

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №17

Исследование кинетики щелочного гидролиза этилацетата методом обратного титрования

Цель работы: исследовать кинетику процесса щелочного омыления этилацетата, определить константу скорости и период полупревращения.

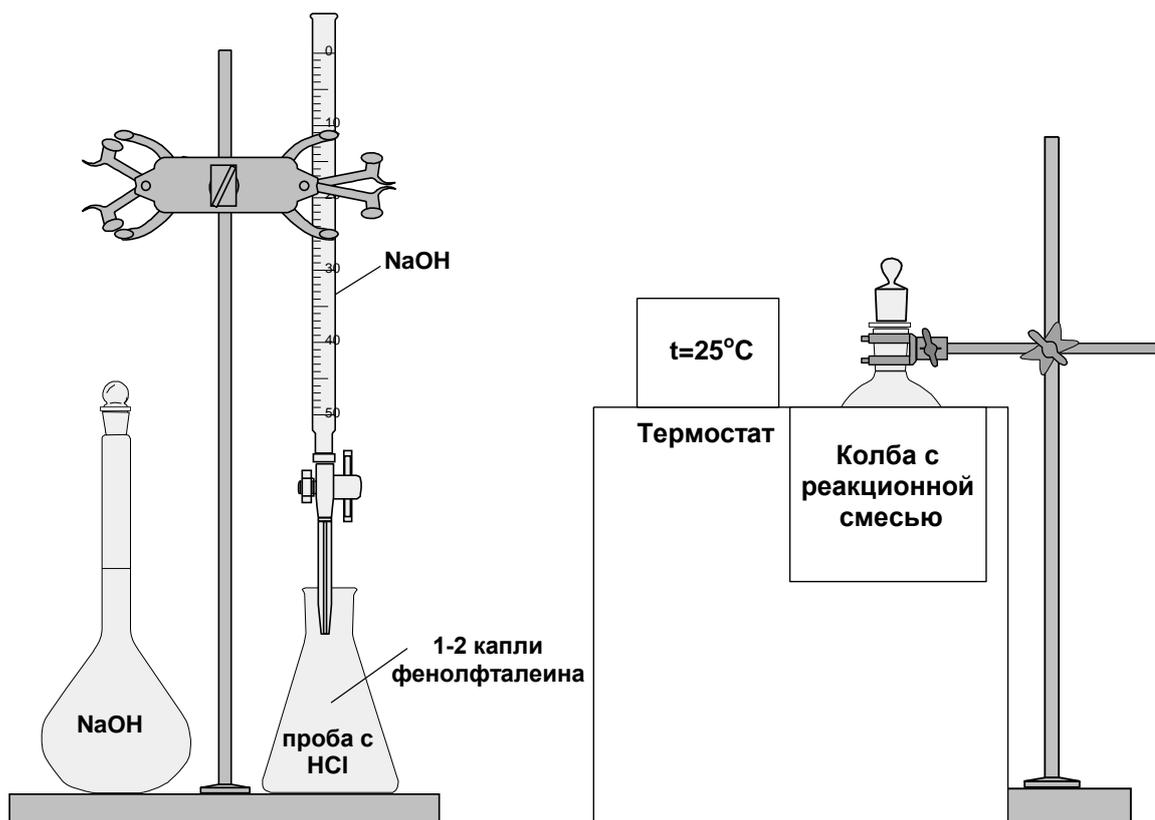
Реактивы:

- реагенты: этилацетат $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ (или EtOAc) в водном растворе этанола $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ или изопропанола и- $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ (0,1 М), гидроксид натрия NaOH (0,1 М);
- стоп-реагент: соляная кислота HCl (0,1 или 0,08 М);
- титрант: гидроксид натрия NaOH (0,02 М);
- индикатор: фенолфталеин.

Оборудование:

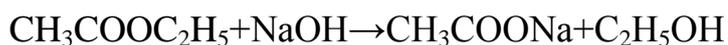
- 2 цилиндра на 50 мл (для реагентов);
- 2 колбы 250 мл (для реагентов);
- 2 пипетки на 5 мл (для стоп-реагента и реакционной массы);
- термостат;
- штативы с лапками;
- бюретка 25 мл;
- 2 воронки (для реагента – NaOH и титранта – NaOH).

Схема экспериментальной установки:



Краткое описание процесса:

Процесс щелочного гидролиза этилацетата описывается следующим уравнением реакции:



За скоростью этой реакции удобно следить по изменению концентрации исходных веществ во времени. При этом процесс описывается кинетическим уравнением односторонней реакции второго порядка:

$$-\frac{dc_{\text{щ}}}{dt} = kc_{\text{щ}}c_{\text{э}} \quad (1)$$

в котором $c_{\text{э}}$ и $c_{\text{щ}}$ – текущие концентрации эфира и щелочи. Если начальные концентрации щелочи $c_{\text{щ},0}$ и эфира $c_{\text{э},0}$ в момент начала реакции одинаковы, то интегральная форма кинетического уравнения примет следующий вид:

$$k = \frac{1}{t} \left(\frac{1}{c} - \frac{1}{c_0} \right) \quad (2)$$

Выполнение работы:

1. Перенесите 50 мл раствора этилацетата EtOAc (0,1 M) в колбу объемом 250 мл и 50 мл раствора гидроксида натрия NaOH (0,1 M) в другую колбу того же объема и поставьте их на 5-10 минут в термостат, настроенный на заданную температуру.
2. Во время термостатирования растворов заполните бюретку раствором титранта NaOH (0,02 M). Внесите пипеткой по 5 мл раствора соляной кислоты HCl (0,1 или 0,08 M) в 6 чистых и сухих колб и добавьте 1-2 капли (не более!) фенолфталеина.
3. После термостатирования выньте колбы с раствором EtOAc и NaOH и прилейте NaOH к раствору EtOAc и запустите секундомер. Хорошо перемешайте смесь в колбе, и поставьте обратно в термостат!
4. Через 2 минуты пипеткой внесите 5 мл реакционной массы (колбу оставить в термостате!) в титриметрическую колбу (с 5 мл 0,1 M HCl).
5. Титрование с фенолфталеином: колбу с раствором ставят под бюретку и по каплям приливают из бюретки раствор NaOH (0,02 M) в присутствии фенолфталеина, непрерывно перемешивая жидкость круговыми движениями колбы. Нужно уловить момент, когда от одной капли NaOH первоначально бесцветный раствор приобретет бледно-розовую окраску, устойчивую в течение 30 с. Не следует перемешивать слишком интенсивно во избежание поглощения раствором углекислого газа CO₂ из воздуха.
6. Повторите отборы и анализ проб через каждые 3-4 минуты еще 4-5 раз. Последний отбор пробы можно произвести после более продолжительного времени, например через 7-8 минут.

Расчетная часть:

Обратное титрование заключается в добавлении к анализируемому веществу X точно известного избытка титранта T_1 с дальнейшим определением его количества, не вступившего в реакцию, с помощью второго титранта T_2 . В этом случае принцип эквивалентности устанавливает соотношение между количествами эквивалентов трех веществ и записывается в виде формулы:

$$N_{T_1} V_{T_1} = N_X V_X + N_{T_2} V_{T_2} \quad (3)$$

где N – нормальная концентрация, а V – объем

Так как фактор эквивалентности наших участников процесса титрования равен 1, это дает возможность заменить нормальные концентрации соотношения (3) молярными концентрациями:

$$c_{HCl} V_{HCl} = c_{NaOH} V_{ал} + c_{NaOH}^{mump} V_{NaOH}^{mump} \rightarrow c_{NaOH} = \frac{c_{HCl} V_{HCl} - c_{NaOH}^{mump} V_{NaOH}^{mump}}{V_{ал}} \quad (4)$$

где $c_{HCl}=0,1$ М, $c_{NaOH}^{mump}=0,02$ М, $V_{HCl}=V_{ал}=5$ мл

Для определения константы скорости односторонней реакции второго порядка при совпадающих начальных концентрациях реагентов используется прямая в координатах $1/c-t$, которая описывается уравнением:

$$\frac{1}{c} = \frac{1}{c_0} + kt \quad (5)$$

Графически определяется константа скорости реакции и уточняется начальная концентрация реагентов после смешения. Полученное значение концентрации не должно существенно отличаться от известного по концентрациям и объемам исходных растворов.

Далее константа скорости выражается из уравнения (5) и рассчитывается для каждого интервала времени:

$$k = \frac{1}{t} \left(\frac{1}{c} - \frac{1}{c_0} \right) \quad (6)$$

Таблица – Экспериментальные данные при температуре опыта
 $T = ___ ^\circ\text{C}$

t , мин	$V_{\text{NaOH}}^{\text{титр}}$, мл	Концентрации реагентов c , М	$1/c$, M^{-1}
2			
6			
10			
14			
18			
25			

Общее время протекания реакции можно изменять, варьируя температуру процесса. Главное, чтобы время протекания процесса в общей сложности не превышало 30 минут (при температурах опыта 20-25°C). При более высоких температурах отбор проб необходимо производить чаще, ограничивая общее время протекания реакции до 20 минут.

Задание:

- построить зависимость в координатах $1/c-t$ и определить из нее константу скорости, а также исходную концентрацию реагентов после смешения;
- определить аналитическим методом константу скорости c применением значения начальной концентрации, полученного графически;
- определить период полупревращения;
- построить кинетическую кривую в координатах $c-t$.

ПАМЯТКА ЛАБОРАНТАМ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ №17
Исследование кинетики щелочного гидролиза этилацетата методом
обратного титрования

Приготовление растворов:

- **500 мл 0,1 М спиртового раствора этилацетата:**

5 мл эфира растворить в 50 мл этилового или изопропилового спирта, а затем довести объем до 500 мл дистиллированной водой.

- **250 мл 0,1 М водного раствора гидроксида натрия:**

1 г (0,025 моль) гидроксида натрия сначала растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, а затем довести объем до 250 мл.

- **250 мл 0,02 М водного раствора гидроксида натрия:**

0,2 г (5 ммоль) гидроксида натрия сначала растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, а затем довести объем до 250 мл.

- **1 л 0,01 М водного раствора соляной кислоты:**

Для приготовления использовать фиксанал 0,1 н соляной кислоты. Удалить теплой водой штемпель (или этикетку) с ампулы, затем ополоснуть ее дистиллированной водой. В химическую воронку поместить коротким острым концом вверх боек с крестовидным утолщением, который прилагается к каждой коробке фиксанала. Воронку с бойком вставить в горло мерной колбы вместимостью 1 л. Затем дно ампулы разбить осторожным ударом об острый конец бойка, после чего пробить вторым бойком боковое или верхнее углубление ампулы. Содержимое ампулы тщательно вымыть струей воды из промывалки в мерную колбу. Вещество в колбе растворить в воде и довести объем раствора до метки. Колбу закрыть пробкой и раствор хорошо перемешивать.

- **100 мл 0,1% спиртового раствора фенолфталеина:**

0,1 г фенолфталеина растворяют в 60 мл 96% этилового или изопропилового спирта и доводят раствор дистиллированной водой до 100 мл.

Перед работой необходимо проверить наличие необходимой лабораторной посуды и оборудования:

- 2 цилиндра на 50 мл (для реагентов);
- 2 колбы 250 мл (для реагентов);
- 2 пипетки на 5 мл (для стоп-реагента и реакционной массы);
- термостат;
- штативы с лапками;
- бюретка 25 мл;
- 2 воронки (для реагента – NaOH и титранта – NaOH).