

Стандартизация раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ по $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Методика.

- Бюретку заполнить раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и закрыть трубкой с натронной известью;
- В коническую колбу объемом 250 мл внести:
 - 10.00 мл стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$;
 - 10 мл 5% раствора KI;
 - 10 мл 1M H_2SO_4 ;
- Поставить на 5 мин в стол;
- Прибавить 100 мл дистиллированной воды;
- Оттитровать раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ из бюретки до бледно-желтой окраски;
- Прибавить 1-1.5 мл раствора крахмала;
- Продолжить титрование до исчезновения синей окраски;
- Измерить и записать значение объема титранта *с точностью до 0.01 мл.*

Выполнить титрование еще два раза.

Результаты титрования.

Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (мл):

$V_1 =$ _____

$V_2 =$ _____

$V_3 =$ _____

среднее $V =$ _____

Среднее значение V запишите, оно понадобится вам для дальнейших расчетов.

Лист №1-2

1. Напишите уравнения всех реакций, протекающих в ходе стандартизации раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

2. Рассчитайте концентрацию (моль/л) стандартного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Результат представьте *с четырьмя значащими цифрами*.

Расчет

Концентрацию $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ запишите, она понадобится вам для дальнейших расчетов.

3. Какие побочные реакции могут протекать, если операцию разбавления титруемого раствора водой опустить?

4. Какие кислоты (обведите кружочком) можно в данной методике использовать вместо серной для создания необходимой кислотности среды?

HCl

HBr

HNO₃

HClO₄

CH₃COOH

5. При хранении к стандартному раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ добавляют немного вещества, препятствующего разложению тиосульфата натрия. Какое это вещество (обведите кружочком)?

NaCl

NaOH

Na₂CO₃

Na₂SO₃

Na₂C₂O₄

BaCl₂

MgCl₂

Протекание какой реакции позволяет предотвратить эта добавка?

Определение концентрации иода в этанольном растворе

Методика.

- Получить анализируемый раствор.
- В мерную колбу объемом 100.0 мл внести:
 - 10.00 мл анализируемого раствора
 - 25 мл 5% раствора KI
- Раствор в колбе довести водой до метки и перемешать.
- Бюретку заполнить раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и закрыть трубкой с натронной известью.
- В коническую колбу объемом 100 мл внести:
 - 10.00 разбавленного раствора I_2
 - 5 мл 1 М раствора H_2SO_4
- Оттитровать раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ из бюретки до бледно-желтой окраски
- Прибавить 1-1.5 мл раствора крахмала.
- Продолжить титрование до исчезновения синей окраски.
- Измерить и записать значение объема титранта *с точностью до 0.01 мл.*

Выполнить титрование еще два раза.

Результаты титрования.

Объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (мл):

$V_1 =$ _____

$V_2 =$ _____

$V_3 =$ _____

среднее $V =$ _____

Среднее значение V запишите, оно понадобится вам для дальнейших расчетов.

1. Напишите уравнение реакции, протекающей в ходе титрования

2. Рассчитайте концентрацию (моль/л) иода в *исходном* (этанольном) растворе. Результат представьте *с четырьмя значащими цифрами*.

Расчет

Концентрацию иода запишите, она понадобится вам для дальнейших расчетов.

3. Какой побочный процесс может протекать в анализируемом растворе, если операцию добавления раствора KI опустить?

4. Оцените (с точностью до 1 единицы) величину pH в титруемом растворе

Расчет

pH $\cong$

5. Можно ли титровать иод тиосульфатом натрия при:

а) $\text{pH} = 5$

☐ *ДА*

☐ *НЕТ*

(зачеркните ненужное)

Если нельзя — какие процессы препятствуют этому?

б) $\text{pH} = 10$

☐ *ДА*

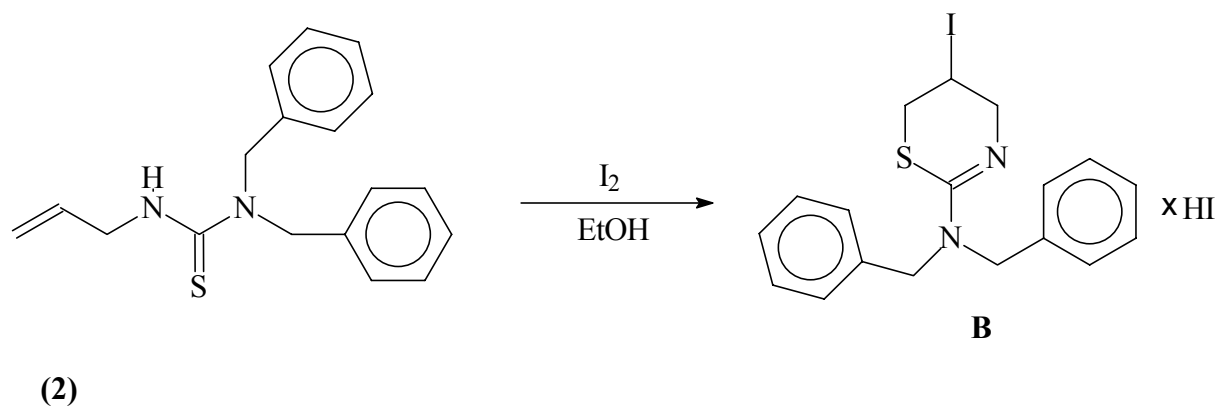
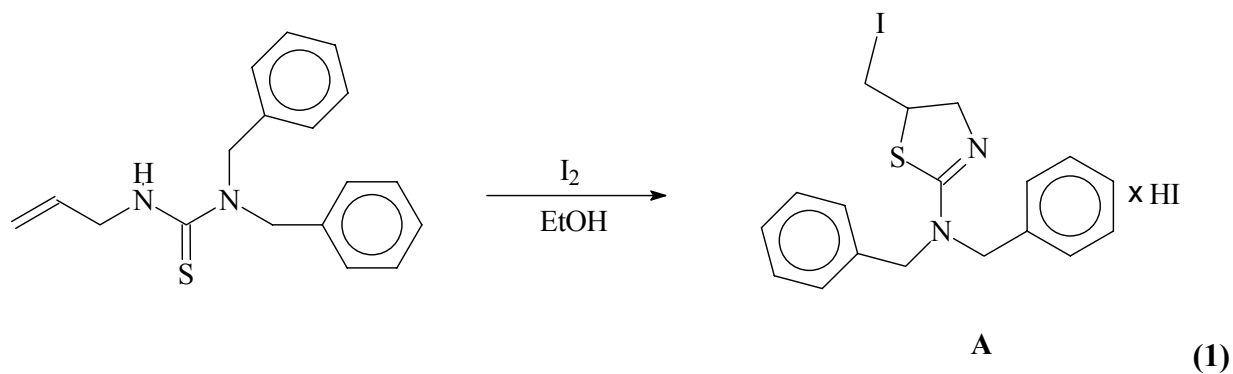
☐ *НЕТ*

(зачеркните ненужное)

Если нельзя — какие процессы препятствуют этому?

Лист №3-1

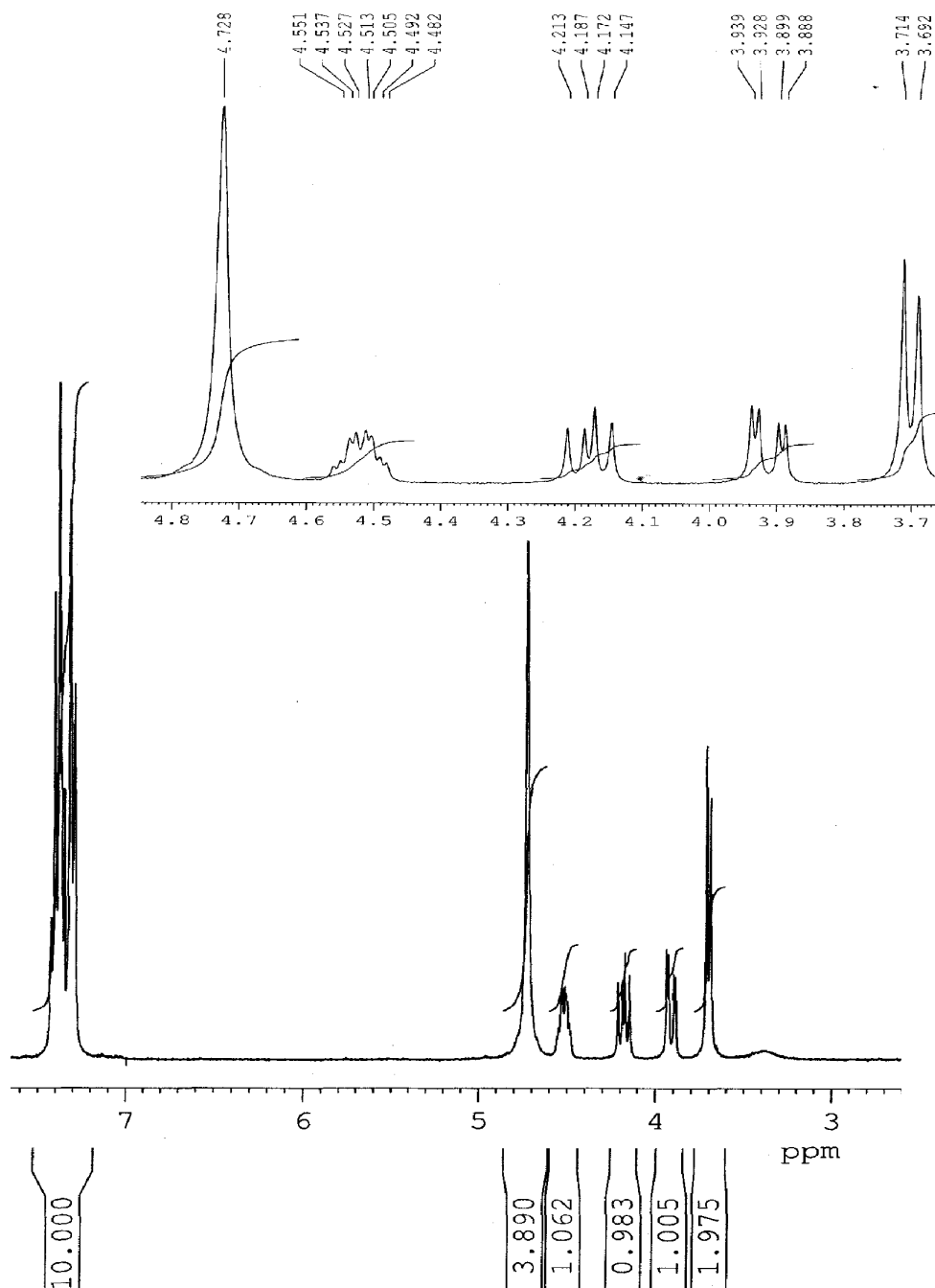
Вам предлагается провести реакцию N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевины со спиртовым раствором иода. Ниже приведены две схемы возможного протекания реакции:



а) Выберите схему, по которой, на Ваш взгляд, протекает реакция, и предложите возможный механизм ее протекания.

Лист №3-2

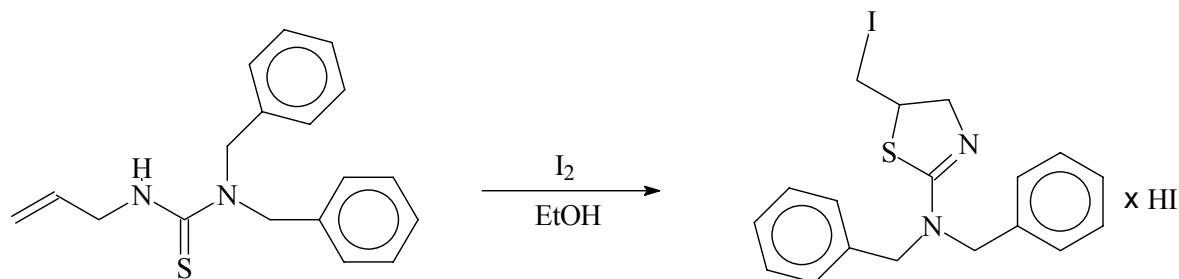
Ниже представлен спектр протонного магнитного резонанса (ПМР), записанный на приборе с рабочей частотой 300 МГц. Значения химических сдвигов даны в миллионных долях (ppm). На верхней врезке представлена часть спектра от 3,6 до 4,8 м.д. в укрупненном масштабе. Положения пиков на этой врезке также представлены в миллионных долях и могут быть переведены в герцы умножением на 300. Относительные интенсивности пиков приведены под шкалой химических сдвигов на нижнем спектре. Точность их определения составляет $\pm 3\%$.



Какому соединению, **A** или **B**, соответствует данный спектр? Дайте отнесение сигналов в спектре ПМР. Ответ мотивируйте.

<i>Химический сдвиг сигнала</i>	<i>Отнесение сигнала и комментарий</i>
<i>3,7 м.д.</i>	
<i>3,91 м.д.</i>	
<i>4,18 м.д.</i>	
<i>4,51 м.д.</i>	
<i>4,73 м.д.</i>	
<i>7,2-7,6 м.д.</i>	

Реакция N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевина со спиртовым раствором йода протекает с образованием гидроиодида 5-йодметил-2-дибензиламино-2-тиазолина по следующей схеме:



Для проведения данной реакции:

- 1) Точно взвесьте предложенный Вам образец N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевина.

Масса бюкса

г

Масса вещества

г

- 2) Рассчитайте объем спиртового раствора йода, необходимого для полного протекания реакции. Полученное значение запишите.

Объем спиртового раствора йода, _____ мл

Лист №3-5

Масса навески равна _____ г.

Объем раствора иода составляет _____ мл

- 1) Растворите навеску N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевины в 15 мл этанола, перемешивая стеклянной палочкой до полного растворения. С помощью капилляра нанесите пробу раствора на каждую из трех хроматографических пластинок в точку, помеченную цифрой 1.
- 2) С помощью бюретки медленно, при перемешивании палочкой, по каплям добавляйте рассчитанный объем спиртового раствора иода к раствору N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевины. Следующую порцию раствора добавляйте только после почти полного обесцвечивания реакционной смеси. После прибавления половины объема раствора иода с помощью капилляра нанесите пробу из реакционной смеси на каждую из трех хроматографических пластинок в точку, помеченную цифрой 2
- 3) После добавления всего раствора иода выдержите раствор 20 минут.

Полноту прохождения реакции Вам предлагается оценить с помощью метода тонкослойной хроматографии (ТСХ).

а) Ниже кратко опишите, в чем заключается этот метод :

б) Как определяется параметр R_f для тонкослойной хроматографии?

С помощью капилляра отберите пробу реакционной смеси и нанесите ее на каждую из трех хроматографических пластинок в точку, помеченную цифрой 3. Поместите пластинку **А** в камеру с элюентом **А**, пластинку **В** в камеру с элюентом **В** и пластинку **С** в камеру с элюентом **С** (каждая пластинка помечена буквой в верхнем левом углу). После того, как фронт жидкости поднимется почти до верха каждой пластинки, извлеките пластинки и высушите их на воздухе в течение 5-10 мин. Проявите их в иодной камере. Зарисуйте хроматограммы:

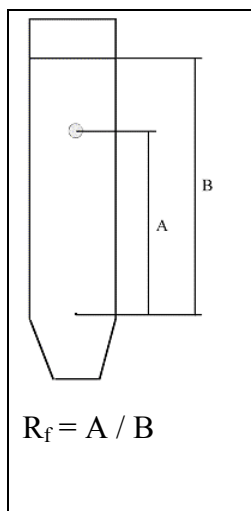


Определите и запишите R_f продукта реакции и исходной N-аллил-N',N'-дибензилтиомочевины.

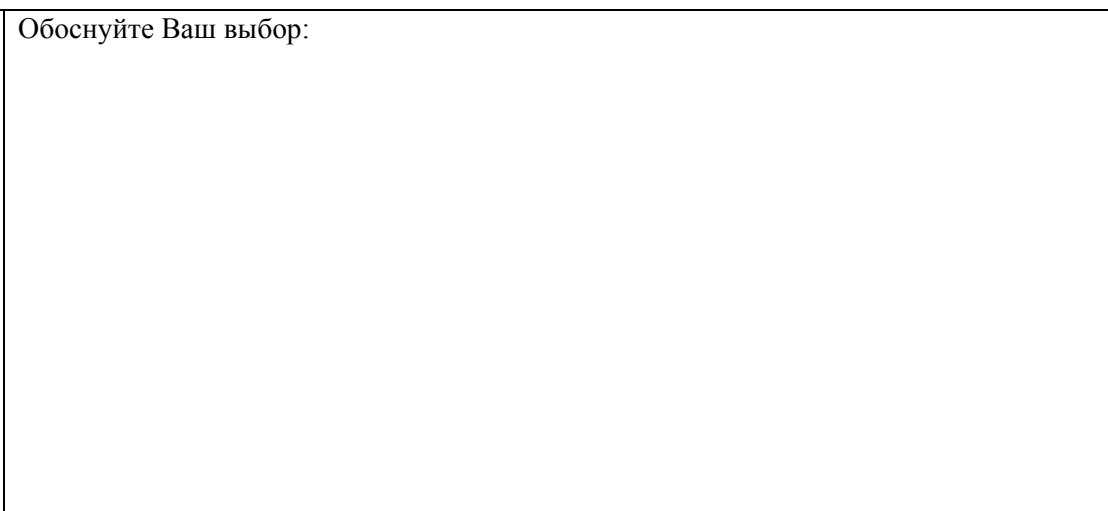
R_f продукта:

R_f исходной тиомочевины:

Примечание: R_f определяется как отношение расстояния от точки нанесения раствора до центра пятна вещества до к расстоянию от точки нанесения раствора до границы фронта растворителя. Какая из предложенных Вам хроматографических систем, **А**, **В** или **С**, является наиболее подходящей для анализа данной реакционной смеси?



Обоснуйте Ваш выбор:



В реакционную смесь при перемешивании палочкой добавьте 40 мл гексана. Начнет выпадать кристаллический осадок. Потрите палочкой стенки стакана и оставьте на 20 минут до прекращения выпадения осадка.

Размешайте осадок в стакане шпателем и перенесите на фильтр со стеклянной пластинкой. Включите водоструйный насос, присоедините шланг к отводу колбы для фильтрования и отфильтруйте осадок. После того, как маточный раствор перестанет капать в колбу, отсоедините вакуумный шланг. Прилейте к осадку на фильтре 5-10 мл гексана и тщательно размешайте суспензию его шпателем. Присоедините вакуумный шланг и отфильтруйте осадок. Для сушки вещества оставьте его на фильтре в течение 15 минут при включенном вакууме.

Внимание! Кран водоструйного насоса можно закрывать только при отсоединенном от прибора вакуумном шланге.

а) Взвесьте полученный продукт и определите выход :

Масса бюкса _____ г

Масса продукта _____ г

Выход , _____ %

б) Внешний вид полученного вещества (структура кристаллов и их цвет):

белый	
желтый	
красный	
зеленый	
коричневый	
черный	

в) Определите температуру плавления полученного соединения.

Температуру плавления необходимо определять в заполненном веществом капилляре. Для того, чтобы заполнить капилляр полученным Вами веществом, возьмите запаянный с одного конца стеклянный капилляр, его открытый конец погрузите в вещество и набранное в верхний конец вещество стряхните на дно капилляра, бросая его несколько раз через стеклянную трубку, установленную на жесткую поверхность.

Температура плавления, _____ °С