

Vorschrift 5

Kaliumtetrathionat $K_2S_4O_6$

Arbeitsvorschrift

In 60 ml H_2O wird solange SO_2 Gas eingeleitet, bis sich eine durchscheinende kristalline Masse von $SO_2 \cdot 6H_2O$ ergibt (etwa 30 Minuten). Danach gibt man unter Rühren eine auf $-15^\circ C$ vorgekühlte Lösung von 7,5 g S_2Cl_2 in 60 ml Petrolether in Portionen von 2 ml zu. Nach vollständiger Umsetzung (Lösung nahezu entfärbt) werden die Phasen getrennt. Die organische Phase wird verworfen, durch die wässrige Phase wird zum Austreiben des überschüssigen SO_2 Luft durchgesaugt (etwa 2 Stunden). Die erhaltene Lösung wird auf $0^\circ C$ gekühlt und mit einer Lösung von 26g KOH in 160 ml Ethanol auf pH 6-7 neutralisiert. Die dabei entstehenden weißen Kristalle werden abfiltriert und zur weiteren Reinigung bei $60^\circ C - 70^\circ C$ aus möglichst wenig H_2O umkristallisiert. Das erhaltene weiße, kristalline $K_2S_4O_6$ wird abfiltriert und über P_4O_{10} getrocknet.
Ausbeute: 70 %.

Anmerkungen

SO_2 besitzt einen stark stechenden unangenehmen Geruch und reizt die Atemwege. S_2Cl_2 hydrolysiert an der Luft, ist giftig und zeigt ebenfalls einen unangenehmen Geruch. Petrolether ist brennbar.

Aufgabenstellung

- Stellen Sie die Reaktionsgleichungen auf (beginnend mit SO_2 und H_2O) und berechnen Sie den Ansatz auf 5 g $K_2S_4O_6$ (bei 100 % Ausbeute)
- Fertigen Sie eine detaillierte Apparaturskizze an
- Führen Sie die Synthese durch und bestimmen Sie die Ausbeute

Fragen

- Wie erzeugen Sie Temperaturen von 0 bzw. $-15^\circ C$?
- Was ist Petrolether?
- Warum darf der pH Wert bei der Neutralisation 7 nicht übersteigen?
- Warum darf die Temperatur beim Umkristallisieren nicht größer als $70^\circ C$ sein
- Beschreiben Sie detailliert den Vorgang und den Sinn des Umkristallisierens

Literatur

Handbuch der präparativen anorganischen Chemie. Hrsg. v. Georg Brauer., Enke Stuttgart, 3. Aufl., Bd 1. (1978), S.398.