



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Инструкции (Задача 1)

- Буклет «Задача 1» с листами ответов включает 10 листов.
- У Вас есть 15 минут до начала экспериментальной работы, чтобы полностью прочитать буклет «Задача 1».
- На выполнение **Задачи 1** Вам дается **2 часа 15 минут**.
- Начинайте работу только после того, как прозвучит команда **START**. Вы должны немедленно прекратить работу после команды **STOP**. Если Вы продолжите работу в течение 5 минут после этого, Вы будете дисквалифицированы с нулевым результатом за весь экспериментальный тур. Вы должны оставаться **на своем рабочем месте** после команды **STOP**. Преподаватель подойдет к Вам и проверит рабочий стол. Вы должны **оставить на столе** буклет «Задача 1» с ответами.
- Вы обязаны соблюдать **правила техники безопасности**, принятые на МХО. Находясь в лаборатории, Вы должны постоянно носить защитные или Ваши собственные **очки**. Вы можете работать в **перчатках**.
- При нарушении правил техники безопасности Вы получите только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. При повторном нарушении Вы будете выдворены из лаборатории с нулевым результатом за весь практический тур.
- Если у Вас возникли вопросы по технике безопасности или Вам нужно выйти из практикума, обратитесь к Вашему преподавателю.
- Вы можете использовать только Ваше рабочее место.
- Заполняйте листы ответов только выданной Вам ручкой. Не пишите карандашом.
- Используйте только выданный Вам калькулятор.
- Записывайте результаты только в отведенные для этого места в буклете. Любые записи, сделанные в других местах, оцениваться не будут. Используйте оборотную сторону листов буклета в качестве черновика.
- Выбрасывайте закрытые пузырьки с остатками растворов в контейнер подписанный **“Used Vials”** («Использованные пузырьки»)
- Выливайте не нужные более растворы в контейнер, подписанный **“Liquid Waste”** («Жидкие отходы»).
- Выбрасывайте осколки ампулы в контейнер, подписанный **“Broken Glass Disposal”** («Битое стекло»).
- Вы можете заменить посуду или получить дополнительные реактивы (за исключением ацетона- d_6) **без штрафа только один раз**. За каждую последующую замену Вы будете оштрафованы 1 баллом из 40.
- В любой момент Вы можете попросить у преподавателя официальную английскую версию для уточнения непонятных формулировок.

Реактивы и оборудование (Задача 1)

Реактивы (жирным шрифтом в таблице выделены подписи на этикетках)

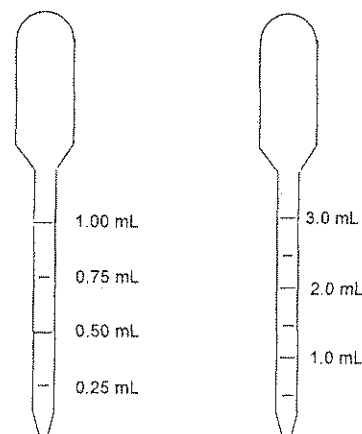
	R-фразы ⁺	S-фразы ⁺
~2 М HCl , [*] водный раствор, 50 мл в бутылочке	R34, R37	S26, S45
~0.01 М KI₃ , [*] водный раствор, 10 мл в пузырьке, подписанном "I ₂ ".		
Ацетон , (CH ₃) ₂ CO, M = 58.08 г/моль, плотность = 0.791 г/мл, 10.0 мл в пузырьке	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Ацетон-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64.12 г/моль, плотность = 0.872 г/мл, 3.0 мл в ампуле	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Расшифровку R- и S-фраз смотрите на странице 3.

^{*} Точная концентрации приведена на этикетках.

Оборудование - Kit #1

- Одна стеклянная бутылочка с дистиллированной водой
- 15 стеклянных пузырьков на 20 мл с завинчивающимися крышками
- 10 пластиковых пипеток на 1 мл с делениями по 0.25 мл (mL) для перенесения жидкости (см. рис.).
- 10 пластиковых пипеток на 3 мл с делениями по 0.50 мл (mL) для перенесения жидкости (см. рис.).
- Цифровой секундомер



R- и S-фразы (Задача 1)

R11 Легковоспламеняющийся

R34 Вызывает ожоги

R36 Вызывает раздражение глаз

R37 Вызывает раздражение органов дыхания

R66 Постоянный контакт может вызвать растрескивание кожи

R67 Пары вызывают сонливость и головокружение

S9 Хранить в хорошо проветриваемом помещении

S16 Хранить в стороне от источников воспламенения

S26 В случае попадания в глаза немедленно промойте большим количеством воды и обратитесь к врачу

S45 При несчастном случае и/или плохом самочувствии немедленно обратитесь к врачу

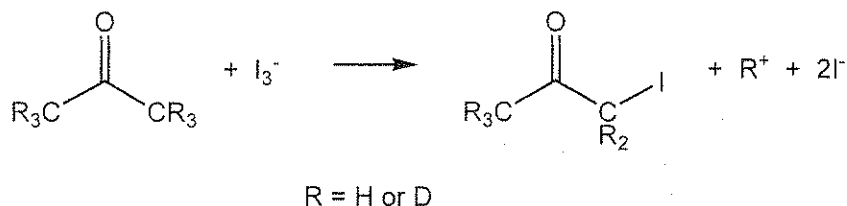
Задача 1**18 баллов**

a	b	c	d	e	f	g	Очки	баллы
10	2	10	12	16	12	8	70	18

Кинетика, изотопный эффект и механизм реакции иодирования ацетона

Для изучения механизмов реакций часто используют кинетические данные в сочетании с изотопным эффектом. Хотя изотопно-замещенные молекулы проявляют схожие химические свойства, скорости реакций могут различаться.

В этой задаче вы изучите кинетику и изотопный эффект в реакции иодирования ацетона в кислой среде:



Кинетическое уравнение для данной реакции имеет вид:

$$r = k[\text{ацетон}]^m[\text{I}_3^-]^n[\text{H}^+]^p.$$

В этом уравнении вы должны определить константу скорости k и целочисленные порядки реакции по веществам m , n и p . Вам также будет необходимо сравнить скорости реакций с участием обычного ацетона и дейтерозамещенного ацетона- d_6 , в котором все 6 атомов ^1H замещены на дейтерий D, и определить величину изотопного эффекта реакции $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$. Все эти данные будут использованы для уточнения механизма реакции.

Важно: прежде, чем начать работу, прочитайте все задание целиком и составьте план работы.

Методика

Скорости реакций зависят от температуры. Узнайте у лаборанта температуру воздуха на Вашем рабочем месте и запишите ниже:

°C

Инструкции по использованию цифрового секундомера

- (1) Нажимайте кнопку [MODE], пока не появится надпись COUNT UP.
- (2) Для запуска секундомера нажмите кнопку [START/STOP].
- (3) Для остановки секундомера снова нажмите кнопку [START/STOP].
- (4) Для сброса данных и очистки дисплея нажмите кнопку [CLEAR].

Порядок работы

Отберите выбранные вами объемы соляной кислоты, дистиллированной воды и раствора триодида калия (обозначенного "I₂") и поместите в реакционный сосуд (пузырек с крышкой). В полученной реакционной смеси начальные концентрации реагентов должны находиться в следующем диапазоне (необязательно исследовать весь диапазон):

[H⁺]: между 0.2 и 1.0 М

[I₃⁻]: между 0.0005 и 0.002 М

[ацетон]: между 0.5 и 1.5 М

Для того, чтобы начать реакцию, добавьте выбранный вами объем ацетона к приготовленной ранее смеси остальных реагентов, сразу закройте реакционный сосуд, включите секундомер, энергично встряхните сосуд один раз, и поставьте на белый фон. Запишите использованные объемы реагентов в таблицу в п. (а). Пока идет реакция, не прикасайтесь к сосуду ниже уровня жидкости. Об окончании реакции свидетельствует исчезновение коричневой окраски триодид-иона. Запишите время, которое прошло до момента исчезновения окраски. Когда реакция закончится, отставьте в сторону сосуд, не открывая его, чтобы не дышать парами иодоацетона.

Повторите эту процедуру с различными концентрациями реагентов необходимое число раз. Запишите концентрации реагентов в каждом опыте в таблицу в п. (с).

Фамилия:

Код: AZE

Указание: в каждом опыте меняйте только одну концентрацию по сравнению с предыдущим опытом.

После того, как вы исследовали скорость иодирования обычного ацетона, необходимо измерить скорость реакции с участием дейтерозамещенного ацетона- d_6 . Обратите внимание, что ввиду высокой стоимости вещества Вам выдано только 3.0 мл ацетона- d_6 . Вы можете попросить дополнительное количество вещества, но за это с вас снимут один балл из 40.

Когда вы захотите начать работу с этим веществом, поднимите руку и старший преподаватель откроет для вас ампулу. Реакции с дейтерозамещенными веществами, как правило, протекают медленнее, чем с обычными, поэтому рекомендуем вам при работе с $(CD_3)_2CO$ использовать такие концентрации, при которых реакция протекает достаточно быстро.

После окончания работы:

- a) вылейте всю воду из бутылки и положите ее вместе со всем неиспользованным оборудованием в коробку с надписью "Kit #1";
- b) использованные пипетки и закрытые реакционные сосуды выбросите в контейнеры под тягой;
- c) остатки ампулы из-под дейтероацетона выбросьте в контейнер с надписью «**Broken Glass Disposal**».

Убрать рабочее место можно и после команды STOP.

Фамилия:

Код: AZE

а. Запишите объемы веществ, использованных при изучении кинетики иодирования обычного ацетона $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, в таблицу. *Необязательно заполнять все строки таблицы.*

Номер опыта	Объем раствора HCl , мл	Объем дистил. H_2O , мл	Объем раствора I_3^- , мл	Объем $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, мл	Время исчезновения окраски I_3^- , с
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

б. Запишите объемы, использованные при работе с ацетоном- d_6 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, в таблицу. *Необязательно заполнять все строки таблицы.*

Номер опыта	Объем раствора HCl , мл	Объем дистил. H_2O , мл	Объем раствора I_3^- , мл	Объем $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, мл	Время исчезновения окраски I_3^- , с
1d					
2d					
3d					
4d					

Фамилия:

Код: AZE

с. В таблицах ниже запишите результаты расчета концентраций реагентов и соответствующих скоростей реакций. Считайте, что объем реакционной смеси равен сумме объемов смешанных жидкостей. Для последующего расчета констант скорости k_H и k_D (в пунктах е и f) вам необязательно использовать данные всех опытов, но вы должны указать в последнем столбце, использовали вы данный опыт при расчете или нет.

$(CH_3)_2CO$:

Номер опыта	Начальная $[H^+]$, М	Начальная $[I_3^-]$, М	Начальная $[(CH_3)_2CO]$, М	Средняя скорость расходования I_3^- , М с ⁻¹	Использовали ли вы данный опыт при расчете k_H ?	
					Да	Нет
1					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

$(CD_3)_2CO$:

Номер опыта	Начальная $[H^+]$, М	Начальная $[I_3^-]$, М	Начальная $[(CD_3)_2CO]$, М	Средняя скорость расходования I_3^- , М с ⁻¹	Использовали ли вы данный опыт при расчете k_D ?	
					Да	Нет
1d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

d. Запишите целочисленные порядки по ацетону, триодид-иону и иону водорода в кинетическом уравнении

$$r = -\frac{\Delta[I_3^-]}{\Delta t} = k[(CH_3)_2CO]^m [I_3^-]^n [H^+]^p$$

 $m =$
 $n =$
 $p =$

e. Рассчитайте константу скорости k_H для реакции с участием обычного ацетона $(CH_3)_2CO$, укажите ее размерность.



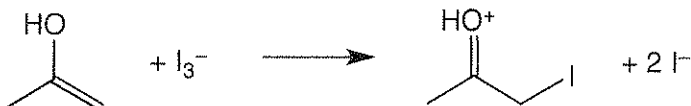
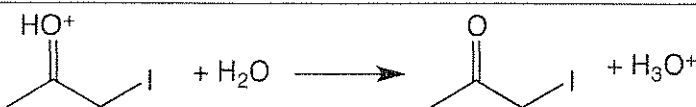
 $k_H =$

f. Рассчитайте константу скорости k_D для реакции с участием ацетона- d_6 , $(CD_3)_2CO$, и найдите величину изотопного эффекта реакции, k_H/k_D .

 $k_D =$
 $k_H/k_D =$

g. Полученные вами кинетические и изотопные данные позволяют выяснить механизм реакции. Ниже приведены возможные элементарные стадии. Одна из стадий является лимитирующей (R.D.S.), тогда как во всех предшествующих ей стадиях быстро устанавливается квазиравновесие, смещенное в сторону реагентов.

Приведенную ниже таблицу заполните на основе *полученных вами экспериментальных данных*: кинетического уравнения (пункт d) и изотопного эффекта (пункт f). Для каждой стадии определите, **согласуется** ли предположение о том, что она является лимитирующей, с вашим *кинетическим уравнением*. Если да, то в первой свободной клетке для данной стадии поставьте галочку (✓), если нет – знак X. Аналогично, укажите для каждой стадии, **согласуется** ли предположение о том, что она является лимитирующей, с определенным вами *изотопным эффектом*.

	R.D.S. согласуется (✓) с вашим кинетическим уравнением или нет (X)	R.D.S. согласуется (✓) с вашим изотопным эффектом или нет (X)
		
		
		
		

Инструкции (Задача 2)

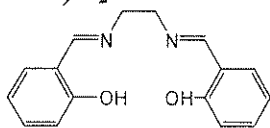
- Буклет «Задача 2» с листами ответов и периодической таблицей включает 10 листов.
- У Вас есть 15 минут до начала экспериментальной работы, чтобы полностью прочитать буклет «Задача 1».
- На выполнение **Задачи 2** Вам дается **2 часа 45 минут**. Планируя свою работу, учтите, что одна из стадий занимает 30 минут.
- Начинайте работу только после того, как прозвучит команда **START**. Вы должны немедленно прекратить работу после команды **STOP**. Если Вы продолжите работу в течение 5 минут после этого, Вы будете дисквалифицированы с нулевым результатом за весь экспериментальный тур. Вы должны оставаться **на своем рабочем месте** после команды **STOP**. Преподаватель подойдет к Вам и проверит рабочий стол. Вы должны **оставить на столе**:
 - буклет «Задача 2» с заданиями и листами ответов
 - 1 пластинку ТСХ в пакетике с молнией, подписанном Вашим кодом
 - Пузырек, подписанный **“Product”** («Продукт»)
- Вы обязаны соблюдать **правила техники безопасности**, принятые на МХО. Находясь в лаборатории, Вы должны постоянно носить защитные или Ваши собственные **очки**. Для заполнения пипеток обязательно используйте резиновую грушу. Вы можете использовать **перчатки** при работе с реактивами.
- При нарушении правил техники безопасности Вы получите только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. При повторном нарушении Вы будете выдворены из лаборатории с нулевым результатом за весь практический тур.
- Если у Вас возникли вопросы по технике безопасности или Вам нужно покинуть практикум, обратитесь к Вашему преподавателю.
- Вы можете использовать только на Ваше рабочее место.
- Заполняйте листы ответов только выданной Вам ручкой. Не пишите карандашом.
- Используйте только выданный Вам калькулятор.
- Записывайте результаты только в отведенные для этого места в листах ответов. Любые записи, сделанные в других местах, оцениваться не будут. Используйте обратную сторону листов ответов в качестве черновика.
- Выбрасывайте использованные пузырьки в контейнер, подписанный **“Broken Glass Disposal”** («Битое стекло»).
- Выливайте не нужные более растворы в контейнер, подписанный **“Liquid Waste”** («Жидкие отходы»).
- Вы можете заменить посуду или получить дополнительные реактивы **без штрафа только один раз**. За каждую последующую замену Вы будете оштрафованы 1 баллом из 40.
- Вы можете попросить у преподавателя официальную английскую версию для уточнения непонятных формулировок в любой момент.

Реактивы и оборудование (Задача 2)

Реактивы и материалы (соответствующие надписи на упаковках выделены жирным шрифтом в кавычках)

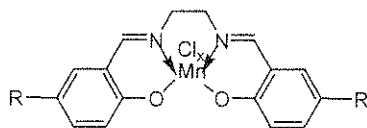
	R-фраза	S-фраза
«(salen)H ₂ », ^a ~1.0 г ^b в пузырьке	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
«Mn(OOCCH ₃) ₂ 4H ₂ O», ~1.9 г ^b в пузырьке	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
1М раствор хлорида лития (LiCl) в этаноле, «Lithium chloride solution», 12 мл в пузырьке	R11 R36/38	S9 S16 S26
Этанол, «Ethanol», 70 мл в пузырьке	R11	S7 S16
Ацетон, «(CH ₃) ₂ CO», 100 мл в пузырьке	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
«(salen*)MnCl _x », ^c ~32 мл раствора с приблизительной концентрацией ~3.5 мг/мл ^b , в пузырьке		
KI ₃ , ~0.010 М раствор в воде, ^b 50 мл в пузырьке, обозначенном «I ₂ ».		
«Ascorbic Acid», ~0.030 М раствор аскорбиновой кислоты в воде, ^b 20 мл в пузырьке		
«1% Starch», раствор крахмала в воде, 2 мл в пузырьке		
«TLC plate» – одна пластинка для ТСХ (силикагель) 5 см × 10 см в закрытом пластиковом пакете		

^a Формула лиганда (salen)H₂:



^b Точное значение указано на этикетке.

^c (salen*)MnCl_x (обе группы R одинаковые и могут быть H, или COOH, или SO₃H):



Оборудование

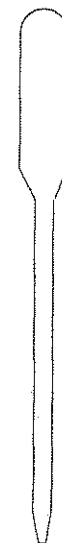
Для общего использования: Весы

Для индивидуального использования:

- Два штатива с лапками, расположенных под тягой и подписанных вашим кодом
- Одна магнитная мешалка с подогревом
- Одна линейка (300 мм)
- Один карандаш

Набор оборудования «Kit #2»:

- Две колбы Эрленмейера на 250 мл (одна для синтеза и одна для кристаллизации)
- Один градуированный цилиндр объемом 50 мл
- Один овальный якорь (20 мм) для перемешивания
- Одна воронка Хирша для фильтрования
- Бумажные фильтры для воронки Хирша и камеры для ТСХ
- Одна колба Бунзена (125 мл) для вакуумного фильтрования
- Резиновый адаптер конической формы для вакуумного фильтрования
- Одна пластиковая ледяная баня (0,5 л)
- Одна стеклянная палочка
- Две пластиковые пипетки (1 мл) для переноса жидкостей (смотри рисунок справа)
- Один пластиковый шпатель
- Один пустой пузырек с крышкой (4 мл) подписанный «Product» для синтезированного вещества



Набор оборудования «Kit #3»:

- Три пустых маленьких пузырька с завинчивающимися крышками (для ТСХ)
- Десять капилляров (100 мм) для ТСХ
- Одно часовое стекло (для закрывания камеры для ТСХ)
- Один стаканчик (250 мл), используемый как камера для ТСХ

Набор оборудования «Kit #4»:

- Одна собранная и готовая для использования бюретка (25 мл), расположена под тягой
- Одна маленькая пластиковая воронка

Фамилия:

Код: AZE

- Четыре колбы Эрленмейера (125 мл)
- Одна резиновая груша с клапанами для заполнения пипеток
- Одна пипетка на 10 мл
- Одна пипетка на 5 мл

R- и S-фразы (Задача 2)

R11 Легковоспламеняющийся

R36/37/38 Вызывает раздражение глаз, органов дыхания и кожи

R62 Возможный раск дисфункции половых органов

R63 Возможный риск при беременности

R66 Постоянный контакт может вызвать растрескивание кожи

R67 Пары вызывают сонливость и головокружение

S7 Хранить плотно закрытым

S9 Хранить в хорошо проветриваемом помещении

S16 Хранить в стороне от источников воспламенения

S26 В случае попадания в глаза немедленно промойте большим количеством воды и обратитесь к врачу

S28A При попадании на кожу промойте большим количеством воды

S37 Работайте в перчатках

S37/39 Работайте в перчатках и защитных очках/маске

S45 При несчастном случае и/или плохом самочувствии немедленно обратитесь к врачу

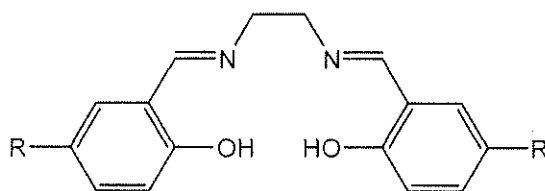
Задача 2

22 балла

Синтез комплекса марганца с лигандом salen и определение формулы продукта

A	B-i	B-ii	C-i	C-ii	Очки	Баллы
10	15	4	4	2	35	22

Комплексы ионов $3d$ -металлов с лигандом бис(салицилиден)этилендиамином (salen) используются в органическом синтезе как эффективные катализаторы разнообразных окислительно-восстановительных реакций.



(salen) H_2 , R = H

(salen*) H_2 , R = H или COOH или SO₃H

В комплексах с salen стабилизируются различные степени окисления $3d$ -элементов. Так, в зависимости от условий реакции, марганец может иметь степени окисления от +2 до +5.

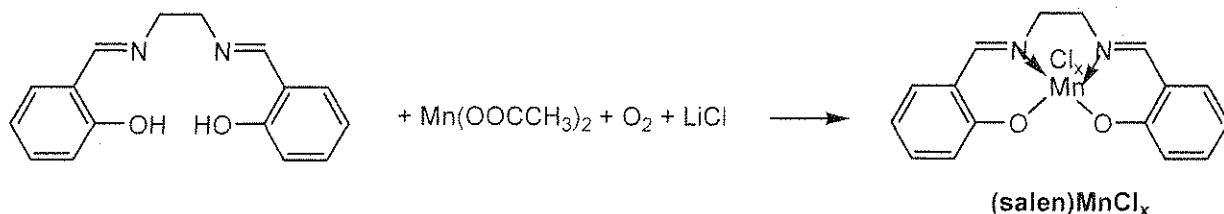
В этой задаче вы должны синтезировать комплекс ионов марганца с salen по реакции ацетата Mn(II) с (salen) H_2 в этаноле на воздухе в присутствии LiCl. В таких условиях вы можете получить комплекс состава (salen)MnCl_x, где x может принимать значения 1, 2 или 3.

Вам потребуется: i) определить массу полученного продукта, ii) с помощью ТСХ охарактеризовать его чистоту и iii) определить степень окисления марганца в комплексе с использованием иодометрического окислительно-восстановительного титрования. Для титрования вы будете использовать выданный Вам раствор комплекса, являющегося аналогом Вашего продукта, (salen*)MnCl_x, в котором марганец имеет такую же степень окисления, что и в вашем продукте, а заместителем R в бензольных кольцах может быть H, COOH или SO₃H.

Фамилия:

Код: AZE

Перед тем, как приступить к работе, внимательно прочитайте условие задачи до конца и правильно спланируйте свою работу. Учтите, что некоторые операции лучше выполнять параллельно.

Методика синтеза:**А. Синтез комплекса (salen)MnCl_x**

- 1) Отложите 2-3 кристаллика (salen)H₂ в маленький пузырек для последующего использования в ТСХ анализе.
- 2) Перенесите всю выданную Вам навеску (~1.0 г) (salen)H₂ в 250 мл колбу Эрленмейера. Положите в колбу якорь для перемешивания и прилейте 35 мл абсолютного этанола.
- 3) Поставьте колбу на мешалку с подогревом. Нагревайте содержимое колбы при постоянном перемешивании до полного растворения лиганда (обычно растворение наступает тогда, когда этанол нагревается почти до кипения). Затем снизьте температуру нагрева реакционной смеси для поддержания последней в состоянии близком к кипению. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим. Если горлышко колбы окажется горячим для удерживания рукой, используйте свернутое бумажную салфетку.
- 4) Снимите колбу с плитки и добавьте в нее весь выданный вам образец Mn(OAc)₂·4H₂O (~1.9 г). Смесь должна окраситься в темно-коричневый цвет. Сразу же верните колбу на плитку и продолжайте нагрев с перемешиванием в течение 15 минут. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим.
- 5) Снимите колбу с плитки и перелейте в нее выданный 1 М раствор LiCl в этаноле (12 мл, избыток). Верните колбу на плитку и продолжайте нагрев с перемешиванием в течение 10 минут. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим.
- 6) После этого снимите колбу с плитки и поставьте в баню со льдом для кристаллизации на 30 минут. Каждые 5 минут аккуратно потирайте стенки внутри колбы ниже уровня жидкости стеклянной палочкой для ускорения кристаллизации комплекса (salen)MnCl_x. Первые кристаллы могут появиться сразу после начала охлаждения или через 10-15 минут.
- 7) Используя вакуумную линию под тягой (соответствующий кран помечен как "Vacuum"), фильтровальную бумагу, маленькую воронку Хирша и колбу Бунзена отфильтруйте образовавшийся осадок. С помощью пипетки промойте осадок на фильтре несколькими каплями ацетона, не отсоединяя вакуум. Оставьте осадок на фильтре (не отсоединяя вакуум) на 10-15 минут для высушивания.
- 8) Взвесьте пустой пузырек "Product" и перенесите в него продукт с фильтра, затем определите и запишите массу продукта, *m_p*, в лист ответов. Также запишите в лист

Фамилия:

Код: AZE

ответов массу использованных реактивов в синтезе: $(salen)H_2$, m_S , и $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$, m_{Mn} .

9) Положите пузырек с продуктом в пакетик с застежкой.

Масса пустого пузырька для продукта: _____ г

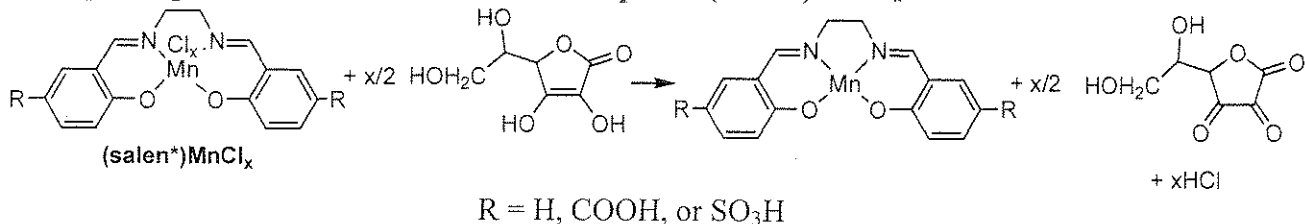
Масса пузырька с высушенным продуктом: _____ г

Масса продукта, m_p : _____ г

Масса образца $(salen)H_2$ (перепишите с этикетки пузырька), m_S : _____ г

Масса $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ (перепишите с этикетки пузырька), m_{Mn} : _____ г

В. Титриметрический анализ выданного образца (salen*)MnCl_x



Работа с резиновой грушей, предназначенной для заполнения пипеток

- 1) Наденьте грушу на пипетку.
- 2) Сильно сожмите резиновую грушу.
- 3) Для того, чтобы набрать жидкость в пипетку, нажмите клапан со стрелкой, направленной вверх
- 4) Для того, чтобы слить жидкость из пипетки, нажмите клапан со стрелкой, направленной вниз.

Примечание: Пипетки и бюретку можно использовать без дополнительной подготовки.

- 1) С помощью мерной пипетки перенесите 10.00 мл выданного вам раствора (salen*)MnCl_x в колбу Эрленмейера (объемом 125 мл).
- 2) К этому раствору с помощью мерной пипетки добавьте 5.00 мл раствора аскорбиновой кислоты и тщательно перемешайте. Дайте полученному раствору постоять 3-4 минуты, не более.
- 3) После этого сразу же оттитруйте реакционную смесь раствором KI₃, добавив в качестве индикатора 5 капель 1%-ного раствора крахмала («1% Starch»), чтобы предотвратить окисление аскорбиновой кислоты кислородом. В конечной точке титрования голубая или зелено-голубая окраска раствора должна сохраняться как минимум 30 секунд.
- 4) Проведите 1-2 повторных титрования для повышения точности ваших результатов.

Запишите результаты работы в таблицу:

№ титрования	Начальные показания бюретки, мл	Конечные показания бюретки, мл	Объем KI ₃ , израсходованный на титрование, мл
1			
2			
3			

Фамилия:

Код: AZE

i. Укажите объем (выбранный Вами или средний) раствора KI_3 , который вы будете использовать для вычисления молярной массы $(salen^*)MnCl_x$:

Объем раствора KI_3 : _____ мл

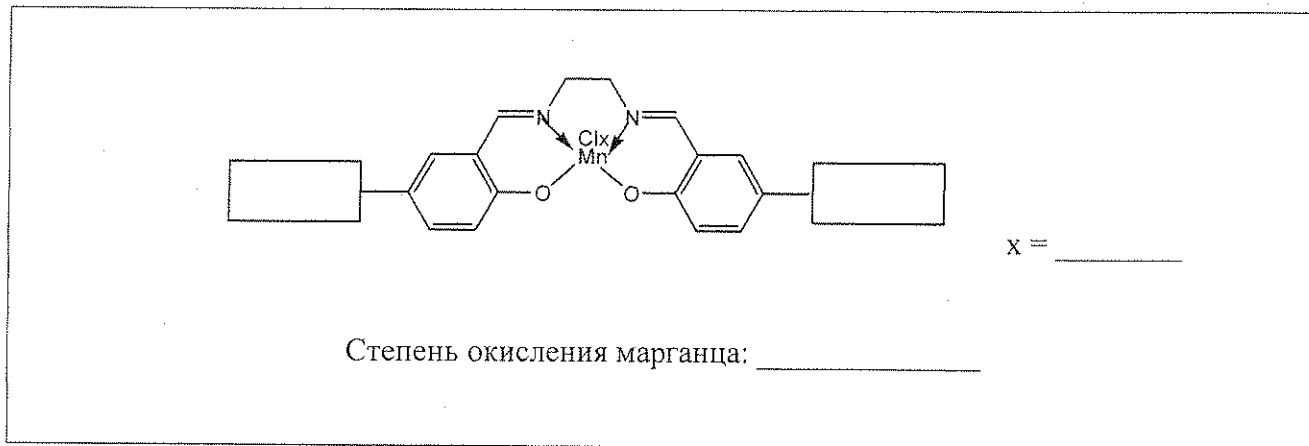
Концентрация $(salen^*)MnCl_x$ (указана на этикетке пузырька): _____ мг/мл

Концентрация аскорбиновой кислоты (указана на этикетке пузырька):
_____ М

Фамилия:

Код: AZE

ii. Используя результаты титрования и дополнительные данные из таблицы, приведенной ниже, определите величину x , степень окисления марганца и группу-заместитель R в salen (R = H, COOH, SO₃H). Запишите ответы в соответствующих местах ниже:



R	x	Теоретическое значение величины M/x , г/моль
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196