

ĆWICZENIE 4.

ELEKTROCHEMICZNA SYNTEZA NADTLENODISIARCZANU(VI) POTASU $K_2S_2O_8$

I. Wykonanie ćwiczenia.

Elektrosynteza $S_2O_8^{2-}$.

Do wąskiej zlewki o pojemności 100 ml wlać dokładnie odmierzoną objętość 10%-owego roztworu kwasu siarkowego(VI) oraz wsypać obliczoną i odważoną naważkę K_2SO_4 . Po uzupełnieniu wody do objętości 50 ml cała sól powinna się rozpuścić. W razie trudności z rozpuszczeniem się siarczanu(VI) potasu można zlewkę z mieszaniną lekko podgrzać, maksymalnie do 50°C.

Zbudować układ do elektrosyntezy. Jako fazę przewodzącą anody stosuje się drut platynowy umieszczony wewnątrz szklanej rurki. Fazą przewodzącą katody jest spiralnie zwinięty dookoła rurki drut platynowy lub miedziany. Zamontować termometr. Zlewkę z przygotowanym roztworem umieścić w łaźni lodowej ustawionej na mieszadle magnetycznym. Podłączyć fazy przewodzące elektrod zgodnie z podanym schematem.

Włączyć zasilanie i szybko nastawić na zasilaczu za pomocą pokrętki wyliczone natężenie prądu, uzgodnione z prowadzącym. Podczas elektrolizy temperatura nie powinna przekroczyć 16°C (optymalnie temperatura powinna być utrzymywana w zakresie 6-8°C). W razie potrzeby uzupełniać lód w łaźni lodowej, zaś powstającą wodę usuwać za pomocą kranu. Elektrolizę prowadzić 90 min. Zanotować wartość natężenia prądu i dokładny czas trwania elektrolizy. W międzyczasie zważyć naczynko, w którym zostanie umieszczony produkt reakcji oraz wykonać **tzw. ślepą próbę**. Po upływie 90 min. wyłączyć zasilacz. Po zdemontowaniu układu, powstały w zlewce osad, odsączyć na zimno na lejku Buchnera stosując pompkę wodną i kolbę ssawkową. Osad przemyć na lejku niewielką ilością schłodzonej lodem wody destylowanej, a następnie niewielką ilością schłodzonego etanolu (ok. 5 ml), a następnie eteru dietylowego (do 5 ml).

Osad zdjęć z sączka, umieścić w naczynku i odstawić go do eksykatora ze środkiem suszącym. Po upływie 30 min. zważyć naczynko wraz z nadtlenodisiarczanem potasu. Na podstawie różnicy mas naczynka z osadem i bez obliczyć ilość powstałego związku. Zapisać barwę otrzymanego związku.

Wykonanie próbnego oznaczenia – tzw. ślepej próby.

W celu zapoznania się z metodą oznaczania, a także sprawdzenia czystości handlowego odczynnika przeprowadzić tzw. ślepą próbę. To próbne oznaczenie polega na jodometrycznym oznaczeniu handlowego odczynnika $K_2S_2O_8$ (lub $Na_2S_2O_8$) wg przepisu umieszczonego poniżej. Oznaczenie wykonuje się w czasie trwania elektrosyntezy $K_2S_2O_8$.

Oznaczenie czystości preparatu metodą jodometryczną.

Do zlewki o pojemności 100 ml wlać 60 ml wody destylowanej, a następnie wsypać ok. 1 g KI oraz ok. 1 g NH_4Cl . Roztwór energicznie wymieszać, tak by rozpuściły się dodane sole i odstawić go w ciemne miejsce. Na wadze analitycznej odważyć z dokładnością do 0.1 mg, ok. 0,2 g badanego nadtlenodisiarczanu(VI) potasu $K_2S_2O_8$ (w przypadku ślepej próby nadtlenodisiarczan pobiera się z bezpośrednio z pojemnika producenta). Odważony związek

przenosi się ilościowo do kolby Erlenmayera o poj. 100 ml. (ilościowe przenoszenie oznacza, że naczynko wagowe należy dokładnie wypłukać małą ilością wody destylowanej i wodę tą wlać do kolby z wsypaną próbką). Następnie do kolby wlać 30 ml uprzednio przygotowanego roztworu KI oraz NH_4Cl . Roztwór energicznie wymieszać, tak by cała oznaczana substancja rozpuściła się. Następnie odstawić go na 15 min. w ciemne miejsce. Miareczkować mianowanym $0,1000 \text{ mol/dm}^3$ roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, powoli dodając go z biurety. Podczas miareczkowania brązowopomarańczowy roztwór zmieni barwę na żółtą. Wtedy dodać ok. 2 ml roztworu skrobi. Roztwór zmieni barwę na granatowoczną. Od tego momentu titrant dodawać pojedynczymi kroplami, a miareczkowany roztwór bardzo intensywnie miesza

. Punkt końcowy miareczkowania odpowiada odbarwieniu roztworu od jednej kropli titranta. Zapisać ilość mililitrów zużytego roztworu tiosiarczanu sodu.