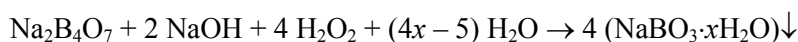


Wprowadzenie

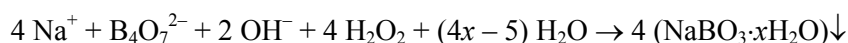
Peroksoboran sodu (nadtlenoboran sodu) to białe ciało stałe o wzorze $\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Symbol x oznacza nieznaną liczbę cząsteczek wody, wchodzących w skład związku, którą należy wyznaczyć w tym ćwiczeniu.

Innym sposobem zapisu wzoru tego związku, biorącym się z metody syntezy, jest $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$. Wynika to z faktu, że peroksoboran sodu powstaje wskutek zmieszania soli sodowej kwasu borowego i nadtlenku wodoru. Ten ostatni pełni rolę **utleniacza** w reakcji. Należy zauważyć, że w tej konwencji liczba cząsteczek wody y jest inna od liczby x (mianowicie jest o jeden mniejsza: $y = x - 1$), ponieważ jedną cząsteczkę wody „zawiera” nadtlenek wodoru (H_2O_2).

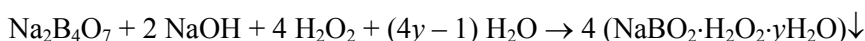
Jak już wspomniano, peroksoboran sodu otrzymuje się działając roztworem nadtlenku wodoru (H_2O_2) na roztwór pewnej soli sodowej kwasu borowego. Najpopularniejszym i najpowszechniej występującym związkiem tego typu jest **boraks**, czyli dekahydrat tetraboranu sodu ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Zachodzi reakcja w formie cząsteczkowej:



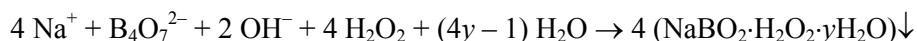
a w formie jonowej:



W konwencji „y”, tzn. z uwzględnieniem wzoru $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ równanie reakcji w formie cząsteczkowej ma postać:



a w formie jonowej:

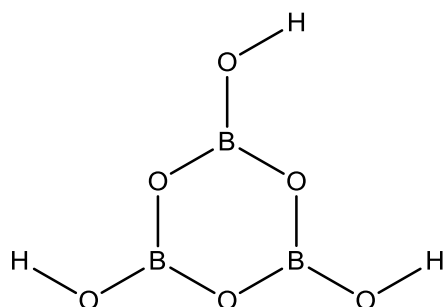


Współczynniki stechiometryczne, które pojawiają się przy cząsteczkach wody, są wynikiem nieznaności wzoru produktu (tzn. liczby cząsteczek wody krystalizacyjnej, która wbudowuje się w strukturę powstającego związku).

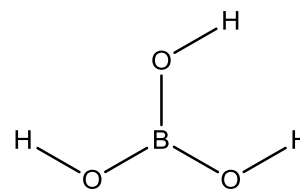
Peroksoborany stanowią dość liczną grupę związków będących **związkami addycyjnymi** boranów i nadtlenku wodoru. Związki tego typu zbudowane są z dwóch różnych związków, które mogą istnieć samodzielnie, ale w połączeniu ze sobą tworzą nowy związek chemiczny. W zapisie wzorów tych połączeń stosuje się kropki (typu ·).

Borany to sole kwasu borowego. Istnieją dwie formy tego kwasu występujące w stanie wolnym (dające się wyizolować) – kwas metaborowy (HBO_2), występujący w formie cyklicznego

trimeru (kondensatu zawierającego trzy jednostki HBO_2), i kwas ortoborowy (H_3BO_3). Poniżej przedstawiono wzory strukturalne tych kwasów.



kwas metaborowy
(HBO_2)₃



kwas ortoborowy
 H_3BO_3

Większość boranów, czyli soli kwasów borowych, wywodzi się jednak od **skondensowanych kwasów borowych**, których nie udaje się wykrystalizować w stanie wolnym. Związki te zawierają wiele połączonych ze sobą atomów boru i tlenu. W strukturach tych związków można dostrzec dwa powtarzające się fragmenty:

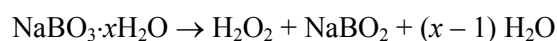
- płaska trójkątna grupa $[\text{BO}_3]$, czyli atom boru otoczony trzema atomami tlenu
- tetraedryczna grupa $[\text{BO}_4]$, występująca w dużych anionach boranowych (atom boru otoczony czterema atomami tlenu umieszczonymi w narożach tetraedru – czworościanu foremnego).

Przykładem popularnego związku należącego do klasy skondensowanych boranów jest boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

Peroksoborany znalazły zastosowanie jako wygodne utleniacze. Rozkładają się one w wodzie z wytworzeniem nadtlenu wodoru (odszczepiają cząsteczkę H_2O_2) i działają podobnie jak on. Stosowane są jako wybielacze w proszkach do prania (działają skutecznie w temperaturach powyżej 50°C), a także jako środki dezynfekujące i środki rozjaśniające włosy.

Wyznaczenie ilości cząsteczek wody krystalizacyjnej w peroksoboranie sodu przeprowadzimy sprawdzając, ile peroksoboranu nieuwodnionego zawiera zsyntezowany produkt. Z różnicy obliczymy liczbę cząsteczek wody

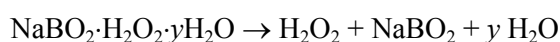
Do tego celu wykorzystamy fakt, że peroksoboran sodu ulega w wodzie rozkładowi z wydzieleniem nadtlenu wodoru (H_2O_2):



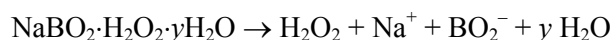
a w formie jonowej:



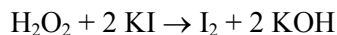
Równanie można zapisać także w konwencji „y”:



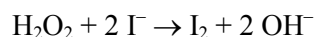
a jonowo:



Nadtlenek wodoru ulega z kolei reakcji z jodkiem potasu (KI), który utlenia dając cząsteczkowy jod (I_2), sam zaś redukuje się do jonów OH^- zawartych w wodorotlenku potasu (KOH):



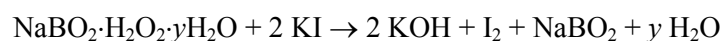
W formie jonowej równanie ma postać:



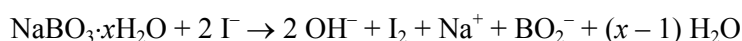
Zestawiając ze sobą równanie reakcji rozkładu peroksoboranu sodu z reakcją z jodkiem potasu otrzymamy:



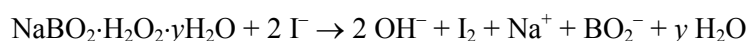
lub



zaś w formie jonowej:



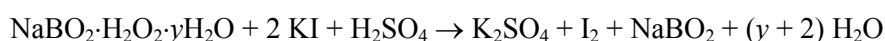
lub



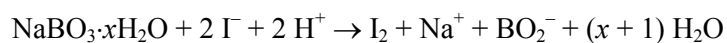
W omawianej reakcji często dodaje się kwasu (np. H_2SO_4), który zobojętnia jony OH^- (pochodzące od KOH) i zapobiega przemianie jodu w środowisku zasadowym w jony jodkowe i jodanowe(V). Równania reakcji z uwzględnieniem dodatku kwasu siarkowego(VI) mają następującą postać cząsteczkową:



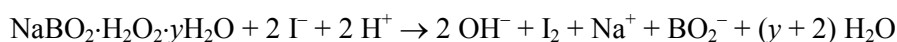
lub



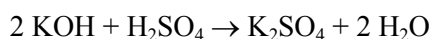
oraz postać jonową:



lub



Dodatkowe 2 cząsteczki wody pochodzą ze zobojętnienia wodorotlenku potasu kwasem siarkowym(VI), tj. z reakcji:



lub w formie jonowej:

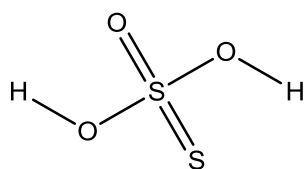


Zauważmy, że niezależnie od sposobu zapisu reakcji, z równania wynika, że liczba moli powstającego jodu jest dokładnie równa liczbie moli peroksoboranu sodu (ze względu na stosunek

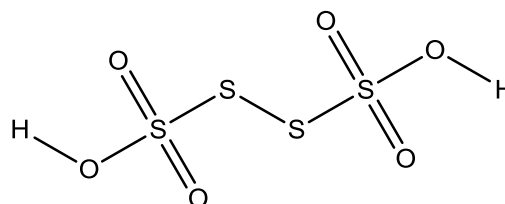
stechiometryczny 1:1). Oznacza to, że jeśli określimy liczbę moli jodu w roztworze, od razu będziemy znali liczbę moli peroksoboranu sodu.

Określenie liczby moli jodu jest możliwe dzięki metodzie **miareczkowania jodometrycznego**. Polega ono na dodawaniu małymi porcjami roztworu (tzw. **titranta**), który reaguje z jodem, i uchwyceniu momentu, w którym ta reakcja zaszła do końca (czyli dokładnie w stosunku stechiometrycznym). W tym momencie odczytuje się objętość zużytego roztworu i na tej podstawie oblicza liczbę moli analizowanej substancji.

Najczęściej stosowanym roztworem, który wkrapla się małymi porcjami do roztworu zawierającego jod, jest tiosiarczan(VI) sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). W reakcji z jodem daje on jodek sodu (NaI) oraz tetratian sodu ($\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$). Poniżej narysowano wzory strukturalne kwasów: tiosiarkowego(VI) ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$) i tetratianowego ($\text{H}_2\text{S}_4\text{O}_6$), których sole są reagentami w tej reakcji.

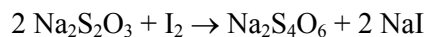


kwas tiosiarkowy(VI)

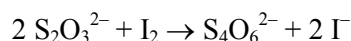


kwas tetratianowy

Równanie reakcji tiosiarczanu(VI) sodu z jodem stanowi podstawę jodometrii. Ma ono następującą postać:



a w formie jonowej:



Koniec tej reakcji można obserwować wizualnie, gdyż jod rozpuszczony w wodzie ma barwę brunatną, w miarę dodawania tiosiarczanu(VI) barwa staje się mniej intensywna, a w momencie zakończenia reakcji roztwór powinien zostać bezbarwny. Może to jednak sprawiać pewne problemy, gdyż bezpośrednio przed **punktem końcowym (PK) miareczkowania** (w którym należy przerwać dodawanie titranta) zmiany barwy są trudno zauważalne (niewielka ilość jodu powoduje cytrynowe lub nawet bladożółte zabarwienie i nie jest łatwo je odróżnić od roztworu zupełnie bezbarwnego).

Z tego względu pod koniec miareczkowania jodometrycznego dodaje się wskaźnika – roztworu **skrobi**. Tworzy ona z jodem granatowo zabarwiony kompleks. Jego barwa jest na tyle intensywna (nawet przy niewielkiej ilości jodu), że z łatwością można stwierdzić koniec reakcji.

Analiza stechiometrii reakcji zachodzącej w trakcie miareczkowania pozwala stwierdzić, że liczba moli jodu w roztworze jest równa połowie liczby moli użytego do miareczkowania titranta (roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$):

$$n(I_2) = \frac{1}{2} n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

Pamiętając, że liczba moli peroksoboranu sodu była równa liczbie moli jodu, otrzymamy:

$$n(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) = \frac{1}{2} n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

Wyrażając liczbę moli titranta ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) przez jego stężenie i objętość zużytą do reakcji otrzymamy wyrażenie:

$$n(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) = \frac{1}{2} c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

Miareczkowaniu jodometrycznemu zostanie poddana próbka peroksoboranu sodu o dokładnie znanej masie (około 0,1 g). Korzystając ze wzoru na liczbę moli:

$$n(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O})}{M(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O})}$$

obliczymy masę molową związku:

$$M(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O})}{n(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O})} = \frac{m(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O})}{\frac{1}{2} c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$

Znajomość masy molowej produktu reakcji umożliwi wyznaczenie liczby cząsteczek wody krystalizacyjnej. Bezwodny peroksoboran sodu (tzn. fragment NaBO_3) ma bowiem masę molową równą 81,799 g/mol. Różnica pomiędzy tą wartością a ustaloną na drodze miareczkowania masą molową produktu będzie odpowiadała masie molowej x cząsteczek wody w otrzymanym związku:

$$M(x\text{H}_2\text{O}) = M(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) - 81,799 \text{ g/mol} \quad (*)$$

Wiedząc, że masa molowa wody wynosi 18,015 g/mol, można podzielić otrzymaną wartość, by ustalić wartość indeksu x :

$$x = \frac{M(\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}) - 81,799 \text{ g/mol}}{18,015 \text{ g/mol}}$$

W przypadku korzystania z konwencji „y” zmianie ulegnie wzór oznaczony (*). Tym razem bezwodny peroksoboran sodu będzie odpowiadał fragmentowi $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$, którego masa molowa jest równa 99,814 g/mol:

$$M(y\text{H}_2\text{O}) = M(\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}) - 99,8149 \text{ g/mol}$$

Wartość indeksu y będzie wtedy równa:

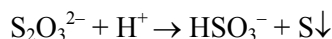
$$y = \frac{M(\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}) - 99,814 \text{ g/mol}}{18,015 \text{ g/mol}}$$

Pewnym problemem pojawiającym się w jodometrii jest przygotowanie roztworu tiosiarczanu(VI) sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) o określonym stężeniu. Handlowo dostępny jest pentahydrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), który z czasem zmienia stopień uwodnienia i nigdy nie wiadomo do końca, jaki jest

rzeczywisty skład produktu. Ponadto, po sporządzeniu roztworu jego stężenie zmienia się przez kilkanaście dni wskutek reakcji tiosiarczanu(VI) sodu z kwasem węglowym obecnym w wodzie destylowanej. Produktem reakcji jest wodorosiarczan(IV) sodu i pierwiastkowa siarka:



a w formie jonowej:



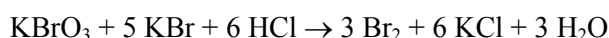
Reakcję tę przeprowadzać mogą także obecne w wodzie bakterie. Jej widocznym efektem jest zmętnienie roztworu, a także związana z nim zmiana stężenia $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Z wymienionych powodów sporządza się najpierw roztwór $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o **przybliżonym stężeniu** (w naszym przypadku: około $0,05 \text{ mol/dm}^3$). Roztwór ten pozostawia się na 2 tygodnie, po czym przesącza (jeśli widoczne jest zmętnienie), a dopiero wtedy sprawdza jego rzeczywiste stężenie. Wykorzystuje się do tego celu miareczkowanie jodometryczne.

Przeprowadzenie operacji ustalenia stężenia roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ wymaga zastosowania substancji, która ma określony skład i w znany sposób reaguje z jodkiem potasu (KI) wytwarzając jod (I_2). Rolę takiej substancji spełnia bromian(V) potasu (KBrO_3).

W ćwiczeniu sporządzimy roztwór bromianu(V) potasu (KBrO_3) korzystając z **fiksanal**, czyli odważki tego związku wprowadzonej do szczelnie zamkniętej ampułki. Ampułkę należy rozbić, a umieszczoną w niej sól rozpuścić w kolbie miarowej o pojemności 1 dm^3 . W ten sposób uzyskuje się roztwór KBrO_3 o dokładnie znanym stężeniu (wynoszącym $0,01667 \text{ mol/dm}^3$ w przypadku fiksanal o masie $2,784 \text{ g}$).

Pobiera się następnie pipetą porcję tego roztworu i wprowadza do kolby stożkowej. Dodaje się pewną ilość bromku potasu (KBr), nadmiarową w stosunku do wprowadzonej ilości KBrO_3 , i całość zakwasza kwasem solnym (HCl). Zachodzi reakcja, w której powstaje pierwiastkowy brom (Br_2):

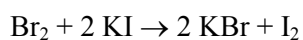


a w formie jonowej:

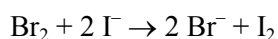


Liczba moli bromu odpowiada trzykrotnej liczbie moli bromianu(V) potasu (KBrO_3), co wynika z równania reakcji (stosunek 1:3) oraz z faktu, że do reakcji bierze się nadmiar bromku potasu (KBr).

Utworzony brom reaguje następnie z jodkiem potasu (KI) dając bromek potasu (KBr) i jod (I_2):



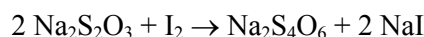
a w formie jonowej:



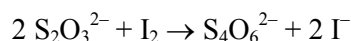
Liczba moli jodu jest równa liczbie moli bromu, czyli odpowiada liczbie moli bromianu(V) potasu pomnożonej przez 3:

$$n(I_2) = n(Br_2) = 3 \cdot n(KBrO_3)$$

Roztwór zawierający $KBrO_3$, KBr , KI oraz HCl pozostawia się w ciemnym miejscu na 5 minut, by reakcje mogły zajść do końca, a następnie utworzony jod miareczkuje się roztworem tiosiarczynu(VI) sodu o nieznanym stężeniu:



a w formie jonowej:



Ze stechiometrii wynika, że liczba moli tiosiarczynu(VI) sodu jest równa dwukrotności liczby moli jodu, co odpowiada liczbie moli bromianu(V) potasu ($KBrO_3$) pomnożonej przez 6:

$$n(Na_2S_2O_3) = 2 \cdot n(I_2) = 2 \cdot n(Br_2) = 6 \cdot n(KBrO_3)$$

Wyrażając liczbę moli bromianu(V) potasu oraz tiosiarczynu(VI) sodu przez stężenia i objętości roztworów otrzymujemy:

$$c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3) = 6 \cdot c(KBrO_3) \cdot V(KBrO_3)$$

co umożliwi obliczenie stężenia roztworu tiosiarczynu(VI) sodu:

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{6 \cdot c(KBrO_3) \cdot V(KBrO_3)}{V(Na_2S_2O_3)}$$

Literatura

1. A. Bielański, *Podstawy chemii nieorganicznej*, wyd. PWN, Warszawa 2002, tom II (rozdz. 24.2.5. – 24.2.6.).
2. T. Lipiec, Z. S. Szmal, *Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej*, wyd. PZWL, Warszawa 1996 (rozdz. 6.2.7.1., 6.2.7.2.2.).

Zagadnienia do opracowania przed przystąpieniem do ćwiczenia

1. Napisz w formie cząsteczkowej i jonowej równania reakcji zachodzące w niniejszym ćwiczeniu w trakcie:
 - a. syntezy peroksoboranu sodu,
 - b. określania stężenia roztworu $Na_2S_2O_3$,
 - c. oznaczania składu persoksoboranu sodu.
2. Wyjaśnij pojęcia: boraks, związek addycyjny, miareczkowanie, titrant, punkt końcowy miareczkowania, fiksanal.

3. Narysuj wzory strukturalne:
 - a. odmiany α kwasu metaborowego,
 - b. kwasu ortoborowego,
 - c. anionu występującego w boraksie,
 - d. kwasu tiosiarkowego(VI),
 - e. kwasu tetratonowego.
4. Omów budowę skondensowanych boranów. Jakie jednostki strukturalne w nich występują?
5. Jakie znasz zastosowania peroksoboranów?
6. Dlaczego roztworu tiosiarczanu(VI) sodu o określonym stężeniu nie można sporządzić poprzez rozpuszczenie znanej masy tiosiarczanu(VI) sodu w wodzie?
7. Jakie jest zastosowanie skrobi w miareczkowaniu jodometrycznym?
8. Opisz starannie proces:
 - a. sporządzania roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$,
 - b. ustalenia stężenia roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$,
 - c. wyznaczenia liczby cząsteczek wody w uwodnionym peroksoboranie sodu.

Obliczenia do wykonania przed przystąpieniem do ćwiczenia

Zadanie 1. Oblicz z 1,6-krotnym nadmiarem objętość roztworu H_2O_2 o stężeniu procentowym 30% i gęstości $1,11 \text{ g/cm}^3$ potrzebnego do reakcji z 12 g dekahydratu tetraboranu sodu ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Produktem reakcji jest uwodniony peroksoboran sodu ($\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$).

Zadanie 2. Oblicz objętość stężonego kwasu solnego (HCl) o stężeniu procentowym 35% i gęstości $1,1691 \text{ g/cm}^3$ potrzebną do sporządzenia 100 cm^3 roztworu o stężeniu molowym 2 mol/dm^3 .

Wykonanie

Na wadze odważyć 12 g boraksu (dekahydratu tetraboranu sodu, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), odważkę przenieść do zlewki i dodać 15 cm^3 wody destylowanej. Zawartość zlewki ogrzewać, cały czas intensywnie mieszając, aż do rozpuszczenia boraksu. W miarę możliwości nie doprowadzać roztworu do wrzenia.

Po rozpuszczeniu boraksu przerwać ogrzewanie i ochłodzić do temperatury pokojowej. W tym czasie przygotować roztwór 2,4 g NaOH w 20 cm^3 wody (2,4 g NaOH rozpuścić w zlewce w 20 cm^3 wody destylowanej). Do jeszcze ciepłego roztworu boraksu dodać przygotowany roztwór NaOH i wymieszać zawartość zlewki.

Gdy roztwór osiągnie temperaturę pokojową dodać obliczoną objętość stężonego roztworu H_2O_2 (patrz: **zadanie 1.**). Roztwór w zlewce mieszać co pewien czas. Po upływie pewnego czasu wytrąca się z niego białe kryształy.

Otrzymany związek odsączyć, osad na sączku przemyć najpierw zimną wodą destylowaną, następnie alkoholem etylowym (etanołem, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), a na koniec eterem dietylowym ($(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$) i pozostawić do wysuszenia

Suchy osad przenieść z sączka na zważone szkiełko zegarkowe lub szalkę Petriego i zważyć.

Przygotowanie roztworu tiosiarczanu(VI) sodu

Na wadze odważyć około 3,1 g pentahydratu tiosiarczanu(VI) sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Odważkę przenieść do zlewki i rozpuścić w 250 cm^3 wody destylowanej. Po rozpuszczeniu soli roztwór wlać do butelki z ciemnego szkła i pozostawić na minimum 2 tygodnie.

Po tym czasie należy sprawdzić, czy nie powstało zmętnienie pochodzące od siarki. Jeśli roztwór nie jest klarowny, należy go przesączyć.

Przygotowanie roztworu bromianu(V) potasu

Za pomocą nóżki lejka rozbić ampułkę zawierającą 2,784 g bromianu(V) potasu (KBrO_3). Sól rozpuścić w możliwie minimalnej ilości wody, dokładnie spłukując ampułkę oraz lejek. Rozwór przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 1000 cm^3 , a następnie dopełnić do kreski wodą i starannie wymieszać.

Określanie stężenia roztworu tiosiarczanu(VI) sodu

Przygotować 100 cm^3 roztworu kwasu solnego (HCl) o stężeniu 2 mol/dm^3 (patrz: **zadanie 2.**).

Pipetą o pojemności 25 cm^3 pobrać porcję roztworu KBrO_3 i przenieść ją do kolby stożkowej zamykanej doszlifowanym korkiem. Roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 50 cm^3 , dodać $0,5 \text{ g}$ bromku potasu (KBr), 2 g jodku potasu (KI) oraz 15 cm^3 roztworu HCl o stężeniu 2 mol/dm^3 . Wymienione odczynniki dodawać kolejno przez lejek, spłukując go dokładnie wodą destylowaną po każdym dodanym odczynniku.

Kolbę zamknąć korkiem, zawartość zamieszać ruchem poziomym i odczekać 5 minut, po czym zmiareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu(VI) sodu ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) w obecności skrobi jako wskaźnika. Wskaźnika dodać pod koniec miareczkowania – gdy barwa roztworu miareczkowanego stanie się jasnożółta. Miareczkowanie wykonać co najmniej trzy razy.

Oznaczenie wody krystalizacyjnej w peroksoboranie sodu

Na wadze odważyć około 0,1 g preparatu peroksoboranu sodu ($\text{NaBO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$). Odważkę starannie przenieść o kolby stożkowej (zamykanej korkiem) i rozpuścić w około 9 cm^3 wody destylowanej.

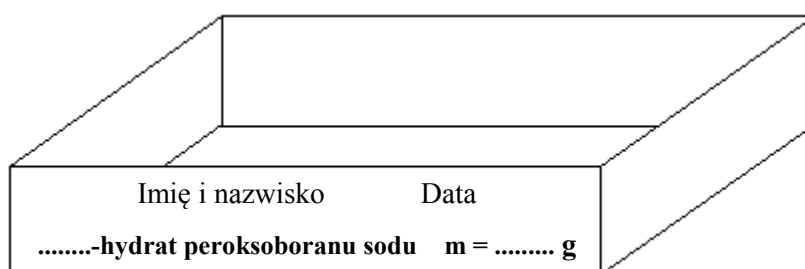
Następnie do roztworu dodać 1 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI) o stężeniu 20% (3 krople stężonego H_2SO_4 w 1 cm^3 wody) i 1 g stałego jodku potasu (KI). Kolbę szybko zamknąć korkiem, wymieszać jej zawartość ruchem poziomym i odstawić w ciemne miejsce na 30 minut.

Po tym czasie miareczkować wydzielony jod mianowanym roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o stężeniu 0,05 mol/dm^3 . Pod koniec miareczkowania, gdy barwa roztworu będzie cytrynowożółta, dodać 5 kropli 1% roztworu skrobi. Miareczkować dalej aż do zaniku niebieskiego zabarwienia. Oznaczenie wykonać trzykrotnie.

Na podstawie objętości zużytego roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ obliczyć:

- liczbę moli NaBO_3 w badanej próbce,
- liczbę cząsteczek wody wchodzących w skład osadu,
- wydajność syntezy peroksoboranu sodu.

Pozostałą ilość preparatu umieścić w opisanym pudełku (jak na poniższym rysunku) i oddać razem z raportem.

**Utylizacja odpadów**

1. Przesącz po przesączeniu osadu peroksoboranu sodu umieścić w pojemniku S.
2. Roztwory po miareczkowaniach umieścić w pojemniku S.
3. Niezużyty roztwór kwasu solnego można, po rozcieńczeniu bieżącą wodą, wylać do kanalizacji.
4. Niezużyte roztwory bromianu(V) potasu oraz tiosiarczanu(VI) sodu umieścić w pojemniku S.