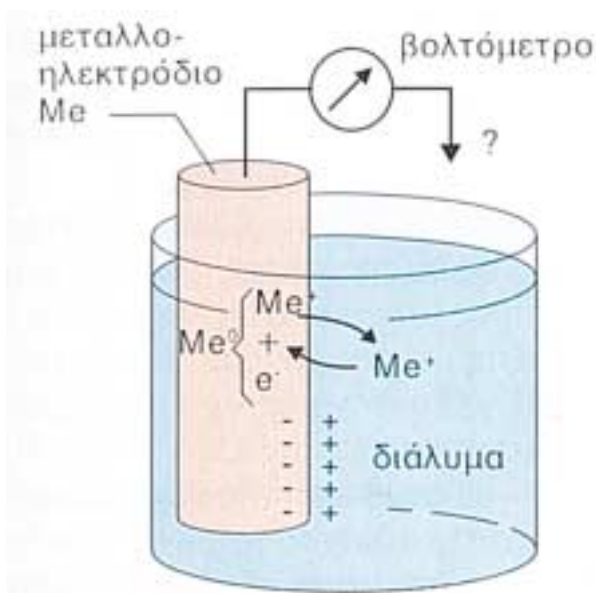


4.5.2 ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΗΣ ΕΝΕΡΓΟΥ ΟΞΥΤΗΤΑΣ, pH.

Γενικά, ορισμοί θεωρητικές αρχές.

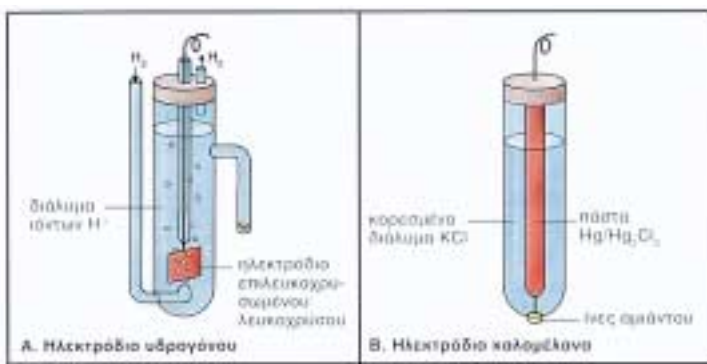
Έχετε ποτέ αναρωτηθεί πως λειτουργεί μία κοινή μπαταρία (ή ένα «ξηρό στοιχείο», όπως είναι η επιστημονική της ονομασία); Γνωρίζετε ότι σε αυτή η χημική αντίδραση ή η χημική ενέργεια μετατρέπεται σε ηλεκτρικό ρεύμα - δηλαδή ηλεκτρική ενέργεια; Όταν μελετήσετε και την ηλεκτρόλυση θα δείτε ότι εκεί γίνεται το αντίθετο δηλαδή η ηλεκτρική ενέργεια μετατρέπεται σε χημική. Ας δούμε λίγο βαθύτερα το φαινόμενο.



Σχήμα 4.36 Εμφάνιση δυναμικού σε ηλεκτρόδιο μετάλλου

Μελετήστε την παραπάνω εικόνα (σχήμα 4.36). Μια ράβδος από μέταλλο (Me) είναι εμβαπτισμένη σε διάλυμα που περιέχει τα ιόντα του ίδιου μετάλλου (Me^{n+}). Αυτό είναι ένα ηλεκτρόδιο του μετάλλου Me. Τότε πάνω στην ράβδο αναπτύσσεται ένα δυναμικό (ας πούμε μια συσσώρευση ηλεκτρονίων τα οποία θα μπορούσαν να κινηθούν - άρα ηλεκτρικό ρεύμα- προς το εξωτερικό κύκλωμα). Κοιτάξτε την ημιτελή προσπάθεια να μετρηθεί το δυναμικό

αυτό με ένα βολτόμετρο (μιλιβολτόμετρο για μεγαλύτερη ευαισθησία). Το ερωτηματικό στην άλλη άκρη σημαίνει ότι το δυναμικό αυτό πρέπει να μετρηθεί ως προς ένα άλλο ηλεκτρόδιο του οποίου γνωρίζουμε το δυναμικό ή του οποίου το δυναμικό μπορούμε αυθαίρετα να το θεωρήσουμε ίσο με το μηδέν. Αυτό το δεύτερο ηλεκτρόδιο είναι το λεγόμενο *ηλεκτρόδιο αναφοράς*. Στο κατωτέρω σχήμα δίνονται δυο κλασικά ηλεκτρόδια αναφοράς με πιο εύχρηστο το ηλεκτρόδιο καλομέλανα (σχήμα 4.37).



Σχήμα 4.37: Ηλεκτρόδια αναφοράς.

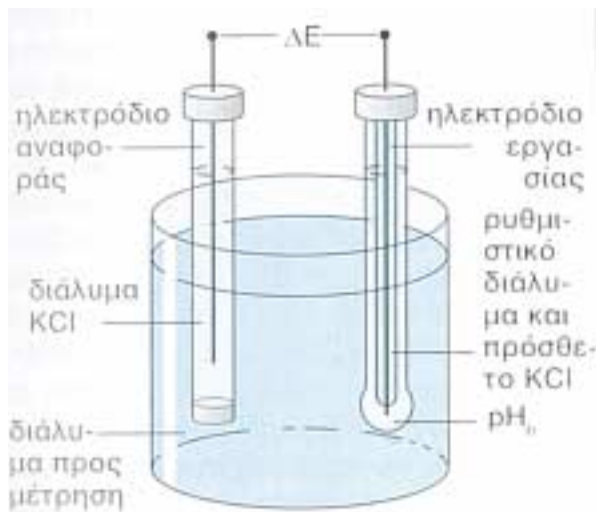
Δεξιά το ηλεκτρόδιο καλομέλανα, αριστερά τον υδρογόνου.

Αν λοιπόν αντικατασταθεί το ερωτηματικό με ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς, τότε η ένδειξη του μιλιβολτόμετρου θα είναι το δυναμικό του ηλεκτροδίου, ως προς το ηλεκτρόδιο αναφοράς βέβαια. Η έρευνα έδειξε ότι το δυναμικό αυτό εξαρτάται από τη φύση του μετάλλου, τη θερμοκρασία και κυρίως από τη συγκέντρωση των ιόντων, Me^{n+} , στο διάλυμα. Αυτό είναι μια σημαντική αναλυτική πληροφορία. Το δυναμικό σε mV είναι ανάλογο της συγκέντρωσης των ιόντων αν η θερμοκρασία είναι σταθερή.

Με βάση αυτή την αρχή έχει κατασκευαστεί σήμερα μια μεγάλη σειρά ηλεκτροδίων, που λέγονται *εκλεκτικά ηλεκτρόδια ιόντων*, με τα οποία μετρείται η συγκέντρωση πολλών ιόντων, κατιόντων και ανιόντων. Η μέθοδος του προσδιορισμού λέγεται *άμεση δυναμομετρία* ή *ποτενσιομετρία*. Καθένα από τα εκλεκτικά αυτά ηλεκτρόδια, λειτουργώντας πια ως ηλεκτρόδιο εργασίας, ανταποκρίνεται, δίνει δηλαδή

σχήμα -δυναμικό το οποίο προσδιορίζεται ως προς ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς και προσδιορίζει ένα μόνο ιόν. Στα ηλεκτρόδια αυτά μια από τις απαιτήσεις είναι να έχουν πολύ μεγάλη εσωτερική αντίσταση ώστε να μην επιτρέπουν το πέρασμα ρευμάτων τα οποία θα αλλοίωναν τη συγκέντρωση που θα μετρήσουν.

Το παλαιότερο όμως τέτοιο ηλεκτρόδιο είναι ένα που ανταποκρίνεται στη συγκέντρωση των ιόντων υδρογόνου στο διάλυμα, H^+ το λεγόμενο *ηλεκτρόδιο υάλου*. Το ηλεκτρόδιο δηλαδή εργασίας είναι ηλεκτρόδιο φτιαγμένο από γυαλί μιας ειδικής σύστασης και πολύ μεγάλης ηλεκτρικής αντίστασης. Το σχήμα του είναι ένας γυάλινος σωλήνας με μια σφαιρική διεύρυνση (φούσκα) στο κάτω μέρος του. Η εξωτερική επιφάνεια του σφαιρικού τμήματος έρχεται σε επαφή με το διάλυμα του οποίου η συγκέντρωση H^+ επηρεάζει το δυναμικό του ηλεκτροδίου. Στο εσωτερικό του το ηλεκτρόδιο έχει ένα διάλυμα με σταθερή συγκέντρωση H^+ , έναν ηλεκτρολύτη και ένα μεταλλικό σύρμα για την ηλεκτρική επαφή. Το ηλεκτρόδιο αυτό σε συνδυασμό με ένα *ηλεκτρόδιο αναφοράς* μπορεί να χρησιμοποιείται για τη μέτρηση της συγκέντρωσης των H^+ σε υδατικά διαλύματα. Στο κατωτέρω σχήμα φαίνονται τα δύο αυτά ηλεκτρόδια (σχήμα 4.38).



Σχήμα 4.38: Μέτρηση pH με ηλεκτρόδια υάλου

Τα τελευταίας τεχνολογίας ηλεκτρόδια είναι συμπαγή (compact) στα οποία το ηλεκτρόδιο αναφοράς έχει ενσωματωθεί στο ηλεκτρόδιο υάλου. Είναι όμως «δύο σε ένα» ηλεκτρόδια και όχι ένα ηλεκτρόδιο.

Με το ή τα ηλεκτρόδια αυτά είναι δυνατόν να προσδιορίζεται η συγκέντρωση των H^+ ενός υδατικού διαλύματος. Από που προέρχονται αυτά; Από το ίδιο το H_2O , ένα πολύ μικρό ποσοστό των μορίων του οποίου διίσταται δίνοντας H^+ και OH^- και από τα οξέα ή βάσεις τα οποία διαλύονται σε αυτό. Στο καθαρό νερό η $[H^+] = [OH^-] = 10^{-7}$ mol ιόντων /L. Αν προστεθεί ένα οξύ η $[H^+]$ αυξάνει και γίνεται π.χ. 10^{-6} ή 10^{-5} ή κλπ. Αν προστεθεί μια βάση τα H^+ μειώνονται και γίνονται 10^{-8} 10^{-9} ή κλπ (δεν είναι υποχρεωτικό η αύξηση να είναι κάθε φορά δεκαπλάσια αλλά για λόγους ευκολίας στα μαθηματικά αρκούμεθα σε τέτοια μεταβολή). Μάλιστα για να μην εκφραζόμαστε με τόσο μικρούς αριθμούς μπορούμε και χρησιμοποιούμε τον αρνητικό δεκαδικό λογάριθμο της συγκέντρωσης. Αυτό είναι η τιμή του pH ή απλά το pH του διαλύματος:

$$pH = -\log[H^+]$$

και η τιμή του κυμαίνεται από 0 έως 14. Είναι σημαντικό να καταλάβουμε ότι με τα ηλεκτρόδια αυτά μετράμε τα ελεύθερα ή ενεργά ιόντα H^+ και όχι την ολική οξύτητα του διαλύματος που μπορεί κανείς να την προσδιορίσει με την αλκαλιμετρία.

Η τιμή του pH ενός διαλύματος είναι ένας μεγάλης σημασίας χημικός ή φυσικοχημικός δείκτης. Το pH των βιολογικών υγρών των αποβλήτων, των λιμνών, των ποταμών, της θάλασσας, διαλυμάτων στο εργαστήριο είναι πρωταρχικής σημασίας. Το πεχάμετρο είναι το πέμπτο δημοφιλέστερο όργανο που συναντά κανείς στο εργαστήριο (ζυγοί, πυριατήρια, πλάκες θερμοαντικές με ανάδευση, απαγωγοί, πεχάμετρα,.....)

Το πεχάμετρο, όπως συμβαίνει με τα περισσότερα από τα όργανα της ενόργανης ανάλυσης, χρειάζεται μια βαθμολόγηση για να μετρά τη συγκέντρωση $[H^+]$. Δηλαδή θα χρησιμοποιήσουμε πρότυπα διαλύματα H^+ γνωστής συγκέντρωσης, για να αντιστοιχίσουμε την ένδειξη του οργάνου με τη συγκέντρωση αυτή. Τέτοια διαλύματα που έχουν όχι

διάλυμα HCl 1M έχει
 $pH=0$

διάλυμα $NaOH$ 1M έχει
 $pH=14$

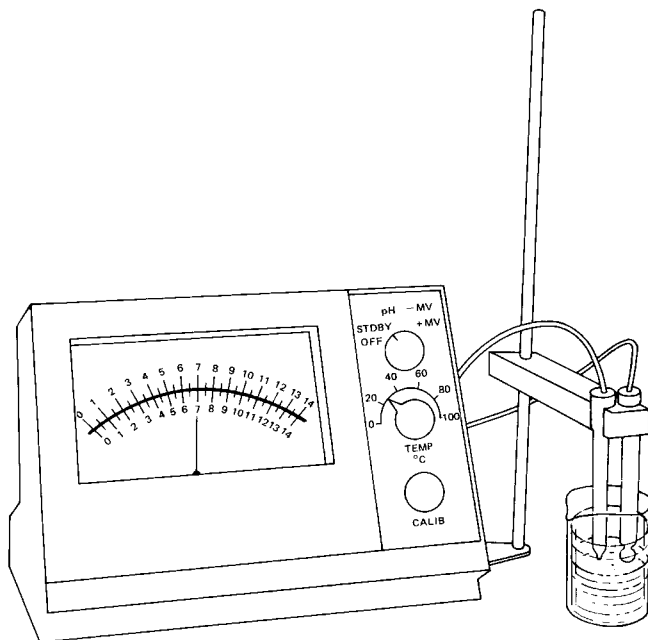
μόνο γνωστή αλλά και σταθερή $[H^+]$ λέγονται *ρυθμιστικά διαλύματα* και χρησιμοποιούνται πλην των άλλων πολύ στην πεχαμετρία για τη βαθμονόμηση των οργάνων. Ρυθμιστικά διαλύματα με όλες σχεδόν τις τιμές της κλίμακας pH, συνήθως από 0 έως pH= 10, κυκλοφορούν έτοιμα στο εμπόριο ή μπορεί κανείς να τα παρασκευάσει στο εργαστήριο, σύμφωνα με οδηγίες που βρίσκει στη βιβλιογραφία. Στο παράρτημα του βιβλίου δίνεται ένας πίνακας για την παρασκευή τέτοιων διαλυμάτων επιθυμητού pH (δες και παρακάτω στο όργανο).

Το όργανο και η τεχνική της μέτρησης.

Κάθε διάταξη μέτρησης του pH διαλυμάτων περιλαμβάνει τα ηλεκτρόδια ή το συμπαγές ηλεκτρόδιο και το κυρίως όργανο που είναι στη βάση του ένα μιλιβολτόμετρο με μεγάλη εσωτερική αντίσταση. Όπως συμβαίνει με κάθε όργανο, οι οδηγίες του κατασκευαστή έχουν ιδιαίτερη σημασία. Η φύλαξη των ηλεκτροδίων, η συντήρησή τους και η χρήση τους περιγράφονται με κάθε λεπτομέρεια στο prospectus του οργάνου. Το ηλεκτρόδιο υάλου π.χ. πρέπει να φυλάσσεται εμβαπτισμένο σε διάλυμα KCl 0,1 M για όσο διάστημα είναι εν χρήση και τουλάχιστον μια μέρα πριν αρχίσει η σειρά μετρήσεων. Το ηλεκτρόδιο αναφοράς να είναι εμβαπτισμένο σε διάλυμα KCl 3 M, η στάθμη του ηλεκτρολύτη μέσα σε αυτό να είναι μέχρι ορισμένο ύψος και αν είναι κορεσμένο το διάλυμα του KCl να υπάρχει και στερεό KCl σε ύψος 1 cm τουλάχιστον.

Το κυρίως όργανο μπορεί να έχει την παρακάτω όψη. (σχήμα 4.39, 4.40)

Τα νεώτερα ψηφιακά πεχάμετρα είναι πολύ πιο μικρά (βλέπε και αγωγιμόμετρα) και εύχρηστα. Πάντως στο κατωτέρω τυπικό πεχάμετρο, αλλά και σε όλα σε γενικές γραμμές, με ένα διακόπτη μπορεί να περάσει κανείς από μέτρηση pH σε μέτρηση δυναμικού σε mV (στην εικόνα ο πάνω αριστερά διακόπτης με επιπλέον θέσεις off και έτοιμο -stand by-). Υπάρχει ένας διακόπτης βαθμονόμησης (calibration, CAL) με τον οποίο εναρμονίζεται η ένδειξη του οργάνου με την τιμή του ρυθμιστικού διαλύματος που



Σχήμα 4.39: Ένα τυπικό πεχάμετρο



Σχήμα 4.40: Ένα ψηφιακό πεχάμετρο

χρησιμοποιείται για τη βαθμονόμηση. Με τον διακόπτη TEMP (temperature = θερμοκρασία) εισάγεται η θερμοκρασία του διαλύματος που μετρείται. Αυτή μετρείται με ένα θερμόμετρο ή το ίδιο το όργανο διαθέτει έναν αισθητήρα, ο οποίος επίσης εμβαπτίζεται στο διάλυμα μαζί με τα ηλεκτρόδια.

Πριν τη μέτρηση είναι απαραίτητη η βαθμονόμηση του οργάνου. Αυτή, προκειμένου για μετρήσεις που δεν απαιτούν μεγάλη ακρίβεια, μπορεί να γίνει με ένα ρυθμιστικό διάλυμα. Έτσι π.χ. αν θα μετρήσει κανείς διαλύματα όξινα

παίρνει μια ποσότητα από ρυθμιστικό διάλυμα με $\text{pH} = 4$ και εμβαπτίζει σε αυτό το ηλεκτρόδιο (μιλώντας για το συμπαγές). Επίσης με ένα θερμομέτρο μετρά την θερμοκρασία του διαλύματος και με τον διακόπτη TEMP την τοποθετεί στο όργανο (π.χ. 18° ή 22°C κλπ). Η μέτρηση κανονικά γίνεται με συνεχή ανάδευση του διαλύματος με ένα π.χ. μαγνητικό αναδευτήρα. Με το κουμπί CAL (σε άλλα ο διακόπτης ονομάζεται Buffer από την Αγγλική ονομασία του ρυθμιστικού) η τιμή αυτή, 4,0, μπαίνει στο όργανο στην κλίμακα του pH . Στη συνέχεια το ηλεκτρόδιο θα πλυθεί με απιονισμένο νερό, θα σκουπιστεί με μαλακό χαρτί και θα εμβαπτιστεί στο «άγνωστο» διάλυμα του οποίου ζητείται η τιμή του pH .

Buffer: η αγγλική ονομασία του ρυθμιστικού διαλύματος

Για πιο ακριβείς μετρήσεις γίνεται ρύθμιση με δύο ρυθμιστικά που να απέχουν μεταξύ τους περί τις τρεις μονάδες pH . Έτσι εμβαπτίζεται πρώτα το ηλεκτρόδιο σε διάλυμα με τιμή π.χ. $\text{pH}=7,00$ και με το CAL (ή Buffer) μπαίνει η τιμή στην κλίμακα του οργάνου. Ξεπλένεται και σκουπίζεται το ηλεκτρόδιο και μετά εμβαπτίζεται σε διάλυμα με $\text{pH} = 4,00$. Το όργανο πρέπει να δείχνει 4,00 ή κάτι γύρω από αυτή την τιμή. Με τον διακόπτη TEMP (ή sensitivity = ευαισθησία) διορθώνουμε ώστε να δείχνει το όργανο ακριβώς την τιμή του ρυθμιστικού, εδώ το 4,00. Όσο πιο πολύ αποκλίνει η ένδειξη του διακόπτη TEMP από τη θερμοκρασία του διαλύματος, τόσο το ηλεκτρόδιο δεν είναι πια πολύ αξιόπιστο. Στη μέτρηση που θα ακολουθήσει ο διακόπτης αυτός δεν θα αλλάξει πια θέση.

Πάντως για απλές μετρήσεις η ρύθμιση με ένα ρυθμιστικό διάλυμα είναι αρκετή. Διαλύματα που δεν είναι ρυθμιστικά και έχουν περίπου ουδέτερο pH , όταν μετρούνται θέλουν χρόνο μέχρι να σταθεροποιηθεί ο δείκτης του οργάνου. Έχουν μετρηθεί χρόνοι ωρών για ορισμένες περιπτώσεις μέχρι τη σταθεροποίηση της ένδειξης.

Στο εργαστηριακό μέρος θα μετρήσετε τις τιμές pH διαφόρων υγρών διαλυμάτων εργαστηριακών ή κοινής χρήσης. Στον πίνακα 4.6 δίνονται οι τιμές pH μερικών κοινών υγρών.

Πίνακας 4.6:
Τιμές pH κοινών υγρών

Υγρό	pH	Υγρό	pH
Γαστρικό υγρό	1,3	Χυμός Grapefruit	3,2
Χυμός λεμόνι	2,3	Καφές σκέτος	5,0
Ξίδι	3,0	Σάλιο	6,8-7,2
Ορρός αίματος	7,4	Ούρα	4,8-7,5
Νερό απιονισμένο	5,5-6,8	Νερό δικτύου	7,5- 8,5

Συμπληρώστε τον πίνακα αυτό με δικές σας μετρήσεις

4.5.3. ΗΛΕΚΤΡΟΣΤΑΘΜΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟΣ

Γενικά, ορισμοί, θεωρητικές αρχές

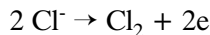
Η ηλεκτροσταθμική μέθοδος (λέγεται και ηλεκτροαπόθεση ή και ηλεκτροανάλυση) είναι το πιο χαρακτηριστικό παράδειγμα μεθόδων, που βρίσκονται στο μεταίχμιο μεταξύ των κλασικών μεθόδων και της ενόργανης ανάλυσης. Αυτό γιατί έχει τα χαρακτηριστικά μιας σταθμικής μεθόδου μια και το τελικό προϊόν ζυγίζεται. Βέβαια δεν είναι ίζημα που απομονώθηκε από μια διήθηση αλλά έχει αποτεθεί, κατάλληλα, πάνω σε ένα από τα δύο ηλεκτρόδια του ηλεκτρολυτικού κελιού, όπως λέγεται. Έτσι έχει το χαρακτήρα μιας κλασικής μεθόδου, μια και δεν παράγεται κάποιο ιδιαίτερο σήμα, χωρίς να χρειάζονται πρότυπα διαλύματα και βαθμονομήσεις. Απλά ζυγίζεται το ηλεκτρόδιο πριν και μετά την απόθεση και η διαφορά (αύξηση) βάρους δίνει το ποσό του μετάλλου που υπήρχε στο διάλυμα.

Από την άλλη πλευρά έχει και χαρακτήρα ενόργανης ανάλυσης μια και το αντιδραστήριο που καταβυθίζει το κατιόν (αφού εφαρμόζεται κύρια σε κατιόντα) είναι τα ηλεκτρόνια τα οποία φτάνουν στο αρνητικό ηλεκτρόδιο (-). Γίνεται λοιπόν μια ηλεκτροχημική (ημι)αντίδραση όπως η

$$\text{Cu}^{2+} + 2e \rightarrow \text{Cu}.$$

Το ηλεκτρόδιο, μέσω του οποίου οδηγούνται ηλεκτρόνια προς το διάλυμα του ηλεκτρολύτη και το οποίο συνδέε-

ται με τον αρνητικό πόλο της πηγής, ονομάζεται κάθοδος. Η αντίδραση δε της πρόσληψης ηλεκτρονίων λέγεται αναγωγή. Η αντίθετή της, δηλαδή η αποβολή ηλεκτρονίων, είναι μια οξειδωση όπως π.χ.



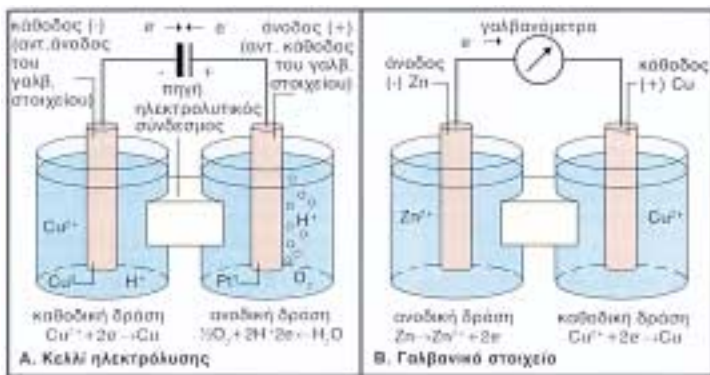
Αυτή γίνεται στο ηλεκτρόδιο από το οποίο απομακρύνονται τα ηλεκτρόνια προς το εξωτερικό κύκλωμα στην πορεία τους προς το θετικό πόλο της πηγής. Το ηλεκτρόδιο αυτό λέγεται άνοδος.

Στο κατωτέρω σχήμα 4.41 δίνεται η εικόνα ενός ηλεκτρολυτικού κελιού και για σύγκριση και ενός γαλβανικού. Προσέξτε τη φορά των ηλεκτρονίων (e^-), την κάθοδο και την καθοδική αναγωγή. Προς το παρόν το τι γίνεται στην άνοδο ας μην μας απασχολήσει. Αν τα δύο ηλεκτρόδια είναι εμβυπτισμένα στο ίδιο διάλυμα δεν χρειάζεται αυτό που στο σχήμα αναφέρεται ως ηλεκτρολυτικός σύνδεσμος. (βλέπε και επόμενο σχήμα).

Η ηλεκτροσταθμική μέθοδος λοιπόν είναι μια μέθοδος ποσοτικού προσδιορισμού μεταλλικών ιόντων μέσα από την αναγωγή τους σε ένα κατάλληλο ηλεκτρόδιο -στην κάθοδο- και τη ζύγιση του ελεύθερου μετάλλου που αποτέθηκε. Σήμερα χρησιμοποιείται σε πολύ λίγες περιπτώσεις και κύρια για προσδιορισμό Cu, Ag, Cd και Ni.

Είναι δηλαδή η ηλεκτροσταθμική μέθοδος μια αναλυτική εφαρμογή του γενικότερου φαινομένου της **ηλεκτρολύσης**. Αυτή θα τη δείτε να εφαρμόζεται για παρασκευές εργαστηριακές ή και βιομηχανικές, στοιχείων και ενώσεων όπως τα Cl_2 , Na, Al, NaOH κλπ. Επίσης θα γνωρίσετε την **επιμετάλλωση** με την οποία κάποιες επιφάνειες καλύπτονται από λεπτό μεταλλικό στρώμα για προστασία από διάβρωση ή διακόσμηση ή αντοχή (λέγεται και **γαλβανοπλαστική**).

Προσπαθώντας τώρα να προβλέψουμε τα χαρακτηριστικά του κυκλώματος ενός **ηλεκτρολυτικού κελιού**, ώστε με αυτό να γίνονται ηλεκτροσταθμικοί προσδιορισμοί, θα ξεκινήσουμε από τα ηλεκτρόδια. Αυτά πρέπει να μην έχουν αντίσταση, να είναι αδρανή ώστε να μην αντιδρούν με το διάλυμα και το υλικό που θα αποτεθεί σε αυτά και να έχουν τη μεγαλύτερη δυνατή επιφάνεια ώστε να αποτίθεται



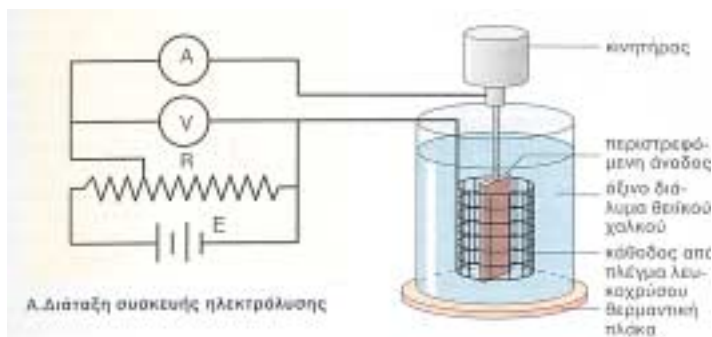
Σχήμα 4.41: Ένα ηλεκτρολυτικό κελί και ένα γαλβανικό κελί

ομαλά και σε μεγάλη ποσότητα το μέταλλο που θα αναχθεί. Το διάλυμα επίσης του ηλεκτρολύτη, του οποίου το κατιόν θα προσδιοριστεί, πρέπει να έχει μεγάλη αγωγιμότητα ή (το ίδιο) μικρή αντίσταση. Το διάλυμα αυτό πρέπει να αναδεύεται έντονα και να θερμαίνεται έτσι ώστε η απόθεση να γίνεται όσο το δυνατόν συντομότερα (μεγάλη ταχύτητα απόθεσης). Η αναδευση και η θέρμανση πρέπει να γίνονται μέχρι του σημείου ώστε η απόθεση του μετάλλου πάνω στο ηλεκτρόδιο να είναι ομαλή και η πρόσφυσή του να είναι καλή. Η πηγή είναι μια πηγή συνεχούς ρεύματος που μπορεί να είναι ένας συσσωρευτής ή ένας *ανορθωτής* που μετατρέπει το εναλλασσόμενο ρεύμα σε συνεχές. Η τάση της πηγής, αν κανείς προσδιορίζει ένα μόνο κατιόν, τον χαλκό π.χ., να είναι τέτοια ώστε να αποτίθεται το κατιόν αυτό -μια και το καθένα έχει μία τάση απόθεσης όπως λέγεται - και ταυτόχρονα να κρατά ένα ρεύμα σταθερής έντασης κατά την διάρκεια της ηλεκτρόλυσης.

Η διάταξη και η τεχνική της μέτρησης.

Μια διάταξη ή συσκευή ηλεκτρόλυσης που προορίζεται για ηλεκτροσταθμικούς προσδιορισμούς στην πιο απλή και γενική της μορφή περιλαμβάνει τα εξής μέρη τα οποία φαίνονται στο κατωτέρω σχήμα 4.42.

Τα δύο ηλεκτρόδια είναι από Λευκόχρυσο (Pt). Η κάθοδος στην οποία θα αποτεθεί το μέταλλο (εδώ ο Χαλκός) έχει μορφή πλέγματος (για μεγάλη επιφάνεια),



Σχήμα 4.41: Διάταξη συσκευής ηλεκτροσταθμικού προσδιορισμού Cu.

ενώ η άνοδος είναι μια σπείρα ή στεφάνι από Pt. Στο σχήμα υπάρχει μια ατέλεια. Ποτέ δεν εμβαπτίζεται όλη η κάθοδος στο διάλυμα. Πάντα ένα μέρος της μένει εκτός για τον έλεγχο της προόδου της απόθεσης (βλέπε και πείραμα). Προσέξτε το χρώμα, χαλκόχρωμα, που έχει η κάθοδος από το μέταλλο που έχει αποτεθεί σε αυτή.

Για την ανάδευση του διαλύματος μπορεί η κάθοδος να περιστρέφεται με ένα κινητήρα (διάταξη με περιστρεφόμενη κάθοδο). Η ανάδευση μπορεί να γίνεται και με μαγνητικό αναδευτήρα με μεγάλο αριθμό στροφών της μαγνητικής πλάκας. Επίσης υπάρχει θερμαντική πλάκα για θέρμανση του διαλύματος ώστε να επιταχύνεται το όλο φαινόμενο.

Η πηγή είναι μια πηγή συνεχούς ηλεκτρικού ρεύματος. Προσέξτε τη συνδεσμολογία και τη ρυθμιστική αντίσταση R μέσω της οποίας μπορεί να ρυθμίζεται (αυξομειώνεται) η τάση της πηγής ώστε να είναι δυνατόν η ένταση του ρεύματος να μένει σταθερά κατά τη διάρκεια της ηλεκτρόλυσης. Για τον έλεγχο υπάρχουν τα όργανα ελέγχου αμπερόμετρο, A, και βολτόμετρο, V.

Πριν από την έναρξη του προσδιορισμού η κάθοδος αφού έχει καθαριστεί, ζυγίζεται και σημειώνεται το βάρος της. Ετοιμάζεται το διάλυμα, το οποίο έχει το χαρακτηριστικό μπλε χρώμα των διαλυμάτων των αλάτων χαλκού, εμβαπτίζονται τα ηλεκτρόδια (προσοχή η κάθοδος όχι σε όλο το ύψος της), γίνονται οι συνδέσεις και ξεκινά ο προσδιορισμός. Το τέλος του φαινομένου σε πρώτη φάση φαίνεται από τον αποχρωματισμό του διαλύματος. Μπορεί όμως κανείς να κατεβάσει λίγο την κάθοδο βυθίζοντάς την

λίγο ακόμα και συνεχίζεται η ηλεκτρόλυση ενώ παρατηρούμε αν αυτή κοκκινίσει.

Αφού πλέον αποτεθεί ποσοτικά το μέταλλο χωρίς να διακοπεί η παροχή του ρεύματος, αναστηκώνεται η κάθοδος, αποσύρεται (τότε διακόπτεται και η παροχή του ρεύματος), ξεπλένεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η αύξηση βάρους είναι το βάρος του μετάλλου που περιεχόταν στο διάλυμα.