

## Ispitivanje uslova elektrohemijskog dobijanja jodoforma i određivanje prinosa reakcije

*Jedan od načina dobijanja jodoforma je i elektrohemijskom metodom. U radu su ispitivani najoptimalniji uslovi sinteze, pri čemu je menjan sastav elektrolita i materijal katoda. Korišćenjem rastvora nazvanog "Elektrolit 3" i niklene katode sintetisan je najčistiji jodoform sa najvećim prinosom reakcije.*

### Uvod

Elektrohemijske sinteze sve više dobijaju na značaju. One su ekonomičnije i jednostavnije od klasičnih sinteza, a zasnivaju se na provođenju električne struje kroz određeni elektrolit i sintetisanju odgovarajućeg jedinjenja.

Jodoform je supstanca žute boje sa intenzivnim, karakterističnim mirisom. Javlja se u obliku sjajnih pločastih kristala ili kristalnog praška. Vrlo lako se rastvara u dietiletru, lako u hloroformu, teško u koncentrovanom etanolu, a u vodi je gotovo nerastvoran. Zagrevanjem se topi, raspada i razvija pare joda. U hemiji se koristi kao međusupstanca u sintezama, a u medicini kao antiseptik i za izradu zavojnog materijala. Jodoform se čuva u dobro zatvorenoj posudi, zaštićen od svetlosti.

Jodoform se može dobiti titrovanjem smeše acetona i zasićenog vodenog rastvora joda u kalijum jodidu, natrijum hidroksidom. Takođe se može dobiti i elektrolizom karbonatnog vodenog rastvora kalijum jodida u etanolu. U našem radu dobijen je elektrohemijski.

Cilj ovog rada je ispitivanje optimalnog sastava elektrolita i najpogodnijeg materijala katode za elektrohemijsku sintezu jodoforma, pri kojima se dobija najveći prinos i čistoća jodoforma. Time bi se olakšao postupak dobijanja ovog značajnog proizvoda.

### Ekperimentalni deo

Za sintezu jodoforma i dalje ispitivanje njegove čistoće korišćene su sledeće supstance:

- Kalijum jodid, KI, 99.99%, Alkaloid, Skoplje
- Natrijum karbonat, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 99.99%, Zorka, Šabac
- Etanol, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, 96%, Reahem, Novi Sad
- Jodoform, CHI<sub>3</sub>, 98%, Merck.

U eksperimentalnom postupku ispitivan je uticaj elektrolita i sastava elektrode na čistoću dobijenog proizvoda i prinos reakcije. Sastav elektrolita dat je u tabeli 1. Kao elektrode korišćeni su nikl, bizmut, olovo i grafit.

Tabela 1. Vrste i sastav elektrolita

Supstanca	Elektrolit 1	Elektrolit 2	Elektrolit 3
KI (g)	1.43	3.32	6.00
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g)	1.19	2.78	5.00
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH (mL)	2.00	5.50	10.00
H <sub>2</sub> O (g)	48.00	44.50	40.00

Izvedene su četiri sinteze sa navedenim sastavima elektrolita koristeći dve katode od nikla, između kojih je anoda od platinske pločice. Elektrolit sa kojim je dobijen jodoform najvećeg prinosa i čistoće upotrebljavan je u narednim sintezama pri čemu su dalje menjani materijali katoda.

Elektrohemijska sinteza se odigravala pri konstantnom naponu od 3V. Za eksperimente je uzeta zapremina od 50 ml elektrolita koji je termostatiran na temperaturi od 60-70<sup>o</sup> C uz konstantno mešanje magnetnom mešalicom. Da bi se sprečilo isparavanje etanola, korišćen je refluks kondenzator. Takođe je

*Slavica Koprivica (1986), Beograd, Miloja Zakića 6, učenica 4. razreda XIII beogradske gimnazije*

*Ivan Stambolić (1986), Lazarevac, Karađorđeva 40/2/13, učenik 4. razreda Medicinske škole na Zvezdari (Beograd)*

*MENTOR:*  
*doc. dr Ilija Brčeski, Hemijski fakultet, Beograd*

uvođen ugljenik(IV)-oksid koji je jako mešao elektrolit i istovremeno reagovao sa viškom hidroksilnih jona gradeći karbonate sprečavajući nastanak kalijum jodata. Boja rastvora je tokom sinteze zavisila od oslobođenog joda i sintetisanog jodoforma, a varirala je od tamno ćilibarne do svetlo žute.

Vreme trajanja sinteze variralo je u intervalu od 180 do 510 minuta i bilo je proporcionalno sastavu elektrolita, odnosno količini izdvojenog joda. Završetak sinteze se prepoznavao po svetlijoj boji elektrolita i oslobađanju mehurića kiseonika oko anode, što je pokazivalo da se jod više ne izdvaja i da se ne sintetise jodoform.

Nakon hlađenja rastvora, nastali jodoform je ceđen, ispiran vodom i sušen do konstantne mase, a zatim je određivan prinos.

Čistoća dobijenog jodoforma ispitivana je na sledeći način:

Na spektrofotometru GBC Cintra 10 izmeren je maksimum apsorpcije čistog jodoforma 98% čistoće, čija je talasna dužina iznosila 353 nm. Koristeći hloroform kao rastvarač, napravljena je standardna serija i očitane su vrednosti absorbanci poznatih koncentracija. Na osnovu izmerenih absorbanci čistog jodoforma nacrtana je kalibraciona prava. Potom su napravljeni rastvori sintetisanih uzoraka poznatih koncentracija. Merenjem njihovih absorbanci uz pomoć kalibracione prave preračunavane su stvarne koncentracije jodoforma u pripremljenim uzorcima. Poređenjem stvarnih koncentracija sa napravljenim, izračunata je čistoća svakog od uzoraka.

## Rezultati i diskusija

Rezultati elektrohemijskih sinteza prikazani su u tabeli 2.

Najveći prinos jodoforma se dobija iz Elektrolita 3 i uz niklenu katodu, gde je u odnosu na istu količinu Elektrolita 4 vreme sinteze kraće.

Za razliku od niklene katode, sinteza jodoforma uz bizmutovu katodu je slabog prinosa. Takođe, ne bi trebalo da se koriste ni katode od olova i grafita zbog njihovog rastvaranja u elektrolitu koje u velikoj meri sprečava dalju sintezu i dovodi do nastajanja proizvoda velike nečistoće i neznatnog prinosa reakcije.

Prinos reakcije raste sa porastom koncentracije elektrolita. Kada se koriste rastvori malih koncentracija oslobađa se količina joda koja ne stigne da izreaguje sa etanolom jer se deo tog joda rastvori u elektrolitu, a deo ispari. Sa druge strane, kod jako koncentrovanih rastvora jod pre izreaguje sa etanolom, nego što napusti sistem preko refluks kondenzatora.

Kada je kroz rastvor malih koncentracija propuštena struja napona od 3V došlo je do izdvajanja agregata jodoforma veličine 1-2 mm, dok kod koncentrovanih rastvora nastaje jodoform u obliku finog praša. Time se za veći prinos i kvalitet jodoforma preporučuju više koncentrovani rastvori, pri navedenom naponu.

## Zaključak

Ispitivanja su pokazala da je elektrohemijska metoda za dobijanje jodoforma najuspešnija kada se koriste Elektrolit 3 i niklena katoda. Prinos reakcije bio je 84.2%, a čistoća proizvoda 95.5%. Sinteza je trajala 360 minuta.

S obzirom da je ova elektrohemijska metoda vrlo jeftina i praktična, mogla bi da ima veliku primenu u industriji. U tu svrhu mogao bi se ispitivati uticaj korišćenja membrane oko anode, variranje napona, menjanje sastava elektrolita i drugo.

Tabela 2. Rezultati izvedenih sinteza

Elektrolit	Materijal katode	Prinos reakcije (%)	Čistoća proizvoda (%)	Vreme sinteze (min)
Elektrolit 1	nikl	11.5	94.6	200
Elektrolit 2	nikl	68.7	91.9	225
Elektrolit 3	nikl	84.2	95.5	360
Elektrolit 4	nikl	85.0	92.0	510
Elektrolit 3	bizmut	70.9	82.7	480
Elektrolit 3	olovo	0.0	–	180
Elektrolit 3	grafit	0.0	–	180

Nedostatak ispitivane metode je dužina trajanja sinteze, ali se pokazala kao vrlo jednostavna i nastali proizvod je velike čistoće.

---

## Literatura

Čehović Ž. 1982. *Principi organske sinteze*. Beograd: Naučna knjiga

Organikum 1972. *Organikum, praktikum iz organske hemije*. Beograd: Naučna knjiga

Karrer P. 1962. *Kurs organičeskoj himii*. Leningrad: Goshimizdat

Šušić M. 1980. *Osnovi elektrohemije i elektrohemijske analize*. Beograd: Naučna knjiga,

Kalvoda R., Parsons R. 1985. *Electrochemistry in Research and Development*. London: Plenum Press,

Bloom H., Gutmann F. 1977. *Electrochemistry*. London: Plenum Press

<http://www.frogfot.com/synthesis/iodoform.html>

---

*Slavica Koprivica and Ivan Stambolić*

## Research for Optimal Condition of Electrochemical Preparation of Iodoform and Determination of Reaction Yields

Iodoform is very important product. It is used in medicine, as an antyseptic; in chemistry as reagent in many organic synthesis, etc.

One of several ways of iodoform preparation is electrochemical method. In this research were tested the most optimal compositions between 4 electrolytes and nickel, bismutes, carbon and led catodes were changed in order to find the best combination. It was found that the best results are shown by use of «Electrolyte 3» and catode made of nickel. By use of this combination the prepared iodoform was the most purest and of the best quality. Yield of this reaction was 94.2% per mass of used reagents, and purity of prepared iodoform was 95.5%. This is very important, because this method can be used in industrial purposes without furdur rectification, which couses lower cost of iodoform and its preparation.

