



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Инструкции (Задача 1)

- Този изпит има **10** страници за Задача 1 и answer sheets.
- Разполагате с 15 минути да прочетете заданието преди да започнете експериментите.
- Имате **2 часа и 45 минути**, за да изпълните практическата **Задача 1**.
- Започнете работа, след като бъде дадена командата **START**. Трябва да спрете работа веднага след като чуете командата **STOP**. Закъснение с 5 минути ще доведе до анулиране на практическия ви изпит. След като чуете **командата STOP, изчакайте на вашето лабораторно място**. Лаб. асистентът ще провери лабораторното място. Ще трябва да оставите на банката следното:
 - Заданието с условията на задачите и отговорите.
- Очаква се да спазвате **правилата за безопасна работа** на IChO. Докато сте в лабораторията, вие трябва да носите **предпазни очила** или вашите собствени очила, ако са подходящи. Използвайте предоставената ви **гумена круша за пипети**. Можете да използвате **ръкавици** при работа с химикали.
- Вие ще получите **САМО ЕДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** от лаб. асистента, ако нарушите правилата за безопасна работа. При втори случай вие ще бъдете отстранен от лабораторията с нула точки от практическия изпит.
- Не се притеснявайте да попитате вашия лаб. асистент, ако имате въпроси, засягащи безопасната работа, или ако имате нужда да излезете от лабораторията.
- Позволено ви е да работите само в пространството, което ви е предоставено.
- Използвайте само предоставената ви химикалка, а не молив, за написване на отговорите.
- Използвайте предоставения ви калкулатор.
- Всички резултати трябва да бъдат написани на съответните места в answer sheets. Нищо написано извън тези полета, няма да бъде оценявано. Гърба на листите може да използвате за чернова.
- Използвайте контейнера с надпис "**Used Vials**", за да изхвърлите затворените шишенца с реакционните разтвори.
- Използвайте контейнера с надпис **Liquid Waste** за изхвърляне на отпадните разтвори.
- Използвайте контейнера с надпис **Broken Glass Disposal** за изхвърляне на частите на ампулата.
- Химикали и лабораторна стъклария ще бъдат **напълнени** отново **или подменени** без наказателни точки само при първи инцидент. Всеки следващ инцидент ще води до **загуба на 1 точка** от общо 40 точки за практическия изпит.
- Официалната версия на това задание на английски език може да ви бъде предоставена само за изясняване.

Химикали и оборудване (Задача 1)

Chemicals (the actual labeling for each package is given in bold font)

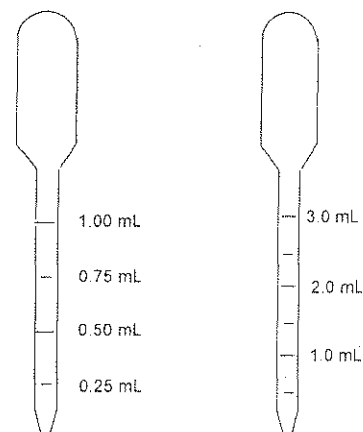
	Risk Phrase [†]	Safety Phrase [†]
~ 2 M HCl , [*] solution in water, 50 mL in a bottle	R34, R37	S26, S45
~ 0.01 M KI₃ , [*] solution in water, 10 mL in a bottle, labeled " I₂ ".		
Acetone, (CH₃) ₂ CO , M = 58.08 g mol ⁻¹ , density = 0.791 g mL ⁻¹ , 10.0 mL in a vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d₆ , (CD ₃) ₂ CO , M = 64.12 g mol ⁻¹ , density = 0.872 g mL ⁻¹ , 3.0 mL in a pre-scored ampule	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

[†] Виж страница 3 за дефинициите, отнасящи се до риск и безопасност (Risk and Safety Phrases).

^{*} Точната концентрация е означена на етикета заедно с концентрацията, дадена преди името на веществото.

Equipment - Kit #1

- One glass bottle filled with distilled water
- Fifteen 20-mL screw-cap glass vials with Teflon-lined screw-caps
- Ten 1-mL polyethylene transfer pipettes graduated in 0.25 mL increments (see drawing in the right).
- Ten 3-mL polyethylene transfer pipettes graduated in 0.50 mL increments (see drawing in the right).
- One digital timer (stopwatch)



Име:

Код: BGR

Risk and Safety Phrases (Task 1)

R11 Highly flammable

R34 Causes burns

R36 Irritating to eyes

R37 Irritating to respiratory system

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice

S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately

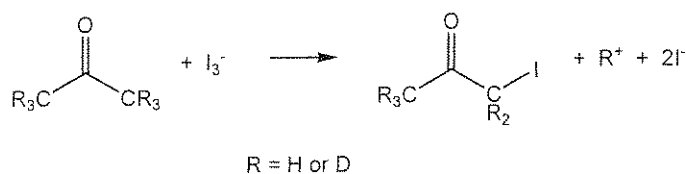
Задача 1**18% от общия брой точки**

a	b	c	d	e	f	g	Задача 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

Кинетика, изотопен ефект и механизъм на реакцията на йодиране на ацетон

Изясняването на механизма на химичните реакции стои в основата на прогреса в катализа и синтеза. Едно от най-мощните средства за изучаване на реакционните механизми е кинетичното изследване, тъй като начините, по които скоростта на реакцията се променя в зависимост от реакционните условия, следват директно от реакционния механизъм. Друго мощно средство е изследването с изотопно заместени молекули. Изотопно заместените съединения притежават подобна реактивоспособност, но се наблюдават малки разлики в реакционните скорости като функция на ядрената маса.

В тази задача вие ще изследвате кинетиката и изотопния ефект на реакцията на йодиране на ацетон в кисела среда:



Кинетичното уравнение на реакцията е:

$$v = k[\text{acetone}]^m[\text{I}_3^-]^n[\text{H}^+]^p$$

където k е скоростна константа, а m , n и p са реакционни порядъци, които са цели числа. В тази задача трябва да определите стойностите на k , m , n и p . Трябва да определите и изотопния ефект ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) на реакцията, като сравните скоростта на реакцията с участието на обикновен ацетон и деутерозаместен ацетон- d_6 , където всичките шест атоми протий (^1H) са заместени с деутерий (^2H или D). От тези данни вие ще направите изводи за механизма на тази реакция.

Преди да започнете работа, прочетете цялото описание на задачата и планирайте вашите експерименти.

Име:

Код: BGR

Процедура

Реакционните скорости зависят от температурата. Запишете температурата в лабораторията, като попитате за това лаб. асистента:

°C

Инструкции за използване на цифровия секундомер

- (1) Натискайте бутона [MODE], докато се появи иконата COUNT UP.
- (2) За да започнете отчитането, натиснете бутона [START/STOP].
- (3) За да приключите отчитането, натиснете бутона [START/STOP].
- (4) За да изчистите екрана, натиснете бутона [CLEAR].

Основна процедура

Измерете обемите на разтворите на солна киселина, дестилирана вода и калиев трийодид (надписан като "I₂"), които сте избрали, и ги поставете в реакционния съд – едно от стъклените шишенца. В получената реакционна смес началните концентрации на реагентите трябва да бъдат в областите, дадени по-долу (не е необходимо да се изследва целият диапазон):

[H⁺]: Между 0.2 и 1.0 M

[I₃⁻]: Между 0.0005 и 0.002 M

[ацетон]: Между 0.5 и 1.5 M

За да започне реакцията, към разтвора, съдържащ другите реагенти, прибавете избрания обем ацетон, бързо затворете реакционния съд, стартирайте секундомера, разклатете енергично шишенцето еднократно и го поставете на бял фон. Запишете използваните от вас обеми на реагентите в Таблицата, предоставена ви в подточка (а). След стартиране на реакцията не трябва да държите и даже да докосвате шишенцето под нивото на течността в него. За край на реакцията се приема изчезването на жълто-кафявия цвят, придаван от трийодидния йон. Запишете времето, за което реакционната смес се обезцветява. След като реакцията завърши, оставете съдчето затворено встрани, за да не дишате парите от йодоацетон.

Повторете експериментите с различни концентрации на реагентите в съответствие с направения от вас предварителен план. Запишете концентрациите на реагентите, които сте

Име:

Код: BGR

използвали, в Таблицата, предоставена ви по-долу, в подточка (с). *Жокер: във всеки опит променяйте само една концентрация в сравнение с предишния опит.*

След като приключите с изследване на скоростта на реакцията с обикновения ацетон, трябва да измерите реакционната скорост с участието на ацетон- d_6 . Имайте предвид, че за разлика от достатъчното количество обикновен ацетон, с което разполагате, на вас ще ви бъдат предоставени само 3.0 mL ацетон- d_6 , поради високата му цена. Следователно, искането на допълнително количество ацетон- d_6 ще бъде съпроводено с една наказателна точка.

Когато ви е необходим този реагент, вдигнете ръка и лаб. асистента ще отвори вашата ампула с ацетон- d_6 . Като правило, реакциите с деутерозаместените съединения са по-бавни от тези с протий-заместените съединения. Затова ви препоръчваме при работа с $(CD_3)_2CO$ да използвате такива концентрации, при които реакцията протича достатъчно бързо.

Когато приключите с експеримента:

- a) изпразнете бутилката с вода и я поставете заедно с неизползваното оборудване в кутията с надпис "Kit #1";
- b) поставете използваните пипети и затворените използвани шишенца в означените за целта контейнери под камините;
- c) използвайте контейнера с надпис **Broken Glass Disposal**, за да изхвърлите остатъците от празната ампула.

Можете да почистите вашето работно място, след като е дадена командата STOP.

Име:

Код: BGR

а. Запишете обемите на веществата, използвани при изследване на кинетиката на йодиране на обикновен ацетон, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, в Таблицата по-долу. *Не е задължително да запълните всички редове на Таблицата.*

Опит #	Обем на разтвора на HCl, mL	Обем на H ₂ O, mL	Обем на разтвора на I ₃ ⁻ , mL	Обем на (CH ₃) ₂ CO, mL	Време, за което изчезва цветът на I ₃ ⁻ , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

б. Запишете обемите на веществата, използвани при изследване на кинетиката на йодиране на ацетон-*d*₆, $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, в Таблицата по-долу. *Не е задължително да запълните всички редове на Таблицата.*

Опит #	Обем на разтвора на HCl, mL	Обем на H ₂ O, mL	Обем на разтвора на I ₃ ⁻ , mL	Обем на (CD ₃) ₂ CO, mL	Време, за което изчезва цветът на I ₃ ⁻ , s
1d					
2d					
3d					
4d					

Име:

Код: BGR

с. В таблиците по-долу запишете резултатите от изчисленията на концентрациите на реагентите и съответните средни скорости на изследваните от вас реакции. Приемете, че обемът на всяка реакционна смес е равен на сумата от обемите на смесените течности. За следващото изчисляване на скоростните константи k_H и k_D (в подточки е и f), не е задължително да използвате данните от всички опити, но сте длъжни да отбележите в последната колона на Таблицата използвали ли сте дадения опит за изчисление или не.

 $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$:

Опит #	Начална конц. на $[\text{H}^+]$, М	Начална конц. на $[\text{I}_3^-]$, М	Начална конц. на $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, М	Средна скорост на изразходване на I_3^- , M s^{-1}	Използвали ли сте дадения опит за изчисление на k_H ?	
					Да	Не
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"/>

 $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$:

Опит #	Начална конц. на $[\text{H}^+]$, М	Начална конц. на $[\text{I}_3^-]$, М	Начална конц. на $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, М	Средна скорост на изразходване на I_3^- , M s^{-1}	Използвали ли сте дадения опит за изчисление на k_D ?	
					Да	Не
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"/>

Име:

Код: BGR

d. Напишете целочислените порядъци на реакцията спрямо ацетон, трийодиден йон и водороден йон в кинетичното уравнение

$$v = -\frac{d[I_3^-]}{dt} = k[(CH_3)_2CO]^m [I_3^-]^n [H^+]^p$$

$m =$

$n =$

$p =$

e. Изчислете скоростната константа k_H за реакцията с участието на обикновен ацетон, $(CH_3)_2CO$, и запишете нейната мерна единица.

$k_H =$

f. Изчислете скоростната константа k_D за реакцията с участието на ацетон- d_6 , $(CD_3)_2CO$ и изчислете стойността на изотопния ефект на реакцията, k_H/k_D .

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Име:

Код: BGR

g. От данните за кинетичния и изотопния ефект може да се направят заключения за механизма на реакцията. В Таблицата по-долу са представени възможните елементарни стадии. Един от стадияте е скоростопределящ (Rate-Determining Step- R.D.S.), тогава когато във всички предшестващи го стадии бързо се установява квазиравновесие, изместено по посока на реагентите.

Запълнете дадената по-долу таблица, като използвате получените от вас експериментални данни за кинетичното уравнение (подточка d) и изотопния ефект (подточка f). За всеки стадий определете **съгласува ли се** предположението за това, че той е скоростопределящ, с вашето *кинетично уравнение*. Ако отговорът е да, в първата свободна клетка за дадения стадий поставете знака (✓); ако отговорът е не, поставете знака X. Аналогично, покажете за всеки стадий **съгласува ли се** предположението за това, че той е скоростопределящ с определените от вас *изотопни ефекти*.

	R.D.S. Съгласува се (✓) с вашето кинетично уравнение или не (X)	R.D.S. Съгласува се (✓) с вашия изотопен ефект или не (X)
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

Инструкции (Задача 2)

- Този изпит има **13** страници за Задача 2, answer sheets и Периодична таблица.
- Разполагате с 15 минути да прочетете заданието преди да започнете експериментите.
- Имате **2 часа и 45 минути**, за да изпълните практическата **Задача 2**. Когато планирате вашата работа, имайте пред вид, че един от етапите изисква 30 минути.
- Започнете работа, след като бъде дадена командата **START**. Трябва да спрете работа веднага след като чуете командата **STOP**. Закъснение с 5 минути ще доведе до анулиране на практическия ви изпит. След като чуете **командата STOP, изчакайте на вашето лабораторно място**. Лаб. асистентът ще провери вашето лабораторно място. Ще трябва да оставите на банката следните неща:
 - Заданието с условията на задачите и отговорите
 - Една TLC плака в пластмасов плик с цип и записан студентски код
 - Шишенцето с надпис “Product”
- Очаква се да спазвате **правилата за безопасна работа** на IChO. Докато сте в лабораторията, вие трябва да носите **предпазни очила** или вашите собствени очила, ако са подходящи. Използвайте предоставената ви **гумена круша за пипети**. Можете да използвате **ръкавици** при работа с химикали.
- Вие ще получите **САМО ЕДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** от лаб. асистента, ако нарушите правилата за безопасна работа. При втори случай вие ще бъдете отстранен от лабораторията с нула точки от практическия изпит.
- Не се притеснявайте да питате вашия лаб. асистент, ако имате въпроси, засягащи безопасната работа или ако имате нужда да излезете от лабораторията.
- Позволено ви е да работите само в пространството, което ви е предоставено.
- Използвайте само предоставената ви химикалка, а не молив, за написване на отговорите.
- Използвайте предоставения ви калкулатор.
- Всички резултати трябва да бъдат написани на съответните места в answer sheets. Нищо написано извън тези полета, няма да бъде оценявано. Гърба на листите може да използвате за чернова.
- Използвайте контейнера с надпис **Broken Glass Disposal** за изхвърляне на използваните шишенца.
- Използвайте контейнера с надпис **Liquid Waste** за изхвърляне на отпадните разтвори.
- Химикали и лабораторна стъклария ще бъдат подменени или напълнени отново без наказателни точки само при първи инцидент. Всеки следващ инцидент ще води до загуба на 1 точка от общо 40 точки за практическия изпит.
- Официалната версия на това задание на английски език може да ви бъде предоставена само за изясняване.

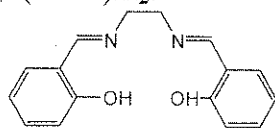
Chemicals and Equipment (Task 2)

Chemicals and materials (the actual labeling for each package is given in bold font)

	Risk Phrase ⁺	Safety Phrase ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1.0 g ^b in a vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1.9 g ^b in a vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1M solution in ethanol, 12 mL in a bottle	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 mL in a bottle	R11	S7 S16
Acetone, (CH ₃) ₂ CO, 100 mL in a bottle	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 mL of a ~3.5 mg/mL ^b solution in a bottle		
KI ₃ , ~0.010 M solution in water, ^b 50 mL in a bottle, labeled "I ₂ ".		
Ascorbic Acid , ~0.030 M solution in water, ^b 20 mL in a bottle		
1% Starch , solution in water, 2 mL in a bottle		
TLC plate – one 5 cm × 10 cm silica gel strip in a plastic zipper bag		

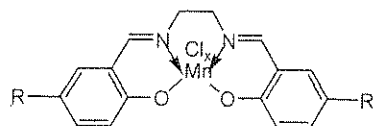
⁺ Виж страница 15 за дефинициите отнасящи се до риск и безопасност (Risk and Safety Phrases).

^a Формула на лиганда **(salen)H₂**:



^b Точната стойност е отбелязана върху надписа.

^c (salen*)MnCl_x (двете R групи са еднакви и могат да бъдат една от следните: H, или COOH, или SO₃H):



Equipment**Common Use:** Balance

- Two **stands** with **clamps** located under hood labeled with your code
- One **hotplate stirrer**
- One **300 mm ruler**
- One **pencil**

Kit #2:

- Two **250 mL Erlenmeyer flasks** (one for synthesis, one for crystallization)
- One **graduated cylinder**, 50 mL
- One **20 mm long egg-shaped magnetic stirring bar**
- One **Hirsch funnel**
- **Filter paper** circles for Hirsch funnel and for TLC chamber
- One **125 mL suction flask for vacuum filtration**
- **Rubber adapter** for suction flask
- One **0.5 L plastic ice bath**
- One **glass rod**
- Two **1 mL plastic transfer pipettes** (see drawing in the right)
- One plastic spatula
- One empty **4 mL snap-cap vial** labeled “Product” for reaction product

**Kit #3:**

- Three empty **small screw-cap vials** (for TLC solutions)
- Ten **short capillary tubes (100 mm)** for TLC spotters
- One **watch glass** (for the TLC chamber)
- One **250 mL beaker** for TLC chamber

Kit #4:

- One assembled and ready to used **25 mL burette**
- One small **plastic funnel**
- Four **125 mL Erlenmeyer flasks**
- One **rubber bulb for pipettes**
- One **10 mL volumetric pipette**
- One **5 mL volumetric pipette**

Risk and Safety Phrases (Task 2)

R11 Highly flammable

R36/37/38 Irritating to eyes, respiratory system and skin

R62 Possible risk of impaired fertility

R63 Possible risk of harm to the unborn child

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S7 Keep container tightly closed

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.

S28A After contact with skin, wash immediately with plenty of water.

S37 Wear suitable gloves.

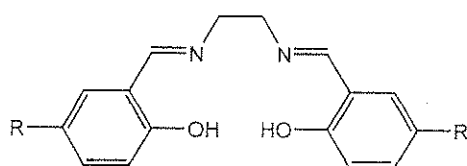
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately

Задача 2**22% от общия брой точки****Синтез на комплекс на манган с лиганд salen и определяне на формулата на продукта**

A	B-i	B-ii	C-i	C-ii	Задача 2	22%
10	15	4	4	2	35	

Комплекси на преходни метали от блока на 3d-елементите с лиганд bis(salicylidene)ethylenediamine (salen) се използват в органичния синтез като ефективни катализатори за различни редокс реакции.



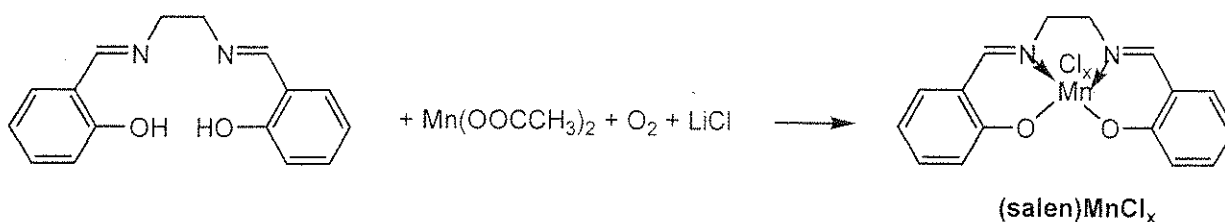
(salen) H_2 , R = H

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

Важно значение има способността на лиганда salen да стабилизира по-високи степени на окисление на 3d-елементите. В частност, при получаване на комплекс на манган с лиганд salen, в зависимост от реакционните условия, могат да се получат съединения на манган в степени на окисление от +2 до +5. В тази задача трябва да получите комплекс на манган с лиганд salen посредством взаимодействие на (salen) H_2 с Mn(II) ацетат в етанолов разтвор и въздушна среда в присъствие на литиев хлорид. При тези условия може да получите комплекс с формула (salen)MnCl_x, където x = 0, 1, 2, или 3.

Необходимо е: i) да определите масата на продукта, ii) да характеризирате чистотата на получения продукт чрез тънкослойна хроматография (TLC), и iii) да определите степента на окисление на мангана в комплекса чрез йодометрично редокс титруване. За редокс титруването ще ви бъде даден разтвор на предварително получен аналог на вашето съединение, (salen*)MnCl_x, където манганът има същата степен на окисление както във вашия продукт и заместителят R в бензеновите ядра може да бъде H, COOH, или SO₃H.

Преди да започнете работа, прочетете цялото описание на задачата и планирайте вашия експеримент. За да ви стигне времето, някои операции трябва да се извършат паралелно.

Процедура:**А. Синтез на комплекса (salen)MnCl_x**

- 1) Поставете 2-3 кристалчета (salen)H₂ в малко шишенце, което отделете встрани, за да го използвате по-късно в TLC анализа.
- 2) Прехвърлете предоставената ви и предварително претеглена ~1.0-g проба от (salen)H₂ в Ерленмайерова колба с обем 250 mL, в която предварително сте поставили котвичка за магнитна бъркалка. При прехвърлянето смийте реагента с 35 mL абсолютен етанол.
- 3) Поставете колбата върху магнитната бъркалка с нагревател. Загрейте при постоянно разбъркване, докато твърдата маса се разтвори (обикновено разтварянето е пълно, когато етанолът е загрял почти до кипене). След това намалете нагряването, така че сместа да е близо, но под точката на кипене. Сместа не трябва да кипи, което означава, че гърлото на колбата трябва да остане студено. Ако колбата е толкова гореща, че не можете да я държите с голи ръце, използвайте за целта хартиената салфетка.
- 4) Отстранете колбата от нагрятата бъркалка и добавете към нейното съдържание предварително претеглена проба от Mn(OAc)₂·4H₂O - ~1.9-g. Сместа трябва да се оцвети в тъмнокафяв цвят. Поставете колбата обратно върху нагрятата бъркалка и нагрявайте при разбъркване в продължение на 15 min. Сместа не трябва да кипи, което означава, че гърлото на колбата трябва да остане студено.
- 5) Отстранете колбата от нагрятата бъркалка и добавете към нейното съдържание предоставения ви 1M разтвор на LiCl в етанол (12 mL, излишък). Поставете колбата обратно върху нагрятата бъркалка и нагрявайте при разбъркване в продължение на 10 min. Сместа не трябва да кипи, което означава, че гърлото на колбата трябва да остане студено.
- 6) Като изтече времето, отстранете колбата от нагрятата бъркалка и я поставете в ледена баня в продължение на 30 min, за да кристализира продуктът. На всеки 5 min леко потъркайте със стъклената пръчка вътрешните стени на колбата под нивото на течността, за да се ускори кристализацията на (salen)MnCl_x. Първите кристали могат да се появят веднага след като започнете охлаждането или след около 10-15 минути.
- 7) Използвайте вакуум-линията, вътре в камината (съответният вентил е с надпис "Vacuum") и филтрувайте под вакуум образувания кристален продукт, като използвате малката Hirsch фуния и смукалното шише. Използвайте пластмасовата пипета, за да промиете твърдия продукт с няколко капки ацетон, без да прекъсвате

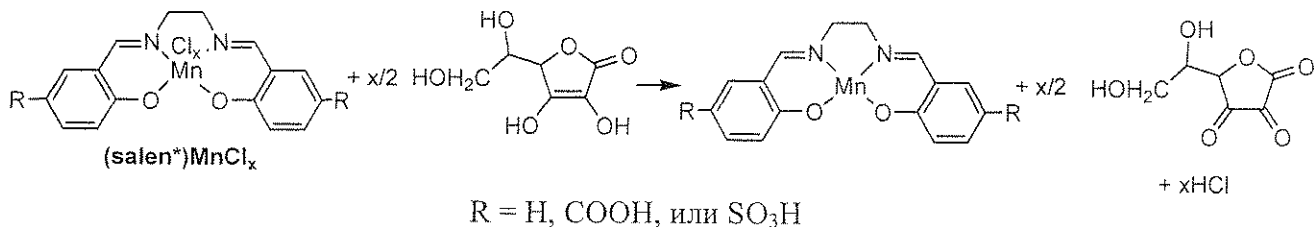
Име:

Код: BGR

вакуума. След това оставете кристалите върху филтъра при включен вакуум в продължение на 10-15 мин, за да изсъхнат на въздух.

- 8) Прехвърлете твърдия продукт в предварително претеглено шишенце с надпис "Product", след това определете и запишете неговата маса, m_p , в правоъгълното каре по-долу. Запишете също масите на следните реагенти, изп олзвани при синтеза: $(salen)H_2$, m_S , и $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$, m_{Mn} .
- 9) Поставете надписаното шишенце с продукта в пластмасов плик с цип.

Маса на празното шишенце за продукта:	_____ g
Маса на шишенцето с изсушения продукт:	_____ g
Маса на продукта, m_p :	_____ g
Маса на $(salen)H_2$ от надписа върху шишенцето (препишете от надписа), m_S :	_____ g
Маса на $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ от надписа върху шишенцето (препишете от надписа), m_{Mn} :	_____ g

В. Обемен анализ на проба от предоставения комплекс (salen*)MnCl_x**Използване на гумената круша**

- 1) Поставете крушата върху пипетата
- 2) Стиснете здраво (силно) гумената круша
- 3) Натиснете клапана със стрелка, насочена нагоре, за да засмучете разтвор в пипетата
- 4) За да излеете разтвора от пипетата в колбата, натиснете клапана със стрелка, насочена надолу

Note: Можете да използвате пипетите и бюретата без допълнителна подготовка

- 1) Отпипетирайте 10.00 mL от предоставения ви разтвор на (salen*)MnCl_x и го поставете в Ерленмайерова колба от 125 mL.
- 2) Към този разтвор прибавете 5.00 mL разтвор на аскорбинова киселина и смесете добре. Оставете разтвора да престои 3-4 минути.
- 3) За да избегнете окислението на аскорбиновата киселина от O₂, не се бавете и титрувайте разтвора веднага с разтвор на KI₃, като използвате 5 капки 1% разтвор на скорбяла (1% starch solution) като индикатор. Синият или синьо-зеленият цвят в крайната точка на титруването трябва да се задържи поне 30 sec.
- 4) Повторете титруването 1-2 пъти с цел да повишите точността на определянето, ако имате време.

Запишете резултатите от титруването(нията) в таблицата по-долу:

#	Начално показание на бюретата с разтвор на KI ₃ , mL	Крайно показание на бюретата с разтвор на KI ₃ , mL	Обем на разтвора на KI ₃ , изразходван при титруването, mL
1			
2			
3			

Име:

Код: BGR

i. Запишете обема (избран или усреднен) на разтвора на KI_3 , използван при титруването, в mL, който ще бъде използван при изчисляване на молната маса на $(salen^*)MnCl_x$:

Обем от разтвора на KI_3 , използван при изчислението: _____ mL

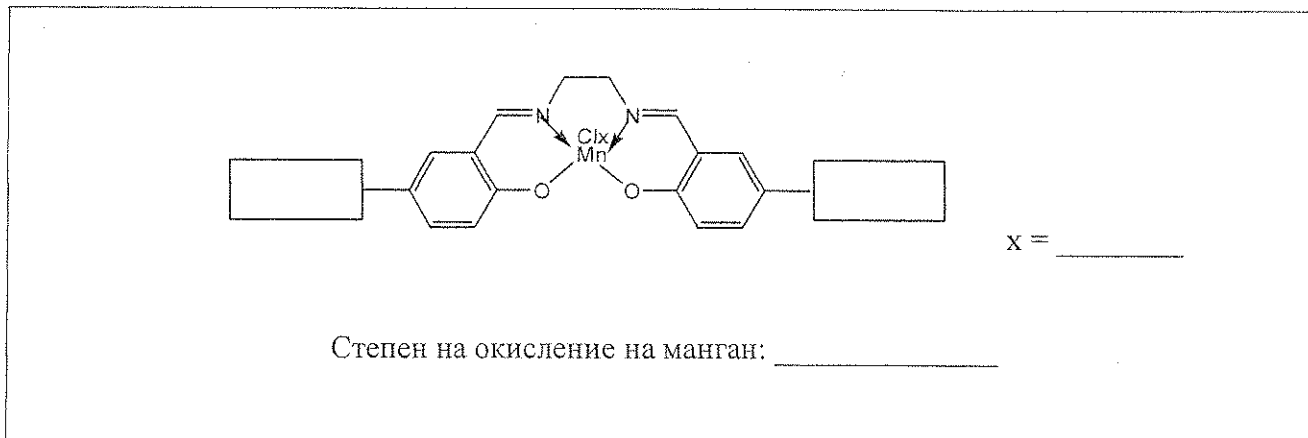
Концентрация на $(salen^*)MnCl_x$ (от етикета на бутилката): _____ mg/mL

Концентрация на аскорбинова киселина (от етикета на бутилката): _____ M

Име:

Код: BGR

ii. Използвайки резултатите от титруването и допълнителните данни в Таблицата по-долу, определете стойността на x , степента на окисление на мангана и групата-заместител R в лиганда salen (R = H, COOH, SO₃H). Запишете отговорите на съответните места по-долу:

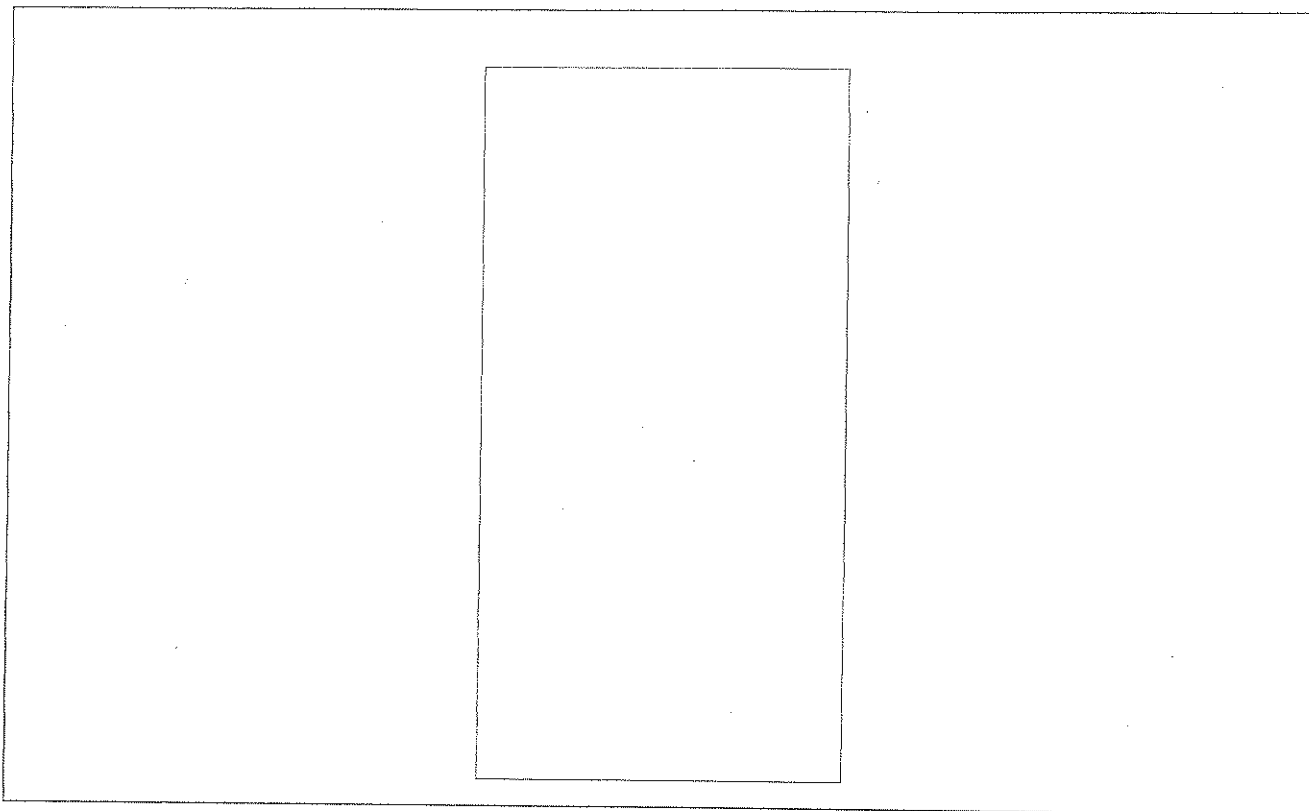


R	x	(Теоретична молна маса)/x, g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196

С. TLC характеризиране на комплекса (salen)MnCl_x

- 1) В няколко капки абсолютен етанол разтворете няколко кристалчета от комплекса (salen)MnCl_x, който сте получили, като използвате малко шишенце и пластмасова пипета за етанола.
- 2) Разтворете няколко кристалчета от (salen)H₂ в няколко капки абсолютен етанол, като използвате друго малко шишенце.
- 3) Ако е необходимо, използвайте ножица (от лаб. асистента), за да отрежете TLC плаката, така че тя да стане с подходяща височина за чашата за TLC анализа.
- 4) Сгънете или отрежете голямо кръгче филтърна хартия и я поставете вертикално в чашата, така че да заеме цялата височина на чашата. Това е необходимо, за да се насити чашата с пари на етанол. Добавете етанол в чашата, така че да се омокри филтърът и да се покрие дъното на чашата с 3-4 mm слой от разтворителя. Покрийте чашата с часовниково стъкло.
- 5) Начертайте старта.
- 6) Като използвате капилярки, нанесете на TLC плаката двата разтвора.
- 7) Поставете TLC плаката в чашата, но не допирайте лицевата ѝ страна към хартията. Покрийте чашата с часовниково стъкло. Развийте TLC плаката в продължение на 10-15 min.
- 8) Като използвате молив, означете фронта на разтворителя и цветните петна върху TLC плаката.
- 9) Изсушете на въздух TLC плаката и я поставете обратно в пластмасовия плик с цип.
- 10) Изчислете R_f стойностите за (salen)H₂ и (salen)MnCl_x.

i. Нарисувайте TLC плаката във вашия answer sheet.



ii. Определете и запишете R_f стойностите за $(salen)H_2$ и $(salen)MnCl_x$

R_f $(salen)H_2$:	_____
R_f $(salen)MnCl_x$:	_____

Когато приключите експеримента:

- Поставете течните отпадъци в контейнера с надпис **Liquid Waste**.
- Поставете използваните шишенца в контейнер с надпис **Broken Glass Disposal**.
- Поставете използваната стъклария обратно в съответните кутии “Kit #2”, “Kit #3” и “Kit #4”.