

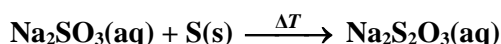
Príprava pentahydrátu tiosíranu sodného – Postup práce

Pentahydrát tiosíranu sodného kryštalizuje v bezfarebných monoklinických hranolčekoch. Má iónovú štruktúru. Na vzduchu stráca časť vody a pri teplote okolo 50 °C sa topí vo svojej kryštálovej vode. Túto taveninu možno značne podchladiť a v tomto stave sa dá uchovať mnoho dní. Zohrievaním pri teplote 100 až 105 °C sa dehydratuje na bezvodý tiosíran sodný. Pentahydrát tiosíranu sodného sa vo vode veľmi dobre rozpúšťa za značného ochladzovania roztoku. Pôsobením kyselín sa rozkladá. Jeho vodné roztoky sa používajú na odstraňovanie nebezpečného chlóru z plyných zmesí – vodný roztok tiosíranu sodného a hydroxidu sodného sa nazýva „antichlór“.



Redukčné vlastnosti tiosíranu sodného sa využívajú na kvantitatívne stanovenie látok jodometrickou metódou a koordinačná spôsobilosť tiosíranového aniónu vo fotografii pri ustáľovaní exponovaného obrazu.

Tiosíran sodný môžeme pripraviť miernym varením práškovej síry vo vodnom roztoku siričitanu sodného.



Úloha

Pripravte pentahydrát tiosíranu sodného reakciou síry s 15,0 g heptahydrátu siričitanu sodného vo vodnom roztoku.

Chemikálie

- heptahydrát siričitanu sodného, $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, biela kryštalická látka
- kolíková alebo prášková síra, S_8 , (nesmie byť sírny kvet)
- etanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, denaturovaný lieh

Postup

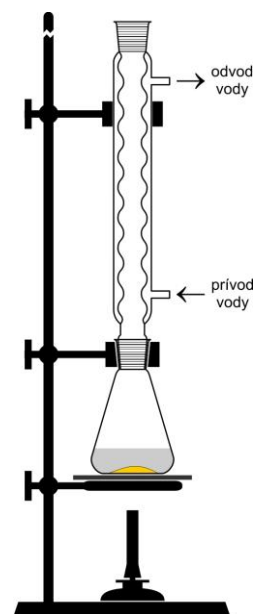
Odvážime vypočítané množstvo heptahydrátu siričitanu sodného a rozpustíme ho v kadičke v takom množstve destilovanej vody, aby sme po skončení reakcie získali 20,0% roztok tiosíranu sodného. Síru dôkladne rozotrieme, odvážime z nej dvojnásobné množstvo vzhľadom na stechiometriu reakcie a vsypeme ju do zábrusovej Erlenmayerovej alebo varnej banky s rovným dnom. Banku upevníme na stojan tak, aby sa jej obsah mohol zohrievať nad kahanom (obr. 1). Pripravený vodný roztok siričitanu sodného vlejeme na síru a na banku nasadíme zábrusový spätný chladič. Obsah banky zohrievame pod spätným chladičom asi dve hodiny tak, aby roztok celý čas mierne vrel. Po skončení reakcie horúci roztok prefiltrujeme cez skladaný filter do odparovacej misky a filtrát necháme odparovať na vodnom kúpeli, kým sa neodparí asi polovica pôvodného roztoku.

Počas odparovania premyjeme odfiltrovanú síru priamo na filtri vo filtračnom lieviku destilovanou vodou a nakoniec etanolom. Síru potom preniesieme na hodinové sklíčko a necháme voľne dosušiť na vzduchu. Suchú síru odvážime a z jej hmotnosti zistíme, koľko tiosíranu sodného vzniklo a koľko siričitanu sodného ostalo nezreagovaného.

Poznámka 1: Často býva problém s vyškraibaním nezreagovanej síry z banky. Preto je rozumné prázdnu banku pred syntézou zvážiť a hmotnosť síry zistiť z rozdielu hmotnosti banky pred reakciou a po jej skončení.

Filtrát po zahutnení spolu s miskou odvážime a necháme ochladiť v ľadovom kúpeli priamo v odparovacej miske. Vykryštalizovaný pentahydrát tiosíranu sodného odsajeme na Büchnerovom lieviku, vysušime medzi filtračnými papiermi a odvážime.

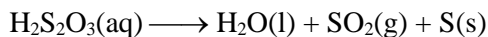
Poznámka 2: Ak nezreagoval všetok siričitan sodný, pri ochladení zahusteného filtrátu sa najprv vylúčia bezfarebné kryštáliky heptahydrátu siričitanu sodného, ktoré znečisťujú súčasne kryštalizujúci pentahydrát tiosíranu sodného. Preto tento prvý, obyčajne zmesný produkt, odfiltrujeme a odložíme do osobitnej zbernej prachovnice. Do takto získaného filtrátu v kryštalizačnej miske pridáme malé množstvo hrubo rozotrených kryštálov pentahydrátu tiosíranu sodného ako kryštalizačné zárodky, ochladíme ľadom a necháme vykryštalizovať čistý pentahydrát tiosíranu sodného.



Obr. 1 Aparatúra na prípravu tiosíranu sodného.

Skúmovkový pokus 1

V skúmovke rozpustíme 1 g pentahydrátu tiosíranu sodného v 10 ml vody. K vzniknutému roztoku pridáme trochu zriedenej kyseliny sírovej. Okyslením roztokov tiosíranov sa z nich uvoľňuje nestála kyselina tiosírová, ktorá sa rozkladá za vzniku vody, oxidu siričitého a žltej elementárnej síry – krásny príklad heterogénnej reakcie (všetky štyri stavy).



Unikajúci oxid siričitý môžeme dokázať zmenou zafarbenia navlhčeného indikátorového papierika, ktorý priložíme k ústiu skúmovky. Pozor, nedotknime sa papierikom skúmovky!

Skúmovkový pokus 2

Do skúmovky dáme asi 5 g pentahydrátu tiosíranu sodného. Opatrným zahrievaním nad plameňom kahana sa tiosíran roztopí vo svojej vlastnej kryštálovej vode a po dlhšej dobe sa úplne dehydruje. Potom pokračujeme v žíhaní ostrým plameňom. Tiosíran sa začne rozkladať a na stenách skúmovky sa začne usadzovať žltý povlak síry.



Skúmovku necháme trochu vychladnúť a pridáme do nej trochu zriedenej kyseliny soľnej (= chlorovodíkovej).



Unikajúci sulfán sa prezradí známym nepríjemným zápachom po skazených vajciach. Môžeme ho dokázať aj zmenou zafarbenia navlhčeného indikátorového papierika, ktorý priložíme k ústiu skúmovky. Pozor, nedotknime sa papierikom skúmovky!

Skúmovkový pokus 3

Do 3/4 výšky skúmovky nasypeme pentahydrát tiosíranu sodného a skúmovku ponoríme do kadičky s vriacou vodou. Keď sa teplota tiosíranu priblíži k 60 °C, tiosíran sa roztopí. Potom sa ďalej zohrieva až ku 100 °C. V tejto fáze skúmovku z vriacej vody vyberieme a ponoríme ju do kadičky so studenou vodou, ktorú umiestnime na miesto, kde nedochádza k otrasom. Behom niekoľkých minút sa teplota tiosíranu vyrovná s teplotou vody v kadičke. Tiosíran sa teda ochladí hlboko pod teplotou tuhnutia, avšak zostáva stále v kvapalnom skupenstve. Ak do skúmovky vhodíme malý kryštálik tiosíranu, prebehne behom niekoľkých sekúnd stuhnutie tiosíranu, pričom sa skúmovka zreteľne zohreje. Priebeh tuhnutia je veľmi efektívny a dochádza pri ňom k viditeľnému rastu kryštálov.