

Ohjeet (Tehtävä 1)

- Tehtävä 1 sisältää 10 sivua (kysymykset ja vastausalueet).
- Sinulla on 15 minuuttia aikaa lukea työohjeita ennen työskentelyn aloittamista.
- **Tehtävään 1** on varattu aikaa **2 tuntia 15 minuuttia**.
- Aloita vasta, kun **START**-komento annetaan. Lopeta työskentely välittömästi, kun **STOP**-komento annetaan. Viiden minuutin viivytys työskentelyn lopettamisessa johtaa kokeellinen työn hylkäämiseen. Odota paikallasi **STOP**-komennon jälkeen. Valvoja tarkistaa työpisteesi. **Työpisteelle tulee jättää:**

Tehtävä/vastausvihkonen (tämä vihkonen)

- Sinun tulee noudattaa IChO:n säännöissä mainittuja **turvallisuusohjeita**: Laboratoriossa on käytettävä **suojalaseja**. Voit käyttää **suojakäsineitä** käsitellessäsi kemikaaleja.
- Valvoja antaa vain **YHDEN VAROITUKSEN**, jos rikot turvallisuussääntöjä. Toinen rikkomus johtaa laboratoriosta poistamiseen ja käytännön kokeen hylkäämiseen.
- Älä epäröi kysyä valvojan apua, jos sinulla on kysyttävää turvallisuusasioista tai sinun on poistuttava laboratoriosta.
- Saat työskennellä vain sinulle osoitetussa työpisteessä.
- Käytä vain annettua kuulakärkikynää (ei lyijykynää) vastausten kirjoittamiseen.
- Käytä annettua laskinta.
- Kaikki vastaukset tulee kirjoittaa niille varatuille vastausalueille. Muualle kirjoitettuja vastauksia ei arvostella. Voit käyttää papereiden kääntöpuolia suttupaperina.
- Suljetut näyteputkilot, joissa on reagensseja, voidaan hävittää astiaan **“Used Vials”**.
- Jäteliuokset voidaan hävittää astiaan **“Liquid Waste”**.
- Ampullin osat voidaan hävittää astiaan **“Broken Glass Disposal”**.
- Saat **yhden kerran lisää kemikaalia tai uuden työvälineen** ilman pistemenetyksiä. Seuraavista kerroista seuraa **yhden pisteen menetys** käytännön kokeen kokonaispistemäärästä (40 pistettä).
- Kokeen virallinen englanninkielinen versio on saatavilla pyydetessä vain selvennykseksi.

Kemikaalit ja välineet (Tehtävä 1)

Kemikaalit ja materiaalit (kunkin pakkauksen etiketin teksti on alla lihavoituna)

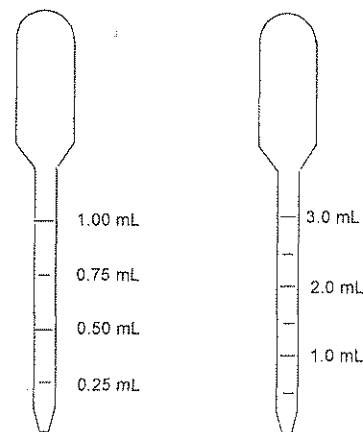
	Vaaralausekkeet ⁺	Turvalausekkeet ⁺
~2 M HCl, * vesiliuos, 50 ml pullossa	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI ₃ , * vesiliuos, 10 ml pullossa, joka on merkitty "I ₂ ".		
Asetoni, (CH ₃) ₂ CO, M = 58,08 g mol ⁻¹ , tiheys = 0,791 g ml ⁻¹ , 10,0 ml näyteputkilossa	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d ₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64,12 g mol ⁻¹ , tiheys = 0,872 g ml ⁻¹ , 3,0 ml ampullissa	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Sivulta 3 löydät vaara- ja turvalausekkeiden selitykset.

* Tarkka arvo lukee etiketissä.

Välineet- Kit #1

- Lasipullo, jossa on tislattua vettä
- 15 kpl 20 ml:n näyteputkiloa, joissa on Teflon-päällysteiset kierrekorkit
- 10 kpl 1 ml:n polyetyleenipipettiä (mitta-asteikko 0,25 ml, piirros oikealla).
- 10 kpl 3 ml:n polyetyleenipipettiä (mitta-asteikko 0,5 ml, piirros oikealla).
- Digitaalinen ajastin (stopwatch)



Nimi:

Koodi: FIN

Vaara- ja turvalausekkeet (Tehtävä 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

Tehtävä 1**18% kokonaispistemäärästä**

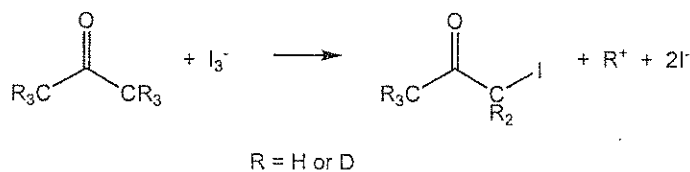
a	b	c	d	e	f	g	Tehtävä 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

Asetonin jodaamisen reaktiokinetiikka, isotooppiefekti ja mekanismi

Kemiallisten reaktioiden mekanismien tunteminen on edellytys katalyyysin ja synteesireaktioiden ymmärtämiselle. Yksi tehokkaimmista tavoista tutkia mekanismeja on reaktiokinetiikka, koska se, miten reaktionopeus muuttuu reaktio-olosuhteiden funktiona, seuraa suoraan reaktion mekanismista. Toinen tehokas tapa on tutkia isotoopeilla merkittyjä molekyyliä. Vaikka isotoopit reagoivat samalla tavalla, reaktionopeuksissa on pieniä reagoivien molekyylien massoista johtuvia eroja.

Tässä tehtävässä käytät sekä reaktiokinetiikkaa että isotooppiefektiä tutkiessasi asetonin jodaamista happamassa liuoksessa.

Reaktio



noudattaa nopeuslakia:

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

josta sinun on määritettävä reaktionopeusvakio k ja reaktion kertaluvut m , n ja p (kokonaislukuja). Lisäksi sinun on vertailtava asetonin ja asetonin- d_6 :n reaktiivisuutta. Asetoni- d_6 :ssa kuusi vetyatomia (^1H , *protium*) on korvattu deuteriumilla (^2H , *D*), jolloin reaktion isotooppiefekti ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) voidaan määrittää. Näiden tietojen avulla sinun tulee tehdä päätelmiä reaktion mekanismista.

Lue koko työohje huolellisesti ja suunnittele työn suoritus ennen aloittamista.

Työn suoritus

Lämpötila vaikuttaa reaktionopeuteen. Kirjaa laboratoriotilan lämpötila (kysy valvojalta):

°C

Ohjeet digitaalisen ajastimen käyttöön (stopwatch)

- (1) Paina [MODE] näppäintä, kunnes COUNT UP ikoni ilmestyy näyttöön.
- (2) Paina [START/STOP] näppäintä aloittaaksesi ajan mittaamisen.
- (3) Paina [START/STOP] näppäintä uudelleen lopettaaksesi ajan mittaamisen.
- (4) Tyhjennä näyttö painamalla [CLEAR] näppäintä.

Yleisohje

Mittaa haluamasi tilavuudet suolahappoa, tislattua vettä ja kaliumtrijodidiliuosta (etiketin teksti "I₂") reaktioastiaan. Reagenssien alkukonsentraatioiden pitäisi asettua alla annetuille konsentraatioväleille. Käyttämiesi konsentraatioiden ei tule olla huomattavasti annettujen välien ulkopuolella, eikä sinun tarvitse tutkia koko konsentraatioväliä:

[H⁺]: 0,2-1,0 M

[I₃⁻]: 0,0005-0,002 M

[asetoni]: 0,5-1,5 M

Käynnistä reaktio lisäämällä valitsemasi tilavuus asetonia reaktioseokseen, jossa muut reagenssit ovat. Sulje näyteputkilon korkki nopeasti, aloita ajanotto ja ravistele näyteputkiloa kerran tehokkaasti. Aseta näyteputkilo tämän jälkeen valkoista taustaa vasten. Kirjaa käyttämiesi reagenssien tilavuudet taulukkoon (a). Älä kosketele näyteputkiloa nestepinnan tason alapuolelta missään vaiheessa. Reaktion kulkua voidaan seurata havainnoimalla keltaruskean trijodidi-ionin värin häviämistä. Kirjaa värin häviämiseen kuluva aika. Kun reaktio on tapahtunut loppuun asti, aseta näyteputkilo sivuun korkki suljettuna, jotta et altistu jodoasetonihöyryille.

Toista työ niin monta kertaa kuin haluat eri reagenssikonsentraatioilla. Kirjaa käyttämiesi reagenssien konsentraatiot taulukkoihin kohdassa (c). *Vihje: Muuta yhtä konsentraatiota kerrallaan.*

Kun olet saanut asetoniin reaktionopeuden tutkittua, jatka tutkimalla asetoni-d₆:n reaktionopeutta. Huomaa, että sinulle on annettu vain 3,0 ml asetoni-d₆:a (isotooppileimattu asetoni on huomattavasti tavallista asetonia kalliimpaa). Jos tarvitset lisää asetoni-d₆:a, seuraa siitä yhden pisteen menetys. **Ennen kuin aloitat tämän reagenssin käyttämisen, nosta kätesi. Laboratorion valvoja avaa asetoni-d₆-ampullin.** Deuterium-leimattujen yhdisteiden reaktiot ovat tavallisesti

Nimi:

Koodi: FIN

hitaampia kuin leimaamattomien yhdisteiden. Kun käytät $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$:a, käytä reaktio-olosuhteita, jotka johtavat nopeisiin reaktioihin.

Kun lopetat työskentelyn:

- a) tyhjennä vesipullo ja aseta se käyttämättömien välineiden kanssa laatikkoon "Kit #1";
- b) aseta käytetyt pipetit ja suljetut näyteputkilot merkittyihin astioihin vetokaapeissa;
- c) käytä tyhjän ampullin hävittämiseen astiaa "**Broken Glass Disposal**".

Voit siivota työpisteesi myös vasta STOP-komennon antamisen jälkeen.

Nimi:

Koodi: FIN

a. Kirjaa asetonin $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ tutkimustulokset alla olevaan taulukkoon. *Sinun ei tarvitse täyttää koko taulukkoa.*

Koe #	HCl-liuoksen tilavuus, ml	Veden tilavuus, ml	I_3^- -liuoksen tilavuus, ml	$(\text{CH}_3)_2\text{CO}$:n tilavuus, ml	I_3^- -ionin häviämiseen kulunut aika, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Kirjaa asetoni- d_6 :n $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ tutkimustulokset alla olevaan taulukkoon. *Sinun ei tarvitse täyttää koko taulukkoa.*

Koe #	HCl-liuoksen tilavuus, ml	Veden tilavuus, ml	I_3^- -liuoksen tilavuus, ml	$(\text{CD}_3)_2\text{CO}$:n tilavuus, ml	I_3^- -ionin häviämiseen kulunut aika, s
1d					
2d					
3d					
4d					

Nimi:

Koodi: FIN

c. Laske seuraaviin taulukkoihin reagenssien konsentraatiot sekä keskimääräiset reaktionopeudet. Oleta, että reaktioseoksen tilavuus on yhtä suuri kuin reagenssien tilavuuksien summa. **Sinun ei tarvitse käyttää kaikkia kokeitasi k:n laskemiseksi (osat e ja f). Merkitse laskuissa käyttämäsi kokeet oikeanpuoleisimpaan sarakkeeseen.**

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

Koe #	Alkuperäinen $[\text{H}^+]$, M	Alkuperäinen $[\text{I}_3^-]$, M	Alkuperäinen $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- -ionin katoamisen keskimääräinen nopeus, M s^{-1}	Koetta käytetty k_{H} :n laskemiseen?	
					Kyllä	Ei
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"/>

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

Koe #	Alkuperäinen $[\text{H}^+]$, M	Alkuperäinen $[\text{I}_3^-]$, M	Alkuperäinen $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- -ionin katoamisen keskimääräinen nopeus, M s^{-1}	Koetta käytetty k_{D} :n laskemiseen?	
					Kyllä	Ei
1d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Nimi:

Koodi: FIN-

d. Päättelä reaktion kertaluvut (kokonaislukuarvot) asetonin, trijodidi-ionin ja vetyionin suhteen.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Laske asetonin $(CH_3)_2CO$ reaktion nopeusvakion k_H arvo ja yksikkö.

$k_H =$

f. Laske asetonin- d_6 :n $(CD_3)_2CO$ reaktion nopeusvakion k_D arvo ja yksikkö. Laske lisäksi suhde k_H/k_D (reaktion isotooppiefekti).

$k_D =$




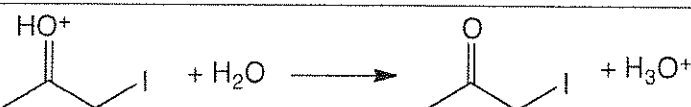
$k_H/k_D =$

Nimi:

Koodi: FIN

g. Reaktiokinetiikan ja isotooppiefektin tutkimustuloksista voidaan tehdä päätelmiä reaktion mekanismista. Alla on esitetty asetonin jodaamisen mahdollinen reaktiomekanismi. Yksi reaktioista on reaktionopeuden määräävä vaihe (*rate-determining step*, R.D.S.). Tätä edeltävät vaiheet saavuttavat tasapainon nopeasti ja suosivat näin ollen reaktionopeuden määräävän vaiheen lähtöaineita.

Merkitse (✓) taulukon keskimmäiseen sarakkeeseen, jos *kokeellisesti määrittämäsi nopeuslaki* (kohta d) sopii yhteen sen kanssa, että kyseinen reaktiovaihe on reaktionopeuden määräävä vaihe (R.D.S). Merkitse X, jos kyseinen reaktio ei voi nopeuslakisi perusteella olla reaktionopeuden määräävä vaihe (R.D.S). Merkitse (✓) taulukon oikeanpuolimmaiseen sarakkeeseen, jos *kokeellisesti määrittämäsi isotooppiefekti* (kohta f) sopii yhteen sen kanssa, että kyseinen reaktiovaihe on reaktionopeuden määräävä vaihe (R.D.S). Merkitse X, jos kyseinen reaktio ei voi isotooppiefektin perusteella olla reaktionopeuden määräävä vaihe (R.D.S).

	R.D.S. sopii yhteen nopeuslain kanssa?	R.D.S. sopii yhteen isotooppiefektin kanssa?
 <chem>CC(=O)C.[H3O+]>>CC(=O)[OH+]C.O</chem>		
 <chem>CC(=O)[OH+]C.O>>CC(=O)C.[H3O+]</chem>		
 <chem>CC(=O)C.II.I>>CC(=O)CI.II</chem>		
 <chem>CC(=O)[OH+]CI.O>>CC(=O)C.[H3O+]</chem>		

Ohjeet (Tehtävä 2)

- Tehtävä 2 sisältää 13 sivua (kysymykset ja vastausalueet).
- Sinulla on 15 minuuttia aikaa lukea työohjeita ennen työskentelyn aloittamista.
- **Tehtävään 2** on varattu aikaa **2 tuntia 45 minuuttia**. Suunnitellessasi työskentelyäsi ota huomioon, että yksi työvaihe vaatii aikaa 30 minuuttia.
- Aloita vasta, kun **START**-komento annetaan. Lopeta työskentely välittömästi, kun **STOP**-komento annetaan. Viiden minuutin viivytys työskentelyn lopettamisessa johtaa kokeellinen työn hylkäämiseen. Odota paikallasi **STOP**-komennon jälkeen. Valvoja tarkistaa työpisteesi. **Työpisteelle tulee jättää:**

Tehtävä/vastausvihkonen (tämä vihkonen)

Yksi TLC-levy minigrippussissa, jossa on opiskelijakoodi

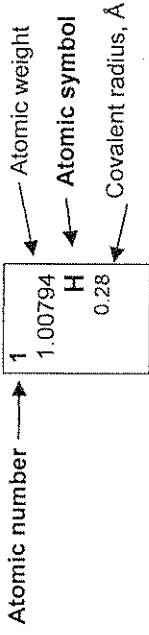
Näyteputkilo, jossa lukee ”Product”

- Sinun tulee noudattaa IChO:n säännöissä mainittuja **turvallisuusohjeita**: Laboratoriossa on käytettävä **suojalaseja**. Käytä annettua pumpettia. Voit käyttää **suojakäsineitä** käsitellessäsi kemikaaleja.
- Valvoja antaa vain **YHDEN VAROITUKSEN**, jos rikot turvallisuussääntöjä. Toinen rikkomus johtaa laboratoriosta poistamiseen ja käytännön kokeen hylkäämiseen.
- Älä epäröi kysyä valvojan apua, jos sinulla on kysyttävää turvallisuusasioista tai sinun on poistuttava laboratoriosta.
- Saat työskennellä vain sinulle osoitetussa työpisteessä.
- Käytä vain annettua kuulakärkikynää (ei lyijykynää) vastausten kirjoittamiseen.
- Käytä annettua laskinta.
- Kaikki vastaukset tulee kirjoittaa niille varatuille vastausalueille. Muualle kirjoitettuja vastauksia ei arvostella. Voit käyttää papereiden kääntöpuolia suttupaperina.
- Käytetyt näyteputkilot voidaan hävittää astiaan **“Broken Glass Disposal”**.
- Kaikki jäteliuokset voidaan hävittää astiaan **“Liquid Waste”**.
- Saat **yhden kerran lisää kemikaalia tai uuden työvälineen** ilman pistemenetyksiä. Seuraavista kerroista seuraa **yhden pisteen menetys** käytännön kokeen kokonaispistemäärästä (40 pistettä).
- Kokeen virallinen englanninkielinen versio on saatavilla pyydetessä vain selvennykseksi.

Nimi:

Koodi: FIN

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
1	1 1.00794 H 0.28						1 1.00794 H 0.28												
2		4 6.941 Li																	
3		11 22.9898 Na																	
4		19 39.0983 K	20 40.078 Ca	21 44.9559 Sc	22 47.867 Ti	23 50.9415 V	24 51.9961 Cr	25 54.9381 Mn	26 55.845 Fe	27 58.9332 Co	28 58.6934 Ni	29 63.546 Cu	30 65.39 Zn	31 69.723 Ga	32 72.61 Ge	33 74.9216 As	34 78.96 Se	35 79.904 Br	36 83.80 Kr
5		37 85.4678 Rb	38 87.62 Sr	39 88.9059 Y	40 91.224 Zr	41 92.9064 Nb	42 95.94 Mo	43 (97.905) Tc	44 101.07 Ru	45 102.906 Rh	46 106.42 Pd	47 107.868 Ag	48 112.41 Cd	49 114.818 In	50 118.710 Sn	51 121.760 Sb	52 127.60 Te	53 126.904 I	54 131.29 Xe
6		55 132.905 Cs	56 137.327 Ba	57-71 La-Lu	72 178.49 Hf	73 180.948 Ta	74 183.84 W	75 186.207 Re	76 190.23 Os	77 192.217 Ir	78 195.08 Pt	79 196.967 Au	80 200.59 Hg	81 204.383 Tl	82 207.2 Pb	83 208.980 Bi	84 (208.98) Po	85 (209.99) At	86 (222.02) Rn
7		87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra	89-103 Ac-Lr	104 (261.11) Rf	105 (262.11) Db	106 (263.12) Sg	107 (262.12) Bh	108 (265) Hs	109 (266) Mt	110 (271) Ds	111 (272) Rg	112 (285) Cn	113 (284) Uut	114 (289) Fl	115 (288) Uup	116 (292) Lv	117 (294) Uus	118 (294) Uuo



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

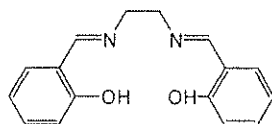
Kemikaalit ja välineet (Tehtävä 2)

Kemikaalit ja materiaalit (kunkin pakkauksen etiketin teksti on alla lihavoituna)

	Vaaralausekkeet ⁺	Turvalausekkeet ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1,0 g ^b näyteputkilossa	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1,9 g ^b näyteputkilossa	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1M etanoliliuos, 12 ml pullossa	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 ml pullossa	R11	S7 S16
Asetoni, (CH₃)₂CO , 100 ml pullossa	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 ml ~3,5 mg/ml ^b liuosta pullossa		
KI ₃ , ~0,010 M vesiliuos, ^b 50 ml pullossa, etiketin teksti "I ₂ ".		
Ascorbic Acid , ~0,030 M askorbiinihapon vesiliuos, ^b 20 ml pullossa		
1% Starch , tärkkelyksen vesiliuos, 2 ml pullossa		
TLC plate – yksi 5 cm × 10 cm silikageelilevy minigrippussissa		

⁺ Sivulta 14 löydät vaara- ja turvalausekkeiden selitykset.

^a (salen)H₂:



^b Tarkka arvo lukee etiketissä.

^c (salen*)MnCl_x (R-ryhmät ovat samanlaisia ja voivat olla joko H, COOH tai SO₃H):



Nimi:

Koodi: FIN

Välineet

Yhteisessä käytössä: Vaaka

- Kaksi **kourin varustettua stätiivia** vetokaapissa merkittyinä koodillasi
- **Lämmittävä sekoitin**
- **300 mm:n viivoitin**
- **Lyijykynä**

Kit #2:

- Kaksi **250 ml:n erlenmeyerkolvia** (toinen synteesiä ja toinen kiteytystä varten)
- **Mittalasi, 50 ml**
- **20 mm pitkä munanmuotoinen magneettisauva**
- **Hirschin suppilo**
- Pyöreitä **suodatinpapereita** Hirschin suppiloa ja TLC-kammiota varten
- **125 ml:n imupullo imusuodatusta varten**
- **Kumiadapteri imupulloon**
- **0,5 l:n muoviasia jäähäuteeksi**
- **Lasisauva**
- Kaksi **1 ml:n muovipipettiä** (piirros oikealla)
- **Muovispaatteli**
- Tyhjä **4 ml:n näyteputkilo** reaktiotuotetta varten, etiketissä teksti "Product"



Kit #3:

- Kolme tyhjää **pienää näyteputkiloa** (TLC-liuoksille)
- Kymmenen **kapillaaria (100 mm)** TLC-näytteiden laittamiseen
- **Kellolasi** (TLC-kammiolle)
- **250 ml:n dekantterilasi** TLC-kammioksi

Kit #4:

- Käyttövalmis **25 ml:n byretti** telineessä
- Pieni **muovisuppilo**
- Neljä **125 ml:n erlenmeyerkolvia**
- **Pumpetti**
- **10 ml:n täyspipetti**
- **5 ml:n täyspipetti**

Vaara- ja turvalausekkeet (Tehtävä 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.

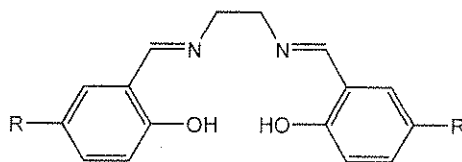
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

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

Tehtävä 2**22% kokonaispistemäärästä****Mangaanin salen-kompleksin syntetisointi ja tuotteen kaavan määrittäminen**

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

3*d*-lohkon alkuaineiden kompleksit bis(salisilyliini)etyleenidiamiiniligandin (salen) kanssa ovat osoittautuneet erilaisten orgaanisten hapetuspelkistysreaktioiden tehokkaiksi katalyyteiksi.



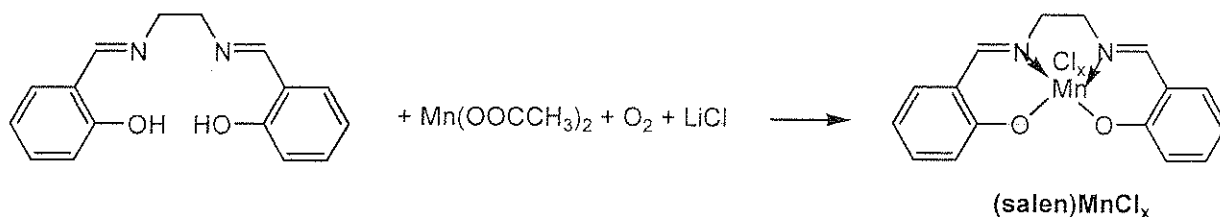
(salen) H_2 , R = H

(salen*) H_2 , R = H, COOH, or SO_3H

Salen-ligandin kyky stabiloida 3*d*-lohkon alkuaineiden korkeampia hapetusasteita on osoittautunut tärkeäksi kemiassa. Erityisesti mangaanista saadaan erilaisissa reaktio-olosuhteissa salen-komplekseja, joissa mangaani esiintyy hapetusasteilla +2:sta +5:een. Tässä tehtävässä valmistat mangaanin salen-kompleksin antamalla (salen) H_2 :n reagoida mangaani(II)asetaatin kanssa etanolissa ilman ja litiumkloridin läsnäollessa. Näissä olosuhteissa tuote on muotoa (salen) $MnCl_x$, jossa x = 0, 1, 2 tai 3.

Tehtävänäsi on: i) määrittää tuotteen massa, ii) selvittää tuotteen puhtaus ohutlevykromatografialla (TLC) ja iii) määrittää metallin hapetusaste kompleksissa jodometrisellä titrauksella. Hapetuspelkistytitrausta varten sinulle on annettu (salen*) $MnCl_x$:stä valmistettu liuos. Liuoksessa olevan yhdisteen stoikiometria ja mangaanin hapetusaste ovat samat kuin valmistamassasi tuotteessa ja bentseenirenkaan R-substituentit ovat joko H, COOH tai SO_3H .

Lue koko työohje huolellisesti ja suunnittele työn suoritus ennen aloittamista. Joitakin vaiheita on suoritettava samanaikaisesti, jotta saat kaiken tehtyä ajoissa.

Työn suoritus:**A. (salen)MnCl_x:n syntetisointi**

- 1) Laita 2-3 (salen)H₂-kidettä pieneen näyteputkiloon myöhempää TLC-koetta varten.
- 2) Siirrä etukäteen punnittu (~1,0 g) (salen)H₂-erä 250 ml erlenmeyerkolviin. Laita kolviin lisäksi magneettisauva ja 35 ml absoluuttista etanolia.
- 3) Aseta kolvi lämmittävälle sekoittimelle. Lämmitä jatkuvalla sekoituksella, kunnes kiinteä aine liukenee (yleensä liukeneminen on täydellinen, kun etanoli on kiehumaisillaan). Pienennä sitten lämmitystehoa niin, että seoksen lämpötila pysyy lähellä kiehumispistettä mutta sen alapuolella. Älä keitä seosta, jottei kolvin kaula kuumene. Jos kolvin kaula kuitenkin kuumenee, etkä voi pidellä siitä paljain käsin, käytä taitettua paperipyyhettä.
- 4) Nosta kolvi levyltä ja lisää siihen etukäteen punnittu (~1,9 g) Mn(OAc)₂·4H₂O. Seos värjäytyy tummanruskeaksi. Laita kolvi heti takaisin levyille. Jatka lämmitystä ja sekoitusta 15 min. Älä keitä seosta, jottei kolvin kaula kuumene.
- 5) Nosta kolvi levyltä ja lisää siihen annettu 1 M LiCl-etanoliliuos (12 ml). Laita kolvi takaisin levyille. Jatka lämmitystä ja sekoitusta 10 min. Älä keitä seosta, jottei kolvin kaula kuumene.
- 6) Tämän jälkeen aseta kolvi jäähauteeseen 30 min:ksi kiteytystä varten. Raaputa kolvin seinämiä varovasti nestepinnan alapuolelta lasisauvalla 5 min:n välein nopeuttaaksesi (salen)MnCl_x:n kiteytymistä. Ensimmäiset kiteet saattavat ilmestyä heti liuoksen jäähtyttyä tai viimeistään 10-15 min:n kuluttua.
- 7) Imusuodata muodostuneet kiteet käyttämällä vetokaapin tyhjiöletkua (venttiili on merkitty "Vacuum"), pientä Hirschin suppiloa ja imupulloa. Pese kiteet muovipipettiä käyttäen muutamalla pisaralla asetonia irrottamatta imupulloa tyhjiöletkusta. Kuivata tuote jatkamalla imusuodatusta vielä 10-15 min.
- 8) Siirrä kiteet punnitsemaasi näyteputkiloon, jossa lukee "Product". Määritä ja kirjaa tuotteen massa, m_p , alla olevaan vastausalueeseen. Kirjaa myös seuraavien synteesissä käytettyjen reagenssien massat: (salen)H₂, m_S , ja Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} .
- 9) Aseta näyteputkilo tuotteineen minigrappussiin.

Nimi:

Koodi: FIN

Tyhjän tuoteputkilon massa: _____ g

Tuoteputkilon ja kuivatun tuotteen massa: _____ g

Tuotteen massa, m_p : _____ g

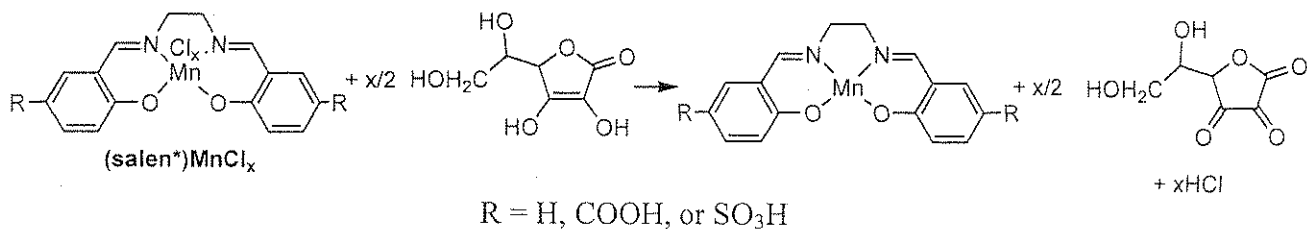
(salen) H_2 :n massa (kopioi näyteputkilon etiketistä), m_S : _____ g

$Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$:n massa (kopioi näyteputkilon etiketistä), m_{Mn} : _____ g

Nimi:

Koodi: FIN

B. Annetun (salen*)MnCl_x-näytteen titraus



Pumpetin käyttö

- 1) Laita pipetti pumpettiin
- 2) Purista pumpettia
- 3) Purista ylänuolella merkittyä venttiiliä imeäksesi liuosta pipettiin
- 4) Purista alannuolella merkittyä venttiiliä valuttaaksesi liuosta pipetistä

Huom: Pipetit ja byretti ovat käyttövalmiita eikä niitä tarvitse huuhdella annosteltavalla liuoksella.

- 1) Pipetoi täyspipetillä 10,00 ml annettua (salen*)MnCl_x-liuosta 125 ml:n erlenmeyerkolviin.
- 2) Lisää 5,00 ml askorbiinihappoliuosta ja sekoita hyvin. Anna liuoksen seistä 3-4 minuuttia.
- 3) Vältäaksesi askorbiinihapon hapettumiselta O₂:n vaikutuksesta älä viivytele vaan titraa liuos välittömästi KI₃-liuoksella käyttämällä indikaattorina 5 pisaraa 1% tärkkelysliuosta. Sinisen tai sinivihreän päätepisteväriin pitää säilyä vähintään 30 s.
- 4) Jos aika sallii, suorita 1-2 toistotitrausta parantaaksesi määrittäksesi tarkkuutta.

Kirjaa titrausten tulokset alla olevaan taulukkoon:

#	Byretin alkulukema, ml	Byretin loppulukema, ml	KI ₃ -liuoksen kulutus, ml
1			
2			
3			

Nimi:

Koodi: FIN

i. Ilmoita se KI_3 -liuoksen kulutus (keskiarvo tai muu valitsemasi), jota aiot käyttää (salen*) $MnCl_x$:n moolimassan laskemisessa:

Laskuissa käytetty KI_3 -liuoksen tilavuus: _____ ml

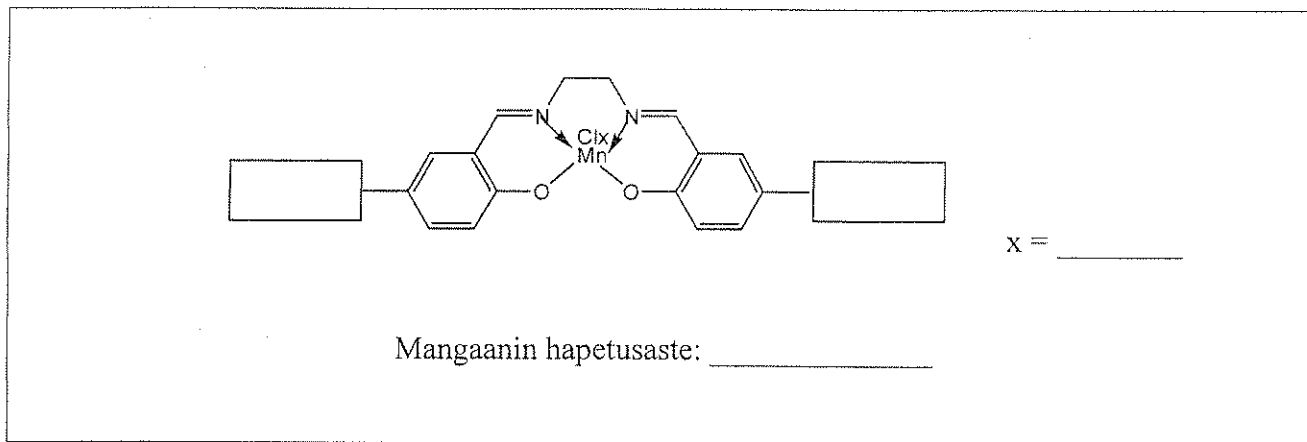
(salen*) $MnCl_x$:n konsentraatio (pullon etiketistä): _____ mg/ml

Askorbiinihapon konsentraatio (pullon etiketistä): _____ M

Nimi:

Koodi: FIN

ii. Määritä x :n arvo, mangaanin hapetusaste ja salen-ligandin substituentin laatu ($R = H, COOH, SO_3H$) titraustuloksiasi ja alla olevaa taulukkoa käyttäen. Merkitse ne alla olevaan kaavioon:



R	x	(Teoreettinen moolimassa)/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

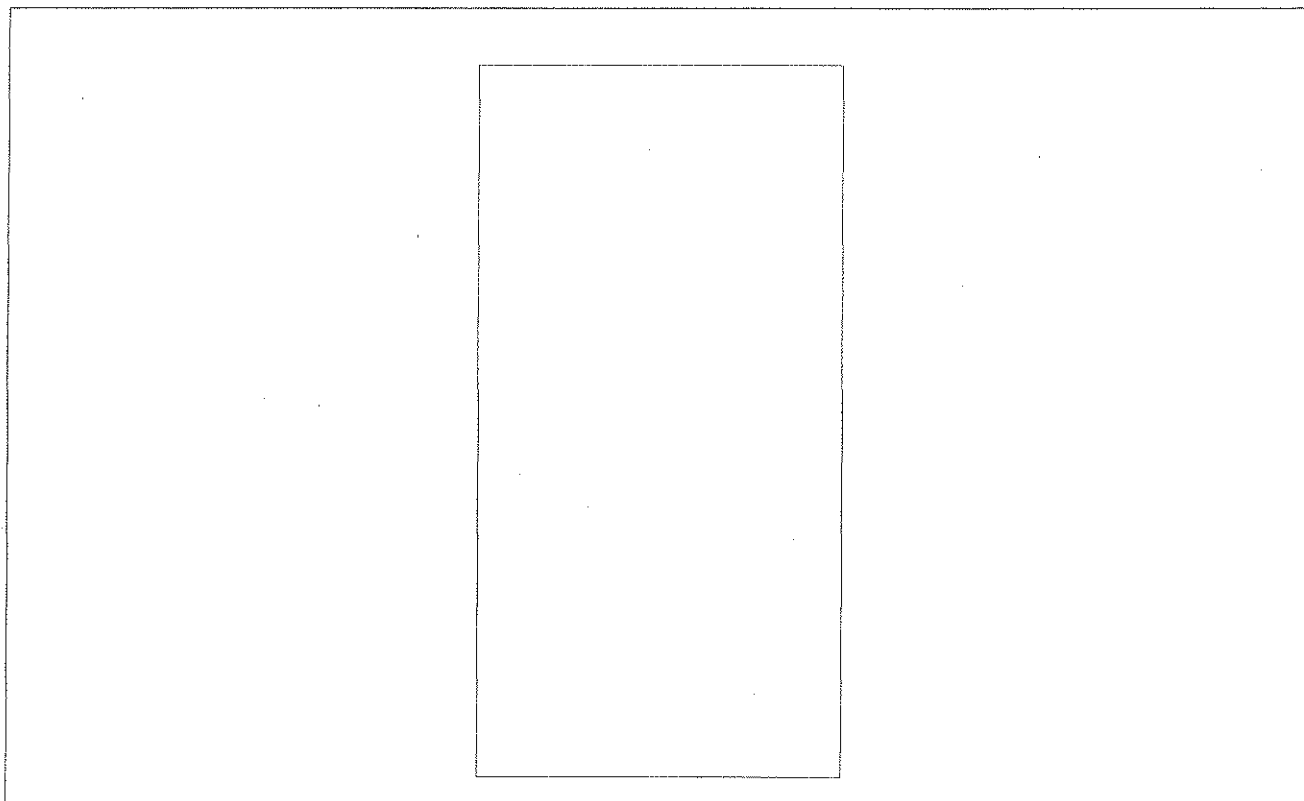
C. (salen)MnCl_x:n karakterisointi TLC:llä

- 1) Liuota muutama valmistamasi (salen)MnCl_x-kide muutamaan pisaraan absoluuttista etanolia käyttäen pientä näyteputkiloa sekä muovipipettiä etanolille.
- 2) Liuota muutama (salen)H₂-kide muutamaan pisaraan absoluuttista etanolia toisessa pienessä näyteputkilossa.
- 3) Tarvittaessa leikkaa saksilla (saatavana pyydettyessä laboratoriovalvojalta) TLC-levy sopivan korkuiseksi TLC-kammiota varten.
- 4) Taivuta ja sovita iso pyöreä suodatinpaperi dekantterilasiin niin, että se kattaa dekantterilasin melkein koko korkeudelta. Tämä tehdään siksi, että etanolihöyry kyllästäisi koko kammion. Paperin kostuttamiseksi kaada etanolia dekantterilasiin niin, että pohja peittyy 3-4 mm kerroksella. Peitä dekantterilasi kellolasilla.
- 5) Merkitse lähtökohta TLC-levylle.
- 6) Laita TLC-levylle kapillaareilla pisteet molemmista liuoksista.
- 7) Aja TLC kellolasilla peitettyssä dekantterilasissa 10-15 min.
- 8) Merkitse lyijykynällä liuosrintama ja värilliset pisteet TLC-levyllä.
- 9) Kuivata TLC-levy ilmassa ja asetä se minigrippussiin.
- 10) Laske sekä (salen)H₂:n että (salen)MnCl_x:n R_f -arvot.

Nimi:

Koodi: FIN-

i. Kopioi TLC-levy alla olevaan vastausalueeseen:



ii. Määritä ja kirjaa (salen)H₂:n ja (salen)MnCl_x:n R_f-arvot.

R_f (salen)H ₂ :	_____
R_f (salen)MnCl _x :	_____

Kun olet lopettanut työskentelyn:

- Aseta nestemäiset jätteet astiaan "Liquid Waste".
- Aseta käytetyt näyteputkilot astiaan "Broken Glass Disposal".
- Aseta käytetyt lasitavarat takaisin asianomaisiin laatikkoihin "Kit #2", "Kit #3" ja "Kit #4".