



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Instruktioner (Opgave 1)

- Denne prøve består af 10 sider til praktisk prøve 1 samt svarark.
- Du har 15 minutter til at læse disse sider før du skal begynde på eksperimentet.
- Du har **2 timer og 15 minutter** til at færdiggøre **praktisk prøve 1**.
- Du må først begynde når der bliver sagt **START**. Du **skal** stoppe så snart der bliver sagt **STOP**. Hvis du ikke stopper indenfor højst 5 minutter vil du miste alle dine point for den praktiske prøve. Når der er blevet sagt **STOP**, **skal** du blive på din plads. En supervisor vil så komme og checke dit laboriebord. Følgende ting skal efterlades på **dit laboriebord**:
 - opgaven / svararkene (dette papir)
- Du skal følge de **sikkerhedsregler** der er angivet i IChO reglerne dvs. normale sikkerhedsregler. Du skal enten bære sikkerhedsbriller eller dine egne briller– hvis de er blevet godkendt– når du er i laboratoriet. Du kan **vælge** at anvende engangshandsker når du arbejder med kemikalier.
- Du kun vil kun få **én advarsel** fra laboratoriesupervisoren, hvis du bryder sikkerhedsreglerne. Hvis du bryder reglerne **en gang til** vil du blive smidt ud af den praktiske prøve uden point.
- Tøv ikke med at kontakte laboriebordet, hvis du har sikkerhedsspørgsmål eller hvis du har behov for at forlade laboratoriet.
- Du må kun anvende den plads, der er markeret som dit område.
- Brug kun den udleverede kuglepen ikke en blyant til at skrive svarene.
- Til udregningerne skal du anvende den udleverede lommeregner.
- Alle resultater skal skrives i de dertil givne steder på svararkene. Resultater skrevet andre steder bliver ikke bedømt. Har du brug for kladdepapir så anvend bagsiderne.
- Brug beholderen mærket “**Used Vials**” til de lukkede vials med reaktionsblandinger.
- Brug beholderen mærket “**Liquid Waste**” til flydende affald.
- Brug beholderen mærket “**Broken Glass Disposal**” til evt. Ampul rester.
- Kemikalier og andre laboriebordvarer vil blive **genfyldt eller udskiftet** uden at det koster noget, men **kun første gang**. Ved evt. efterfølgende gange bliver du trukket **1 point** af de mulige 40 point der er i den praktiske prøve.
- Den officielle engelske version af prøven kan udleveres på forlangende, men kun til gennemsyn.

Kemikalier og apparatur (Opgave 1)

Kemikalier (den faktiske mærkning på hver beholder er angivet med fed)

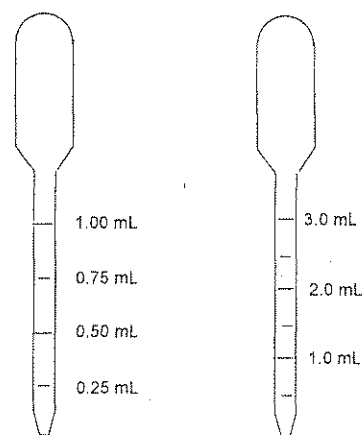
	Risikosætninger ⁺	Sikkerhedssætninger ⁺
~2 M HCl, * opløsning i vand, 50 mL i en flaske	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI ₃ , * opløsning i vand, 10 mL i en flaske, mærket "I ₂ ".		
Acetone, (CH ₃) ₂ CO, M = 58,08 g mol ⁻¹ , densitet = 0,791 g mL ⁻¹ , 10,0 mL i en vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d ₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64,12 g mol ⁻¹ , densitet = 0,872 g mL ⁻¹ , 3,0 mL i en ampul	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Se side 3 for definitioner af Risiko- og sikkerhedssætninger.

* Den præcise stofmængdekonzentration er angivet på etiketten. Stofmængdekonzentrationen er angivet foran navnet på forbindelsen.

Apparatur – Sæt #1 (Kit #1)

- En flaske med destilleret vand
- Femten 20-mL skruelågs glas vials med Teflon skruelåg
- Ti 1-mL polyethylen engangspipetter inddelt med 0,25 mL trin (se figuren til højre).
- Ti 3-mL polyethylen engangspipetter inddelt med 0,50 mL trin (se figuren til højre).
- Et stopur



Risiko- og sikkerhedssætninger (Opgave 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

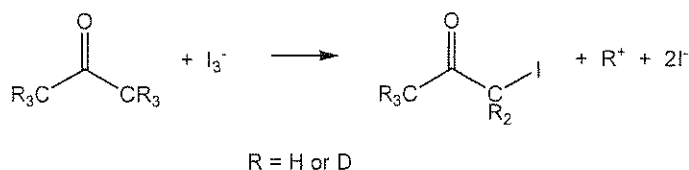
Opgave 1**18% af det totale**

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

Kinetik, isotopeffekt og iodinerings af acetone

Indenfor både katalyse og syntese er udledning af reaktionsmekanismen vigtig, hvis man vil forstå reaktionen. Et af de bedste værktøjer til at studere reaktionsmekanismen er kinetik. Her afhænger reaktionshastighederne af reaktanterne på en måde, der følger direkte af hastighedsudtrykket. Et andet godt værktøj er isotopsubstituerede molekyler. Isotopsubstituerede molekyler udviser sammenlignelig reaktivitet, men der er en smule forskel på den præcise reaktionshastighed, på grund af forskellen i isotopmasse.

I denne opgave skal du bruge både kinetik og isotopeffekt til at studere iodinerings af acetone i en sur vandig opløsning:



Reaktionen har følgende hastighedsudtryk

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

hvor du selv skal bestemme hastighedskonstanten k og de heltallige reaktionsordener m , n og p . Du skal også sammenligne reaktiviteten af acetone og acetone- d_6 , hvor seks protiumatomer (^1H) er blevet skiftet ud med deuterium ($^2\text{H}=\text{D}$), samt bestemme den kinetiske isotopeffekt ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) for reaktionen. Herefter skal du drage nogle fornuftige konklusioner omkring reaktionsmekanismen.

Læs HELE beskrivelsen af denne opgave før du starter med at arbejde, og husk at tænke dig grundigt om før du blander.

Procedure

Reaktionshastigheder afhænger af temperaturen. Noter temperaturen i rummet hvor du arbejder (spørg en af hjælperne). Du er så uheldig at stå lige ved siden af airconditionanlægget, men du kan prøve at spørge om det må slukkes eller skrues ned:

°C

Sådan bruger du det digitale stopur

- (1) Tryk på [MODE]-knappen indtil der står **COUNT UP** i displayet.
- (2) Tryk på [START/STOP] for at starte tidtagningen.
- (3) Du stopper tidtagningen ved at trykke på [START/STOP] igen.
- (4) For at starte forfra trykkes på [CLEAR].

Fremgangsmåde

Overfør voluminer, som du selv skal bestemme, af henholdsvis saltsyre, destilleret vand og kaliumtriiodidopløsning (markeret "I₂") til reaktionsbeholderen. Acetone tilsættes som det sidste hvorved reaktionen straks går i gang. Herefter skal du hurtigt starte timeren, lukke beholderen, omryste den én gang hurtigt, og så sætte den på et hvidt underlag. Husk at skrive ned hvor meget af hver du har brugt i tabellen i (a). Når du blander og udfører reaktionen skal du prøve at undgå at varme beholderen op med hænderne. Hold derfor på glasset over væskegrænsen. Reaktionen kan følges visuelt ved at holde øje med hvornår den gul-brune triiodidion-farve forsvinder. Nedskriv hvor længe der går før farven er forsvundet. Efter endt reaktion skal du sætte reaktionsbeholderen væk (fx mod væggen), og sørge for at den bliver ved med at være lukket, da iodoacetonedampe er træls for dine øjne.

Reaktanterne i den endelige reaktionsblanding skal være fortyndet til de givne koncentrationsintervaller (du behøver ikke at afprøve hele intervallet):

[H⁺]: Mellem 0,2 og 1,0 M

[I₃⁻]: Mellem 0,0005 og 0,002 M

[acetone]: Mellem 0,5 og 1,5 M

Gentag nogle gange, hvor du kun ændrer koncentrationen af reagenser. Nedskriv koncentrationerne i tabellerne i (c).

Hint: Variér kun én koncentration ad gangen.

Efter at du er færdig med at studere reaktionen med acetone, skal du også kort teste reaktionen med acetone- d_6 . Bemærk, at hvor du har masser af normal acetone, har du kun 3,0 mL acetone- d_6 at gøre gode med (fordi det er ret dyrt). Derfor vil du også få et strafpoint, hvis **DU** har keglet og derfor behøver mere. **Når du skal bruge dette reagens skal du række hånden i vejret og bede din laboratoriebarne pige åbne ampullen for dig.** Reaktioner med deuteriumsubstituerede molekyler er generelt langsommere end protiumsubstituerede molekyler. Det er derfor anbefalelsesværdigt at bruge blandingsforhold, der giver en hurtig reaktion når du arbejder med $(CD_3)_2CO$.

Når du er færdig:

- Tøm vandflasken og placér den i "Kit #1"-kassen sammen med eventuelt ubrugt udstyr.
- Brugte pipetter og lukkede reaktionsbeholdere skal i mærkede kasser i stinkskalet.
- Ødelagt glasudstyr samt resterne af ampullen skal i **Broken Glass Disposal**

Du må godt rydde op *efter* at der er sagt STOP.

Navn:

Code: DNK-

a. $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$. Nedskriv de brugte volumener og reaktionstid for acetone-reaktionen her. *Du bestemmer selv antallet af reaktioner.*

Reaktion #	Volumen HCl opløsning, mL	Volumen H_2O , mL	Volumen I_3^- opløsning ("I ₂ "), mL	Volumen $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	Tid før I_3^- er væk, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$. Nedskriv de brugte volumener og reaktionstid for acetone- d_6 -reaktionen her. *Du bestemmer selv antallet af reaktioner.*

Reaktion #	Volumen HCl opløsning, mL	Volumen H_2O , mL	Volumen I_3^- opløsning, mL	Volumen $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	Tid før I_3^- er væk, s
1d					
2d					
3d					
4d					

c. Brug de følgende tabeller til at udregne koncentrationer og gennemsnitshastigheder for dine reaktioner. Antag, at volumenet af hver reaktionsblanding, er summen af volumenerne af de ting, du har puttet derned. **Du behøver ikke nødvendigvis bruge alle dine reaktioner i udregningen af k** (det sker i del e og f), og du skal derfor hakke af om du har brugt den eller ej.

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

Reaktion #	Start $[\text{H}^+]$, M	Start $[\text{I}_3^-]$, M	Start $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	Gennemsnitlig hastighed for I_3^- 's forsvinden, $\text{M}\cdot\text{s}^{-1}$.	Har du brugt det til at udregne k_{H} ?	
					Ja	Nej
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"/>

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

Reaktion #	Start $[\text{H}^+]$, M	Start $[\text{I}_3^-]$, M	Start $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	Gennemsnitlig hastighed for I_3^- 's forsvinden, $\text{M}\cdot\text{s}^{-1}$.	Har du brugt det til at udregne k_{H} ?	
					Ja	Nej
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"/>

Navn:

Code: DNK

d. Angiv de heltallige reaktionsordener for acetone, triiodid og hydron.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Udregn hastighedskonstanten, k_H , for reaktionen med acetone, $(CH_3)_2CO$, og husk at skrive enhed på.

$k_H =$

f. Udregn hastighedskonstanten, k_D , for reaktionen med acetone- d_6 , $(CD_3)_2CO$, (husk enhed) og udregn værdien af k_H/k_D (den kinetiske isotopeffekt).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

g. Nu hvor du har regnet kinetik og isotopeffekt, skal du drage nogle fornuftige konklusioner omkring reaktionsmekanismen. Nedenfor er vist reaktionsmekanismen for iodinerings af acetone. Kun ét trin er det hastighedsbestemmende trin (rate-determining step, R.D.S.), og alle forudgående trin kan antages at være i en ligevægt, der ligger langt forskudt mod venstre.

Skemaet udfyldes i to etaper:

For hver række i tabellen skal du, i første kolonne, afgøre om dit *eksperimentelt bestemte hastighedsudtryk* (fra **d**) er i overensstemmelse med, at det trin **kan være** hastighedsbestemmende. Hvis du mener at det er tilfældet, skal du sætte et hak (✓) i den første kolonne, og ellers et **X**.

I den anden kolonne skal du afgøre, om din *eksperimentelt bestemte kinetiske isotopeffekt* (fra **f**) er i overensstemmelse med at det pågældende trin **kan være** hastighedsbestemmende. Hvis du mener at det er tilfældet, skal du sætte et hak (✓) i den anden kolonne, og ellers et **X**.

	Hastighedsbestem- mende trin?	Udviser isotopeffekt?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

Instruktioner (Opgave 2)

- Denne prøve består af 13 sider til praktisk prøve 2, et periodisk system samt svarark
- Du har 15 minutter til at læse disse sider før du skal begynde på eksperimentet.
- Du har **2 timer og 45 minutter** til at færdiggøre **praktisk prøve 2**. Husk i din planlægning, at et af trinene i prøven vil tage 30 minutter.
- Du må først begynde når der bliver sagt **START**. Du **skal** stoppe så snart der bliver sagt **STOP**. Hvis du ikke stopper indenfor højst 5 minutter vil du miste alle dine point for den praktiske prøve. Når der er blevet sagt **STOP**, **skal** du blive på din plads. En supervisor vil så komme og checke dit laboratorieborde. Følgende ting skal efterlades på **dit laboratorieborde**:

opgaven / svararkene (dette papir)

En TLC-plade i en luk-letpose forsynet med student code

Vialen mærket "Product"

- Du skal følge de **sikkerhedsregler** der er angivet i IChO reglerne dvs. normale sikkerhedsregler. Du skal enten bære sikkerhedsbriller eller dine egne briller – hvis de er blevet godkendt– når du er i laboratoriet. Du skal anvende den udleverede pipettebold, når du skal afpipettere. Du kan **vælge** at anvende engangshandsker når du arbejder med kemikalier.
- Du kan kun få **én advarsel** fra laboratoriesupervisoren, hvis du bryder sikkerhedsreglerne. Hvis du bryder reglerne **en gang til** vil du blive smidt ud af den praktiske prøve uden point.
- Tøv ikke med at kontakte laboratorieassistenten, hvis du har sikkerhedsspørgsmål eller hvis du har behov for at forlade laboratoriet.
- Du må kun anvende den plads, der er markeret som dit område.
- Brug kun den udleverede kuglepen og ikke en blyant til at skrive svarene.
- Til udregningerne skal du anvende den udleverede lommeregner.
- Alle resultater skal skrives i de dertil givne steder på svararkene. Resultater skrevet andre steder bliver ikke bedømt. Har du brug for kladdepapir så anvend bagsiderne..
- Brug beholderen mærket "**Broken Glass Disposal**" til brugte vials.
- Brug beholderen mærket "**Liquid Waste**" til flydende affald
- Kemikalier og andre laboratorievarer vil blive **genfyldt eller udskiftet** uden at det koster noget, men **kun første gang**. Ved evt. efterfølgende gange bliver du trukket **1 point** af de mulige 40 point der er i den praktiske prøve.
- Den officielle engelske version af prøven kan udleveres på forlangende, men kun til gennemsyn

Navn: _____

Code: DNK

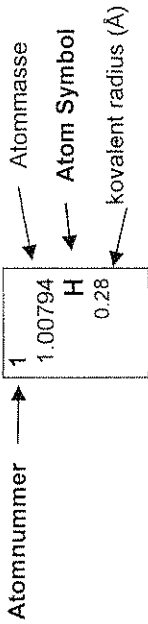
1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He 1.40
2	3	6.941 Li	12	24.3050 Mg	17	9	18.9984 F 0.64
3	11	22.9898 Na	13	28.0855 Al	16	8	15.9994 O 0.66
4	19	39.0983 K	20	40.078 Ca	15	7	14.0067 N 0.70
5	37	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	14	6	12.011 C 0.77
6	55	132.905 Cs	56	137.327 Ba	13	5	10.811 B 0.89
7	87	(223.02) Fr	88	(226.03) Ra 2.25	12	31	69.723 Ga

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He 1.40	
3	6.941 Li	12	24.3050 Mg	17	9	18.9984 F 0.64	10	20.1797 Ne 1.50
11	22.9898 Na	13	28.0855 Al	16	8	15.9994 O 0.66	18	39.948 Ar 1.80
19	39.0983 K	20	40.078 Ca	15	7	14.0067 N 0.70	36	83.80 Kr 1.90
37	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	14	6	12.011 C 0.77	54	131.29 Xe 2.10
55	132.905 Cs	56	137.327 Ba	13	5	10.811 B 0.89	86	(222.02) Rn 2.20
87	(223.02) Fr	88	(226.03) Ra 2.25	12	31	69.723 Ga	118	(294) Uuo

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He 1.40	
3	6.941 Li	12	24.3050 Mg	17	9	18.9984 F 0.64	10	20.1797 Ne 1.50
11	22.9898 Na	13	28.0855 Al	16	8	15.9994 O 0.66	18	39.948 Ar 1.80
19	39.0983 K	20	40.078 Ca	15	7	14.0067 N 0.70	36	83.80 Kr 1.90
37	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	14	6	12.011 C 0.77	54	131.29 Xe 2.10
55	132.905 Cs	56	137.327 Ba	13	5	10.811 B 0.89	86	(222.02) Rn 2.20
87	(223.02) Fr	88	(226.03) Ra 2.25	12	31	69.723 Ga	118	(294) Uuo

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He 1.40	
3	6.941 Li	12	24.3050 Mg	17	9	18.9984 F 0.64	10	20.1797 Ne 1.50
11	22.9898 Na	13	28.0855 Al	16	8	15.9994 O 0.66	18	39.948 Ar 1.80
19	39.0983 K	20	40.078 Ca	15	7	14.0067 N 0.70	36	83.80 Kr 1.90
37	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	14	6	12.011 C 0.77	54	131.29 Xe 2.10
55	132.905 Cs	56	137.327 Ba	13	5	10.811 B 0.89	86	(222.02) Rn 2.20
87	(223.02) Fr	88	(226.03) Ra 2.25	12	31	69.723 Ga	118	(294) Uuo

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He 1.40	
3	6.941 Li	12	24.3050 Mg	17	9	18.9984 F 0.64	10	20.1797 Ne 1.50
11	22.9898 Na	13	28.0855 Al	16	8	15.9994 O 0.66	18	39.948 Ar 1.80
19	39.0983 K	20	40.078 Ca	15	7	14.0067 N 0.70	36	83.80 Kr 1.90
37	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	14	6	12.011 C 0.77	54	131.29 Xe 2.10
55	132.905 Cs	56	137.327 Ba	13	5	10.811 B 0.89	86	(222.02) Rn 2.20
87	(223.02) Fr	88	(226.03) Ra 2.25	12	31	69.723 Ga	118	(294) Uuo



57	138.906 La 1.87	58	140.115 Ce 1.83	59	140.908 Pr 1.82	60	144.24 Nd 1.81	61	144.91 Pm 1.83	62	150.36 Sm 1.80	63	151.965 Eu 2.04	64	157.25 Gd 1.79	65	158.925 Tb 1.76	66	162.50 Dy 1.75	67	164.930 Ho 1.74	68	167.26 Er 1.73	69	168.934 Tm 1.72	70	173.04 Yb 1.94	71	174.04 Lu 1.72
89	(227.03) Ac 1.88	90	232.038 Th 1.80	91	231.036 Pa 1.56	92	238.029 U 1.38	93	(237.05) Np 1.55	94	(244.06) Pu 1.59	95	(243.06) Am 1.73	96	(247.07) Cm 1.74	97	(247.07) Bk 1.72	98	(251.08) Cf 1.99	99	(252.08) Es 2.03	100	(257.10) Fm	101	(258.10) Md	102	(259.1) No	103	(260.1) Lr

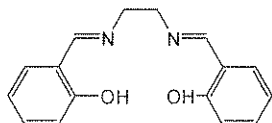
Kemikalier og udstyr (Opgave 2)

Kemikalier og materialer (den faktiske mærkning på hver beholder er angivet med fed skrift)

	Risikosætninger ⁺	Sikkerhedssætninger ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1,0 g ^b i en vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O , ~1,9 g ^b i en vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1M opløsning i ethanol, 12 mL i en flaske	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 mL i en flaske	R11	S7 S16
Acetone, (CH₃)₂CO , 100 mL i en flaske	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 mL af en ~3,5 mg/mL ^b opløsning i en flaske		
KI ₃ , ~0,010 M opløsning i vand, ^b 50 mL i en flaske, mærket "I ₂ ".		
Ascorbic acid , ~0,030 M opløsning af ascorbinsyre i vand, ^b 20 mL i en flaske		
1% Starch , opløsning af stivelse i vand, 2 mL i en flaske		
TLC plate – én 5 cm × 10 cm TLC-plade i en plastik luk-let pose		

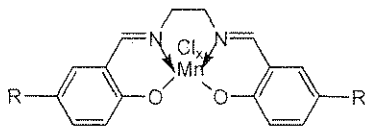
⁺ Se side 14 for definitionen på Risiko- og Sikkerhedssætninger.

^a (salen)H₂:



^b Den præcise værdi er angivet på flasken.

^c (salen*)MnCl_x (begge R grupper er ens og kan være enten H, COOH eller SO₃H):



Udstyr**Til fælles brug: Vægt**

- To **stativer** med **klemmer**, som befinder sig i stinkskalet mærket med din code
- En varmeplade med magnetomrøring
- En **300 mm lineal**
- En blyant

Sæt #2 (kit #2):

- To **250 mL koniske kolber** (en til syntese, og en til krystallisering)
- Et **måleglas**, 50 mL
- En **20 mm lang ægge-formet omrørmagnet**
- En **sugefiltertragt**
- **Rundt filterpapir** til sugefiltertragt og til TLC kammer
- En **125 mL sugeflaske** til vacuum filtrering
- **Gummiadaptor** til sugeflaske
- Et **0,5 L plastik isbad**
- En **glaspind**
- To **1 mL engangs-pipetter** (se tegningen til højre)
- En **plastikspatel**
- En tom **4 mL "luk-let" vial** mærket "Product" til reaktionsproduktet

**Sæt #3 (kit #3):**

- Tre tomme **små skruelågs vials** (til TLC opløsninger)
- Ti korte **kapillarrør (100 mm)** til at påsætte pletter på TLC-pladen
- Et **urglas** (til TLC-kammeret)
- Et **250 mL bægerglas** til TLC-kammer

Sæt #4 (kit #4):

- En **25 mL burette**, som er samlet og klar til brug
- En lille **plastik tragt**
- Fire **125 mL koniske kolber**
- En pipettebold i gummi
- En **10 mL fuldpipette**
- En **5 mL fuldpipette**

Risiko- og Sikkerhedssætninger (Opgave 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.

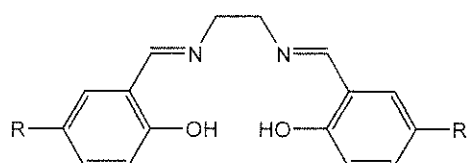
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

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

Opgave 2**22% ud af det totale****Syntese af et salen-mangan kompleks, og bestemmelse af sammensætningen af produktet**

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

Overgangsmetal-komplekser af grundstofferne i 3d-blokken afledt af bis(salicyliden)ethylendiamin (salen) ligander har vist sig at være effektive katalysatorer af diverse redoxreaktioner indenfor organisk syntese.



(salen)H₂, R = H

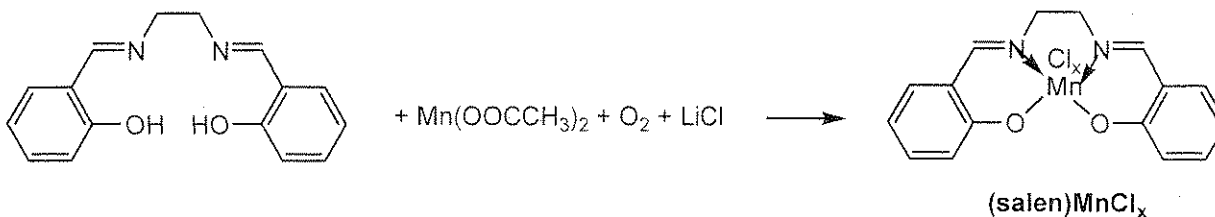
(salen*)H₂, R = H, COOH, eller SO₃H

Salenliganden's evne til at stabilisere høje oxidationstrin af grundstoffer i 3d-blokken, er vigtig i denne type kemi. I særdeleshed kan forbindelser med mangan i oxidationstrin fra +2 til +5 dannes ved at variere reaktionsbetingelserne under hvilke mangan-salen komplekset dannes.

I denne opgave skal du fremstille et mangan salen kompleks ved at reagere (salen)H₂ med mangan(II) acetat i ethanol i luft og under tilstedeværelsen af lithium chlorid. Under disse betingelser kan du få dannet et kompleks med bruttoformlen (salen)MnCl_x, hvor x = 0, 1, 2, eller 3.

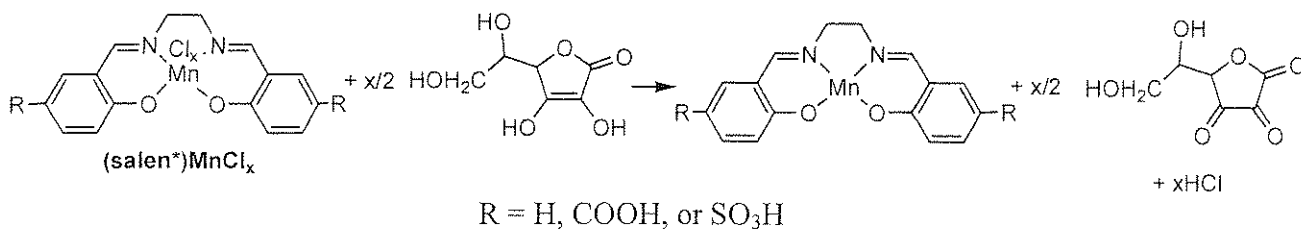
Du skal 1) bestemme massen af produktet, 2) karakterisere renheden af dit produkt ved at bruge tyndtlagschromatografi (TLC), og 3) bestemme oxidationstallet for metallet i komplekset ved en iodometrisk redox titrering. Til redoxtitreringen får du en opløsning af en tidligere fremstillet analog af din forbindelse, hvori mangan har samme oxidationstal som i dit produkt. Her kan substituenten på benzenringen dog enten være H, COOH eller SO₃H.

START med at læse hele beskrivelsen af denne opgave, og planlæg dit arbejde grundigt inden du går i gang. Du er nødt til at håndtere flere ting samtidigt for at kunne nå det.

Fremgangsmåde:**A. Syntese af (salen)MnCl_x**

- 1) Gem 2-3 krystaller af din (salen)H₂ i den lille vial, som du skal bruge til TLC-eksperimentet senere. Dette påvirker ikke den angivne masse.
- 2) Overfør alt det forvejede ~1,0 g af (salen)H₂, som du har fået udleveret, til en 250 mL konisk kolbe sammen med en omrøremagnet. Tilsæt 35 mL ethanol.
- 3) Placer kolben på varmepladen, og opvarm indholdet under omrøring indtil det faste stof opløses (Dette sker formentlig først når ethanolen næsten koger). Find herefter en indstilling på varmepladen, der gør at opløsningen holder sig tæt på, men under kogepunktet. Kog ikke opløsningen, da kolbens hals i så fald bliver varm og du brænder nallerne. Skulle det alligevel ske, så brug en papirserviet til at holde ved kolben.
- 4) Fjern kolben fra varmepladen, og tilsæt en forvejet portion Mn(OAc)₂ · 4H₂O på ca. 1,9 g. Der vil nu dannes en mørk brun farve. Stil kolben tilbage på varmepladen med det samme, og fortsæt opvarmningen og omrøringen i 15 minutter. Kog ikke blandingen ligesom før, så du kan holde på kolbens hals.
- 5) Fjern kolben fra varmepladen og tilsæt den givne opløsning af 1M LiCl i ethanol (12 mL, dvs. overskud). Stil igen kolben tilbage på varmepladen, og fortsæt opvarmningen og omrøringen i 10 min. Kog igen ikke blandingen, så du kan holde på kolbens hals.
- 6) Efter denne tid er gået, fjernes kolben fra varmepladen, og placeres i et isbad i 30 minutter, således at produktet krystalliserer. Hvert 5. minut skræbes forsigtigt på indersiden af kolben med glaspinden for at øge hastigheden hvormed krystalliseringen af (salen)MnCl_x sker. Krystallerne kan fremkomme omgående når du køler, eller i løbet af de første 10-15 minutter.
- 7) Sugfiltrér de dannede krystaller fra ved at bruge den lille sugefiltertragt og sugokolbe. Brug vakuum-suget, der befinder sig i stinkskalet (suget tændes på hanen mærket "Vacuum"). Vask nu det faste stof med ganske få dråber acetone mens du beholder suget tændt. Tør herefter produktet ved at efterlade produktet på filteret med suget tændt i 10-15 minutter.
- 8) Overfør det faste produkt til en vial mærket "Product", som du har vejlet på forhånd. Bestem og noter da dets masse, m_p , i svarboksen nedenunder. Noter også massen af de følgende reagenser, som du har anvendt i syntesen: (salen)H₂, m_S , og Mn(OOCCH₃)₂ · 4H₂O, m_{Mn} .
- 9) Placer den mærkede vial med dit produkt i en luk-let pose.

Massen af den tomme vial til produktet:	_____	g
Massen af din vial med dit tørrede produkt:	_____	g
Massen af produktet, m_p :	_____	g
Massen af (salen) H_2 (kig på mærkatet på din vial), m_S :	_____	g
Massen af $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ (kig på mærkatet på din vial), m_{Mn} :	_____	g

B. Titreringsanalyse af en givet mængde (salen*)MnCl_x

BEMÆRK: Buretten skal **IKKE** skylles, men kun fyldes, inden brug, da du nok får brug for alt den titrator du har til rådighed.

Sugebolde

- 1) Put sugebolde på en pipette.
- 2) Tryk let og fast på sugebolde
- 3) Vil du suge op i pipetten, tryk på pil op.
- 4) Vil du lade opløsning falde ned, tryk på pil ned

- 1) Udtag 10.00 mL af den givne (salen*)MnCl_x opløsning i en 125 mL konisk kolbe ved at anvende en fuld pipette.
- 2) Tilsæt 5.00 mL af ascorbinsyreopløsningen til denne opløsning ved at anvende en fuld pipette, og bland det grundigt. Lad reaktionen forløbe i 3-4 minutter.
- 3) Herefter titreres opløsningen omgående, for at undgå oxidation af ascorbinsyre med O₂ fra luften. Titrer med den givne KI₃ opløsning med 5 dråber 1% stivelse som indikator. Det blå eller blå-grønne slutpunkt, skal være mindst 30 sekunder.
- 4) Hvis tiden tillader det, gentages titreringen 1-2 gange.

Noter resultaterne af titreringerne i tabellen nedenfor:

#	startvolumen i buretten af KI ₃ opløsning, mL	Slutvolumen i buretten af KI ₃ opløsning, mL	Volumenet af KI ₃ opløsning forbrugt, mL
1			
2			
3			

Navn:

Code: DNK

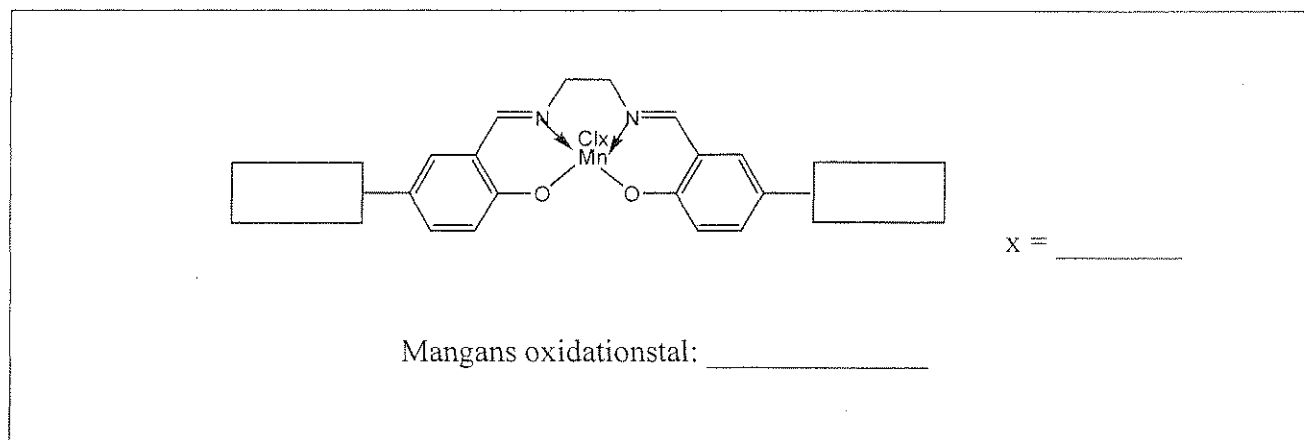
i. Noter tydeligt hvilket volumen (udvalgt eller et gennemsnit af udvalgte titreringer) KI_3 opløsning, som du vil bruge i beregningerne for molarmasse af (salen*) MnCl_x :

Volumen KI_3 opløsning anvendt i beregningerne: _____ mL

Koncentrationen af (salen*) MnCl_x (kig på flasken): _____ mg/mL

Koncentrationen af ascorbinsyre (kig på flasken): _____ M

ii. Ved hjælp af dine titrerresultater, og tabellen nedenunder, skal du udlede substituenten på salen liganden (R = H, COOH, SO₃H), værdien af x og dermed oxidationstallet for mangan. Vis dem i skemaet nedenfor:



R	x	<i>M</i> /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

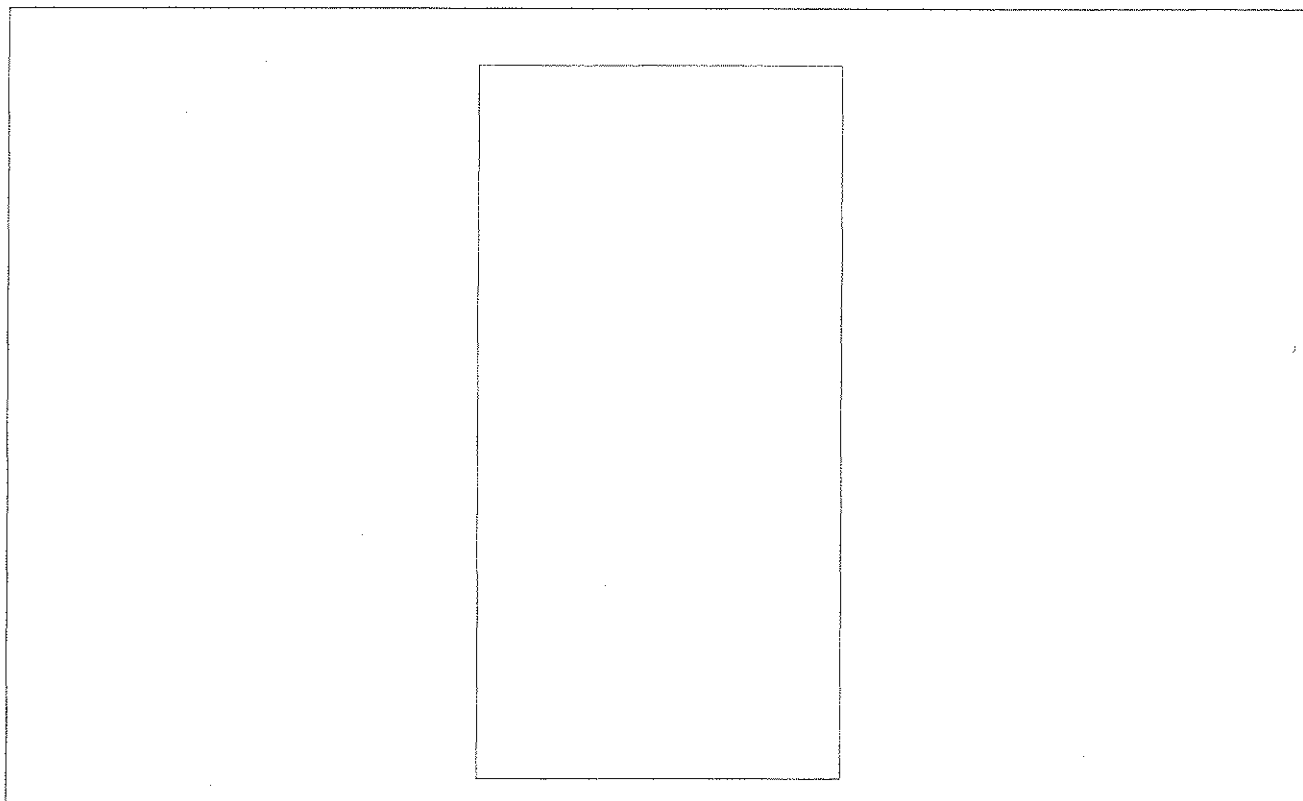
C. TLC karakterisering af (salen) $MnCl_x$

- 1) Opløs et par krystaller af den (salen) $MnCl_x$, som du har fremstillet i et par dråber ethanol ved at bruge en lille vial og en engangspipette.
- 2) Opløs et par krystaller af (salen) H_2 i et par dråber ethanol i en anden lille vial.
- 3) Har du behov for at skære TLC-pladen til, så højden passer til dit TLC-kammer, kan du bruge en saks (som du får fra din laboratoriebarne pige).
- 4) Fold eller beskær et af de store stykker filterpapir, og placer det i bægerglasset så det fylder i næsten hele højden af bægerglasset. Dette er nødvendigt for at sikre at kammeret mættes med ethanoldampe. Tilsæt ethanol, så filteret vædes og så bunden dækkes med 3-4 mm ethanol. Luk bægerglasset ordentligt med et urglas. Lad TLC-kammeret være tildækket med et urglas i 10 minutter inden brug.
- 5) Markér startlinien.
- 6) Placer prikker af begge opløsninger på TLC-pladen med de givne kapillarrør.
- 7) Eluér din TLC-plade i TLC-kammeret.
- 8) Marker hvor langt solventet er nået og de farvede prikker på TLC-pladen med en blyant.
- 9) Tør TLC-pladen i luft, og læg den tilbage i luk-let posen.
- 10) Udregn R_f værdien for både (salen) H_2 og (salen) $MnCl_x$.

Navn:

Code: DNK

i. Tegn TLC-pladen herunder:



ii. Bestem og noter R_f værdierne for (salen) H_2 og (salen) $MnCl_x$

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

Når du er færdig med alt:

- Anbring alt væskeaffald i beholderne mærket **Liquid Waste**.
- Anbring brugte vials i en beholder mærket **Broken Glass Disposal**.
- Anbring brugt glasudstyr i de passende bokse mærket "Kit #2", "Kit #3" and "Kit #4".

Du må ikke rydde op efter STOP-kommandoen er givet