

## Vorschrift 7a

### 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.

