

Herstellung von $K_2S_2O_8$

Can-C. Dörtbudak - Clemens Kaiser -

23. Mai 2004

1 Theorie

Die Elektrolyse stellt ein chemisches Verfahren dar, bei dem in wässrigen oder nichtwässrigen Lösungen von Stoffen eine Trennung der Stoffe erzielt werden kann. Durch in Tabellen zugängliche Werte der Standardpotentiale von verschiedenen Substanzen, können diese in der elektrolyse leicht getrennt werden. Das Standardpotential wurde willkürlich gegen Standardwasserstoffelektrode gesetzt mit 0.000V. Bringt man eine Standardwasserstoffelektrode mit einer M/M^{n+} in eine wässrige Lösung, kann die Spannung zwischen den beiden Elementen gemessen werden, dies stellt das Potential der Zelle dar (Standardkonz. der Lösung ist dabei 1M).

Mit der Nernstschen Gleichung läßt sich das Redoxpotential in Abhängigkeit der Konzentration errechnen:

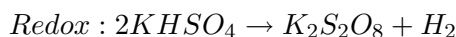
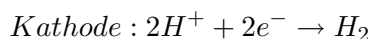
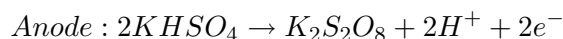
$$\delta E = E_0 + \frac{RT}{zF} * \ln \frac{c_{ox}}{c_{red}}$$

Mit E_0 dem Standardpotential, R = Gaskonstante, T = (absolute) Temperatur in K, z = Zahl der bei der Reaktion übertragenen Elektronen und F = Faraday-Konstante.

Ein Problem der Standardpotentiale ist die Überspannung, welche mehr aufgebracht werden muss, als eigentlich für die Elektrolyse nötig wäre. Der Grund hierfür ist z.B. die Hydrathülle eines H^+ Ions. Durch die große Hülle ist es schwierig für ein H^+ Ion, die Kathode zu erreichen und H_2 zu bilden, deshalb muss mehr Spannung angelegt werden um die Hydrathülle zu lösen. Diese Überspannung ist abhängig vom Elektrodenmaterial.

Großtechnisch läßt sich zum Beispiel Cl_2 aus NaCl gewinnen. Entweder aus NaCl Schmelze oder aus wässriger Lösung. An der Anode entsteht dabei Cl_2 und an der Kathode entsteht elementares Natrium.

2 Reaktion



3 Versuchsdurchführung

Es wird eine gesättigte $KHSO_4$ in 2N H_2SO_4 hergestellt. Es werden 8g $KHSO_4$ in ca. 48mL Schwefelsäure gelöst. Die exakte Angabe ist nicht möglich, da zum kompletten lösen des $KHSO_4$ ein paar Tropfen Säure hinzugekommen sind.

Die Lösung muss während des gesamten Versuches gekühlt werden, da das Löslichkeitsprodukt des Kaliumdiperoxosulfates bei über $7^\circ C$ drastisch steigt und somit in Lösung übergehen würde. Im Bereich von ca. $0^\circ C$ - $7^\circ C$ hat man den besten Bereich, in dem das Produkt ausfallen kann. Bei zu tiefen Temperaturen kann Ozon entstehen.

Die Lösung muss gesättigt sein, sonst verschiebt sich das Redoxsystem zur Sauerstoffbildung hin. Es würde bei schwacher Kaliumhydrogensulfat Lösung primär Schwefelsäure und Sauerstoff entstehen und nicht das gewünschte Produkt.

Es wird für 2h bei 5A die Elektrolyse gefahren, dabei schäumt die Lösung heftig, wegen dem aufsteigenden Wasserstoffes. Es werden platinerte Platinelektroden verwendet, um die Überspannung möglichst gering zu halten, die man zusätzlich anlegen muss. Nach der fertigen Elektrolyse wird die Suspension im Glasfilter abgesaugt und mit eiskaltem Wasser gespült. Danach wird mit Ethanol und Diethylether gewaschen und im Exsikator über Calciumchlorid für mehrere Stunden getrocknet. Als Produkt erhält man eine weiße feinkristalline Substanz.

4 Ausbeute

$$m(KHSO_4) = 8.00g$$

$$M(KHSO_4) = 136.1gmol^{-1} \Rightarrow n(KHSO_4) = \frac{m}{M} = 59.00mmol$$

$$m(K_2S_2O_8) = 0.600g$$

$$M(K_2S_2O_8) = 270.2 \text{ g mol}^{-1} \Rightarrow n(K_2S_2O_8) = \frac{m}{M} = 2.220 \text{ mmol}$$

$$\text{Ausbeute} : \frac{n(K_2S_2O_8)}{n(KHSO_4)} \approx 3.70\%$$

Die geringe Ausbeute kann an mehreren Gründen liegen. Zum einen ist es möglich, dass die Elektrolyse zu früh beendet wurde, zum anderen gab es wahrscheinlich Verluste beim Aufreinigen der Substanz und ausserdem ist es Möglich, dass die Lösung sich durch die Elektrolyse zu stark erwärmt hat und deswegen einiges an Substanz wieder aufgelöst wurde.

5 Toxizität

- $KHSO_4$: C, ätzend
- $K_2S_2O_8$: C, Xn, O ätzend, gesundheitsschädlich, brandfördernd

6 Literatur

- Brauer: Handbuch der anorganischen präparativen Chemie, Bd. 1, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart 1975, 3. Auflage, S.393
- Huheey: Anorganische Chemie 2. Auflage, deGruyter, New York 1995, S.439ff