



Washington, D.C. • USA



# Practical Examination

44th International  
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States  
of America

# Instrukciók (1. feladat)

- Az 1. feladat leírása válaszlappal együtt 10 oldalból áll.
- 15 perced van arra, hogy a feladat megkezdése előtt elolvasd a feladatlapot.
- Az **1. feladat** elvégzésére **2 óra 15 perced** lesz.
- Csak a **START** utasítás elhangzása után kezdhetsz dolgozni! A végén azonnal abba kell hagynod a munkát, ha elhangzik a **STOP** utasítás. A **STOP utasítást követően várj a helyeden!** A felügyelő ellenőrzi a laborasztalodat. A feladatlapot **hagyd az asztalodon!**
- Tartsd be az IChO szabályzat **biztonsági előírásait!** A laboratóriumi tartózkodásod teljes időtartama alatt **viselj védőszemüveget** vagy – ha engedélyezik – a saját szemüvedet! Használhatsz **kesztyűt** a vegyszerekkel való munkához.
- Ha megszeged a biztonsági előírásokat, a laborfelügyelő **CSAK EGYSZER FIGYELMEZTET**. A második esetben kidobnak a laborból és a teljes gyakorlati munkádra nulla pontot kapsz.
- Ne habozz szólni a laborfelügyelőnek, ha kérdésed van a biztonsági előírásokkal kapcsolatban vagy ha el kell hagynod a termet!
- Csak a számodra kijelölt helyen dolgozhatsz.
- Csak a kiadott tollat használd a válaszlap kitöltésére és ne a ceruzát!
- Csak a kapott számológépet használd!
- Minden eredményedet a válaszlap megfelelő területére írd! A területen kívül eső írományokat nem értékeljük. Ha piszkozatot akarsz készíteni, használd a lapok hátoldalát!
- A kupakos reakcióedényeket a **“Used Vials”** címkéjű gyűjtőbe helyezd!
- Az elhasznált oldatokat a **“Liquid Waste”** címkéjű gyűjtőbe öntsd!
- Az ampulladarabokat a **“Broken Glass Disposal”** címkéjű gyűjtőbe dobd!
- Az első **vegyszer- vagy eszközpótlásért** még nem kapsz büntetőpontot. Minden további **“baleset”** esetén 1 pontot veszítesz a 40 pontos gyakorlati pontszámodból.
- A hivatalos angol változatot bármikor elkérheted a verseny során, ha valami nem világos.

## Vegyszerek és eszközök (1. feladat)

### Vegyszerek (a tényleges címkén a vastagbetűs szöveg olvasható)

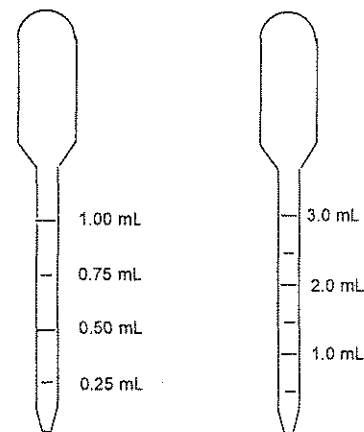
	R mondatok <sup>+</sup>	S mondatok <sup>+</sup>
~2 M HCl, * 50 ml vizes oldat egy üvegben	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI <sub>3</sub> , * 10 ml vizes oldat egy üvegben, "I <sub>2</sub> " címkével		
Aceton, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, <i>M</i> = 58,08 g mol <sup>-1</sup> , <i>ρ</i> = 0,791 g cm <sup>-3</sup> , 10,0 ml egy fiolában	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Aceton- <i>d</i> <sub>6</sub> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, <i>M</i> = 64,12 g mol <sup>-1</sup> , <i>ρ</i> = 0,872 g cm <sup>-3</sup> , 3,0 ml egy ampullában	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>+</sup> Lásd a 3. oldali R és S mondatokat, ha érdekel a munkavédelem!

\* A címkén a vegyszer neve előtt a pontos koncentráció szerepel.

### Eszközök - Kit #1

- Egy desztillált vízzel töltött üveg
- Tizenöt darab 20 ml-es teflonbetétes zárókupakkal ellátott reakcióedény (fiola).
- Tíz darab 1 ml-es polietilén műanyag pipetta 0,25 ml-es beosztással (lásd az ábrát)
- Tíz darab 3 ml-es polietilén műanyag pipetta 0,50 ml-es beosztással (lásd az ábrát)
- Digitális stopperóra



## **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

**1. feladat****Az összes 18%-a**

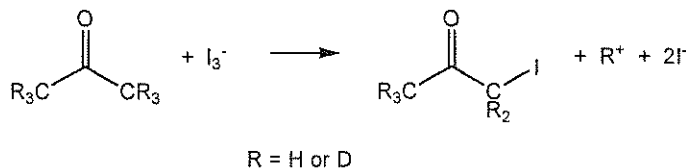
a	b	c	d	e	f	g	Task 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

## Az aceton jódozásának kinetikája, mechanizmusa és egy kis izotópeffektus

Csodálatos dolog a reakciók mechanizmusát kideríteni. Ha sikerül fényt deríteni a homályos pontokra, a kapcsolódó katalitikus és szintéziseljárások egyaránt virágba szökkenhetnek. A mechanizmusok rejtett világának tanulmányozására kiváló módszer a kinetikai vizsgálat, mert a reakciókörülményekkel változó reakciósebességek közvetlenül tükrözhetik a reakció mechanizmusát.

Egy másik, hasonlóan nagyra hivatott módszer az izotópszubsztituált molekulák vizsgálata. Ezen molekulák reaktivitása hasonló, de a mért reakciósebességekben az atommagok tömegétől függően kis változásokat lehet észlelni.

A feladat során kinetikát és izotópeffektust is fogsz vizsgálni, hogy információt szerezz az aceton vizes, megsavanyított oldatban lejátszódó jódozásáról:



A reakció sebességi egyenlete:

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

A  $k$  sebességi állandót és az egész számmal megadható reakciórendeket ( $m$ ,  $n$ ,  $p$ ) neked kell kideríteni. Az aceton és az aceton- $d_6$  reaktivitását is össze fogod hasonlítani, hogy kiderítsd az izotópeffektusra jellemző ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ) hányadost. Ebben a szubsztituált molekulában mind a hat prócium ( $^1\text{H}$ ) atomot deutériumra ( $^2\text{H}$ , D) cserélték. Mindezekből az eredményekből következtethetsz majd a reakció mechanizmusára.

*Olvasd el az egész feladatot, és tervezd meg, hogy mit fogsz csinálni, mielőtt nekiugrasz a munkának!*

Név:

Kód: HUN-

Név:

Kód: HUN-

## Leírás

A reakciósebesség függ a hőmérséklettől. Jegyezd fel a szoba hőmérsékletét! (A felügyelő segít.):

°C
----

### A stopper használata

- (1) A [MODE] gombot nyomogasd, amíg a **COUNT UP** felirat megjelenik! (Ezt a szemlén megpróbáltuk már beállítani)
- (2) Az időmérést a [START/STOP] gomb egyszeri megnyomásával indíthatod.
- (3) A leállításhoz ugyanazt a [START/STOP] gombot nyomd meg még egyszer!
- (4) Az értéket a [CLEAR] gombbal tudod törölni. Fennhangon csak magyarul káromkodj!

### Teendők

A kupakos reakcióedénybe mérd ki az általad választott térfogatokat a sósavból, a deszt. vízből és a kálium-trijodid oldatból (felirata "I<sub>2</sub>")! A reagensek kezdeti koncentrációi az alábbi tartományokban legyenek (nem kell a teljes tartományt kitapasztalnod, a lényeg hogy ne menj ki belőle):

[H<sup>+</sup>]: 0,2 és 1,0 M között

[I<sub>3</sub><sup>-</sup>]: 0,0005 és 0,002 M között

[aceton]: 0,5 és 1,5 M között

A reakció elindításához add a többi reagens keverékhez a tervezett mennyiségű acetont, gyorsan zárd le az edényt, indítsd el a stoppert és rázd jól össze egyszer! Rakd ezután fehér háttér elé! Az összekeverés és vizsgálat során ne fogd meg a fiolát a folyadék szintje alatt.

A reakció lefutását szabad szemmel követheted a trijodidion sárgásbarna színének eltűnését figyelve. Írd fel a szín eltűnéséig eltelt időt és az összekevert térfogatokat az (a) pont alatti táblázatba! Ha lefutott a reakció, rakd félre az edényt, és ne nyisd ki, hogy a jód-aceton ne fejthesse ki jótékony hatását!

Ismételd meg a kísérletet eltérő koncentrációkkal, ahányszor csak szükségesnek látod! Tüntesd fel a koncentrációkat a (c) táblázatban!

*Jó tanács: egyszerre csak egy koncentrációt változtass!*

Név:

Kód: HUN-

Miután megvagy az acetone reakciójának tanulmányozásával, térj rá az acetone- $d_6$  vizsgálatára! Míg az acetoneból van bőven, az acetone- $d_6$ -ból csak 3,0 ml-t kaptál, mert drága! Ha ebből kérsz még pótlást, akkor mindenképp büntetőpontot fogsz kapni.

**Amikor szükséged lesz erre az anyagra, emeld fel a kezed, és a laborfelügyelő odajön és kinyitja neked az ampullát.** A deuteriumszubsztituált vegyületek reakciói általában lassabbak, mint a próciumvegyületekéi. Ezért azt ajánljuk, hogy olyan reakciókörülményeket válassz a  $(CD_3)_2CO$  esetére, amelyek mellett a reakció gyorsabb.

Amikor kész vagy:

- Ürítsd ki a vizesüveget és a fel nem használt eszközökkel együtt rakd vissza a "Kit #1" feliratú dobozba;
- A használt pipettákat és a lezárt fiolákat rakd a fülkék alatt található gyűjtőkbe;
- A **Broken Glass Disposal** feliratú edénybe rakd az ampulla maradékait!

A takarítást csinálhatod a STOP utasítás után is.



Név:

Kód: HUN-

a. Rögzítsd az acetonos (gyengébbek kedvéért  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ ) méréseid adatait a táblázatban! *Nem kell minden sort kitölteni!*

Mérés száma	HCl-oldat térfogata, ml	H <sub>2</sub> O térfogata, ml	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> -oldat térfogata, ml	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO térfogata, ml	A I <sub>3</sub> <sup>-</sup> eltűnéséig eltelt idő, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Rögzítsd az aceton-*d*<sub>6</sub>-os (gy. k.  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ) méréseid adatait a táblázatban! *Nem kell minden sort kitölteni!*

Mérés száma	HCl-oldat térfogata, ml	H <sub>2</sub> O térfogata, ml	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> -oldat térfogata, ml	(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO térfogata, ml	A I <sub>3</sub> <sup>-</sup> eltűnéséig eltelt idő, s
1d					
2d					
3d					
4d					

Név:

Kód: HUN-

c. Számítsd ki a koncentrációkat és az átlagos reakciósebességeket a táblázatokban! Tételezd fel, hogy a keverékek térfogata megegyezik az összekevert térfogatok összegével. **Nem kell minden mérést használnod a  $k$  meghatározásához az e) és f) pont során, de jelöld be a táblázatban, hogy mely mérés(ek)et használsz fel!**

**(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO:**

Mérés száma	Kezdeti [H <sup>+</sup> ], M	Kezdeti [I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M	Kezdeti [(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M	A I <sub>3</sub> <sup>-</sup> fogyásának átlagos sebessége, M s <sup>-1</sup>	Használsz-e a mérést a $k_H$ kiszámolásakor?	
					Igen	Nem
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<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO:**

Mérés száma	Kezdeti [H <sup>+</sup> ], M	Kezdeti [I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M	Kezdeti [(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M	A I <sub>3</sub> <sup>-</sup> fogyásának átlagos sebessége, M s <sup>-1</sup>	Használsz-e a mérést a $k_D$ kiszámolásakor?	
					Igen	Nem
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"/>

Név:

Kód: HUN-

d. Mi az egész számokkal kifejezett reakciórend az aceton, a trijodid-, és a hidrogénion esetén?

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

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

e. Számítsd ki a reakciósebességi állandót ( $k_H$ ) az aceton,  $(CH_3)_2CO$  esetére! Tüntesd fel a mértékegységet is!

$k_H =$
---------

f. Számítsd ki a reakciósebességi állandót ( $k_D$ ) az aceton- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$  esetére! Számítsd ki a  $k_H/k_D$  arányt (a reakció izotópeffektusát)!

$k_D =$
$k_H/k_D =$

Név:

Kód: HUN-

**g.** A kinetikai eredményekből és az izotópeffektus hatásából bizonyos következtetéseket le tudsz vonni a reakció mechanizmusára nézve. Alább van egy javasolt mechanizmus az aceton jódozására. Az egyik reakció a sebességmeghatározó lépés. Az előtte levő lépések gyorsan beálló és a kiindulási anyagok irányába erősen eltolódott egyensúlyoknak tekinthetők.

Az első kitöltendő oszlopba tegyél egy pipát (✓), ha a *kísérletileg megállapított sebességi törvény* (a d pontból) alapján az a lépés **lehet** sebességmeghatározó. Tegyél **X**-et, ha az a lépés **nem lehet** sebességmeghatározó az általad kapott sebességi törvény alapján! A második kitöltendő oszlopba akkor tegyél egy pipát (✓), ha a *kísérletileg megállapított izotópeffektus* (az f pontból) alapján az a lépés **lehet** sebességmeghatározó. Tegyél **X**-et, ha az a lépés nem lehet sebességmeghatározó az általad kapott izotópeffektus alapján!

	Lehet-e sebességmeghatározó a sebességi törvény alapján?	Lehet-e sebességmeghatározó az izotópeffektus alapján?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

## Instrukciók (2. feladat)

- A 2. feladat leírása válaszlappal együtt **13** oldalból áll.
- 15 perced van arra, hogy a feladat megkezdése előtt elolvasd a feladatlapot.
- Az **2. feladat elvégzésére 2 óra 45 perced** lesz. A munkád megtervezésekor vedd figyelembe, hogy az egyik lépésnél 30 perced kell várnod!
- Csak a **START** utasítás elhangzása után kezdhetsz dolgozni! A végén azonnal abba kell hagynod a munkát, ha elhangzik a **STOP** utasítás. 5 perces késés a gyakorlati munka teljes törlését eredményezi. A **STOP utasítást** követően **várj a helyeden!** A felügyelő ellenőrzi a laborasztalodat. A következőket **hagyd az asztalodon**:

Feladat- és válaszlappokból álló füzet (vagyis ez, amit olvasol)

A kódoddal ellátott, lezárható, műanyag tasak, amelyben a TLC lap van

A "Product" címkéjű fiola

- Tartsd be az IChO szabályzat **biztonsági előírásait!** A laboratóriumi tartózkodásod teljes időtartama alatt **viselj védőszemüveget** vagy – ha engedélyezik – a saját szemüveget! A kiadott pipettalabdát használd! Használhatsz **kesztyűt** a vegyszerekkel való munkához.
- Ha megszeged a biztonsági előírásokat, a laborfelügyelő **CSAK EGYSZER FIGYELMEZTET**. A második esetben kidobnak a laborból és a teljes gyakorlati munkádra nulla pontot kapsz.
- Ne habozz szólni a laborfelügyelőnek, ha kérdésed van a biztonsági előírásokkal kapcsolatban vagy ha el kell hagynod a termet!
- Csak a számodra kijelölt helyen dolgozhatsz.
- Csak a kiadott tollat használd a válaszlapp kitöltésére és ne a ceruzát!
- Csak a kapott számológépet használd!
- Minden eredményedet a válaszlapp megfelelő területére írd! A területen kívül eső írományokat nem értékeljük. Ha piszkozatot akarsz készíteni, használd a lapok hátoldalát!
- A kupakos reakcióedényeket a "**Used Vials**" címkéjű gyűjtőbe helyezd!
- Az elhasznált oldatokat a "**Liquid Waste**" címkéjű gyűjtőbe öntsd!
- Az első **vegyszer- vagy eszközpótlásért** még nem kapsz büntetőpontot. Minden további "baleset" esetén **1 pontot veszítesz** a 40 pontos gyakorlati pontszámodból.

A hivatalos angol változatot bármikor elkérheted a verseny során, ha valami nem világos.



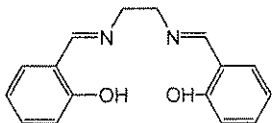
## Vegyszerek és eszközök (2. feladat)

### Vegyszerek és anyagok (a konkrét feliratok vastag betűvel)

	R mondat <sup>+</sup>	S mondat <sup>+</sup>
<b>(salen)H<sub>2</sub></b> , <sup>a</sup> ~1,0 g <sup>b</sup> fiolában	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
<b>Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 4H<sub>2</sub>O</b> , ~1,9 g <sup>b</sup> fiolában	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
<b>Lithium chloride solution</b> , LiCl, 1 M etanolos oldat, 12 ml egy kis üvegben	R11 R36/38	S9 S16 S26
<b>Ethanol</b> , etanol, 70 ml egy kis üvegben	R11	S7 S16
Aceton, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, 100 ml egy üvegben	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
<b>(salen*)MnCl<sub>x</sub></b> , <sup>c</sup> ~32 ml ~3,5 mg/ml <sup>b</sup> oldat egy kis üvegben		
KI <sub>3</sub> , ~0,010 M vizes oldat, <sup>b</sup> 50 ml egy "I <sub>2</sub> " feliratú üvegben		
<b>Ascorbic Acid</b> , ~0,030 M vizes aszkorbinsav-oldat, <sup>b</sup> 20 ml egy kis üvegben		
<b>1% Starch</b> , vizes keményítőoldat, 2 ml egy kis üvegben		
<b>TLC lap</b> – egy 5 cm × 10 cm szilikagél lap műanyag zacskóban		

<sup>+</sup> Az R és S mondatok a 15. oldalon vannak.

<sup>a</sup> (salen)H<sub>2</sub>:



<sup>b</sup> A pontos érték a címkén található.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (a két R megegyezik, vagy H, vagy COOH vagy SO<sub>3</sub>H):



**Eszközök****Közös: Mérleg**

- Két állvány és fogók a kódoddal megjelölt fülkében
- Egy keverős rezsó
- Egy 30 cm-s vonalzó
- Egy ceruza

**Kit #2:**

- Két 250 ml-es Erlenmeyer-lombik
- Egy 50 ml-es mérőhenger
- Egy 20 mm-es tojásalakú mágneses keverőbaba
- Egy Hirsch-tölcsér
- Kis szűrőpapírkarikák Hirsch-tölcsérhez és nagyok a TLC kamrához
- Egy 125 ml-es szívópalack
- Gumikónusz és adapter a szívópalackhoz
- Egy 0,5 l-es műanyag kád a jégfürdőnek
- Egy üvegbot
- Két 1 ml-es polietilén pipetta (ld. a rajzot)
- Egy műanyag spatula
- Egy üres 4 ml-es kupakos fiola "Product" felirattal a terméked számára

**Kit #3:**

- Három kis csavaros fiola a TLC oldatoknak
- Tíz rövid kapilláris (100 mm) a TLC-hez
- Egy óraüveg (a TLC kamrához)
- Egy 250 ml-es főzőpohár TLC kamra gyanánt

**Kit #4:**

- Egy használatra készen összerakott 25 ml-es büretta a fülkében
- Egy kis műanyag tölcsér
- Négy 125 ml-es Erlenmeyer-lombik
- Egy pipettalabda
- Egy 10 ml-es pipetta
- Egy 5 ml-es pipetta



## 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.

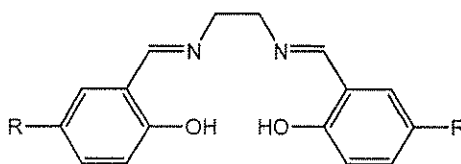
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

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

**2. feladat****Az egész 22%-a****Egy salen-mangán komplex előállítására és a termék képletének meghatározása**

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

A 3d átmeneti fémek bisz(szalicilaldehid)etilén-diimin (salen) ligandummal képzett komplexei hatékony katalizátorai különböző szerves kémiai redox reakcióknak.



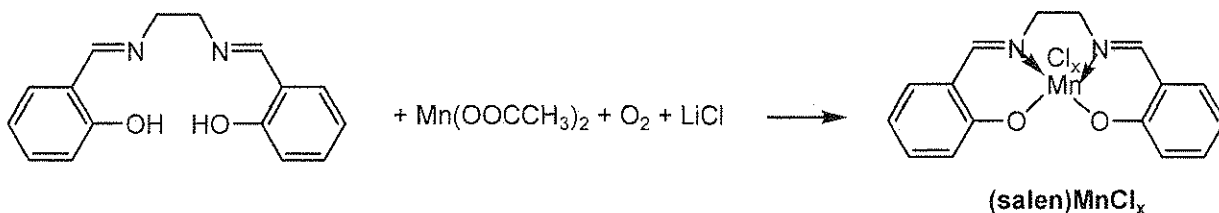
(salen) $H_2$ , R = H

(salen\*) $H_2$ , R = H, COOH, vagy  $SO_3H$

Ezen folyamatokban kulcsfontosságú, hogy a salen komplex stabilizálja a 3d elemek magasabb oxidációs számú formáit. Általában +2 és +5 közötti oxidációs számú mangánvegyületek képződhetnek a mangán-salen komplex előállításának körülményeitől függően. Ebben a feladatban egy mangán-salen komplexet kell előállítanod etanolos közegben (salen) $H_2$  és mangán(II)-acetát levegő és lítium-klorid jelenlétében történő reakciójával. Ilyen körülmények között egy (salen) $MnCl_x$  képletű komplexet kaphatsz, ahol  $x = 0, 1, 2$ , vagy  $3$ .

A feladatod lesz i) megadni a termék tömegét, ii) jellemezni az előállított vegyület tisztaságát vékonyréteg-kromatográfiával (TLC), illetve iii) meghatározni a fém oxidációs számát a komplexben jodometriás redox titrálással. A redox titráláshoz a vegyületed egy korábban, hasonló módon előállított analóg komplexének, a (salen\*) $MnCl_x$ -nek oldatát kapod meg. Ebben a mangán oxidációs száma megegyezik a termékedben lévővel, de a benzol gyűrűn lévő R-szubsztituens H, COOH, vagy  $SO_3H$  lehet.

*Olvasd el a feladat teljes leírását, és tervezd meg a munkád előtt nekilátsz! Több műveletet egyidőben kell végezned, hogy időre be tudd fejezni a feladatot!*

**Leírás:****A. A (salen)MnCl<sub>x</sub> előállítása**

- 1) Egy kis fiolába tegyél el 2-3 kristályt a (salen)H<sub>2</sub>-ből a későbbi TLC vizsgálathoz!
- 2) Az előre lemért, kb. 1,0 g-os (salen)H<sub>2</sub>-t vidd át egy mágneses keverőbabával ellátott 250 ml-es Erlenmeyer lombikba. Majd adj hozzá 35 ml abszolút etanolt.
- 3) Helyezd a lombikot a fűthető mágneses keverőre! Kevertetés mellett hevítsd addig, míg a szilárd anyag fel nem oldódik (általában ez csak a forrás közelében lévő etanolban történik meg). Ezután csökkentsd a fűtést úgy, hogy az elegy a forráspont közelében maradjon, de ne forrjon! Ne forrald az elegyet, mert így a lombik nyaka hideg marad! Ha a lombik kezdednek mégis forró lenne, a megfogáshoz használj egy összehajtogatott papírtörülőt!
- 4) Vedd le a lombikot a rezsóról és add hozzá az előre lemért, kb. 1,9 g-os Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O-t! Az elegy sötétbarna színű lesz. Rögvest tedd vissza a rezsóra a lombikot és folytasd a melegítést és kevertetést még 15 percig! Ne forrald az elegyet, mert így a lombik nyaka hideg marad!
- 5) Vedd le a lombikot a rezsóról és öntsd hozzá a kapott 1 M-es etanos LiCl oldatot (12 ml és feleslegben van). Tedd vissza a rezsóra a lombikot és folytasd a melegítést és kevertetést még 10 percig! Ne forrald az elegyet, mert így a lombik nyaka hideg marad!
- 6) Az idő letelte után vedd le a lombikot a rezsóról és tedd a jeges fürdőbe 30 percig kristályosodni. 5 percenként óvatosan vakard meg egy üvegbottal a lombik falát a folyadékszint alatt, hogy ezzel is elősegítsd a (salen)MnCl<sub>x</sub> kristályosodását! Az első kristályok megjelenhetnek rögtön a hűtés hatására vagy csak 10-15 perccel később.
- 7) A fülkékben lévő vákuumcsonkot (a hozzátartozó csapon „Vacuum” felirat található) használva szűrd ki a kristályos anyagot a kis Hirsch-tölcsér és szívópalack segítségével! A műanyag pipetta segítségével mosd pár csepp acetonnal a kristályokat, anélkül, hogy a vákuumot megszüntetnéd, majd további 10-15 percig levegő átszívattal szárítsd!
- 8) Ezután a termékedet kapard át az előre lemért „Product” feliratú fiolába, mérd meg a tömegét ( $m_p$ ) és jegyezd le lentebbi keretbe! Ezenkívül jegyezd le a szintézishez használt reagensek pontos tömegeit is: (salen)H<sub>2</sub> ( $m_s$ ), illetve Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O ( $m_{Mn}$ )!
- 9) A feliratozott fiolát helyezd el egy lezárható műanyag tasakba!

Név:

Kód: HUN-

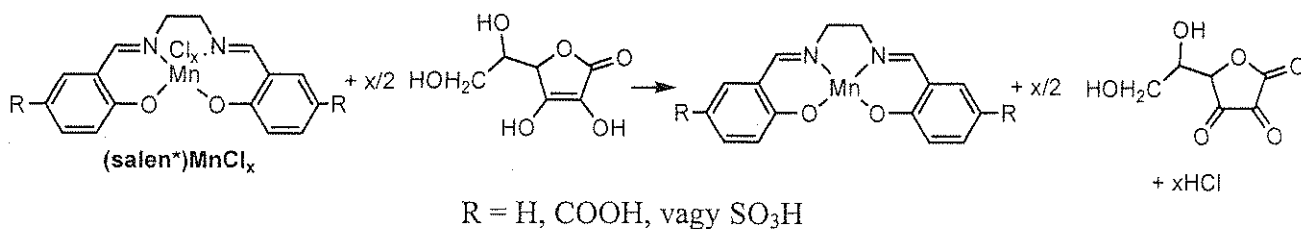
A termék üres fiolájának tömege: \_\_\_\_\_ g

A fiola tömege a szárított termékkel: \_\_\_\_\_ g

A termék tömege,  $m_p$ : \_\_\_\_\_ g

A (salen) $H_2$  fiolán feltüntetett tömege (a címkéről másold le),  $m_S$ :  
\_\_\_\_\_ g

A  $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$  fiolán feltüntetett tömege (a címkéről másold le),  $m_{Mn}$ :  
\_\_\_\_\_ g

**B. A kiadott (salen\*)MnCl<sub>x</sub> minta térfogatós elemzése****A pipettalabda használata**

- 1) Csatlakoztasd a labdát a pipettához!
- 2) Nyomd össze a gumilabdát!
- 3) Az oldat pipettába szívásához nyomd meg a felfelé nyíllal jelölt gombot!
- 4) Az oldat lombikba engedéséhez nyomd meg a lefelé nyíllal jelölt gombot!

**Megjegyzés:** A pipetták és büretták tiszták és használhatók öblítés nélkül!

- 1) Mérd 10,00 ml-t a kiadott (salen\*)MnCl<sub>x</sub> oldatból a 125 ml-es Erlenmeyer-lombikba az egyjelű pipettával!
- 2) Adj hozzá 5,00 ml aszkorbinsav oldatot és lóbálással alaposan keverd össze! Hagyd 3-4 percig állni a mintát!
- 3) Ezután további várakozás nélkül titrálj meg közvetlenül KI<sub>3</sub> oldattal 5 csepp 1%-os keményítő indikátor jelenlétében a mintát, hogy az aszkorbinsavat ne oxidálhassa a levegő! A kék vagy kékeszöld végpont színe legalább 30 másodpercig maradjon meg!
- 4) Ha idő engedi, még további 1-2 megismételt titrálással pontosítsd az elemzést!

Titrálásod/titrálásaid eredményét az alábbi táblázatba jegyezd le:

#	A bürettában lévő KI <sub>3</sub> oldat kezdeti térfogata, ml	A bürettában lévő KI <sub>3</sub> oldat végső térfogata, ml	A KI <sub>3</sub> oldat fogyásának térfogata, ml
1			
2			
3			

Név:

Kód: HUN-

i. Jegyezd le azt a  $\text{KI}_3$  térfogatot (kiválasztott és/vagy átlagolt) ml-ben, amit a  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$  moláris tömegének kiszámításához fogsz használni:

A  $\text{KI}_3$  oldat számoláshoz használt fogyása: \_\_\_\_\_ ml

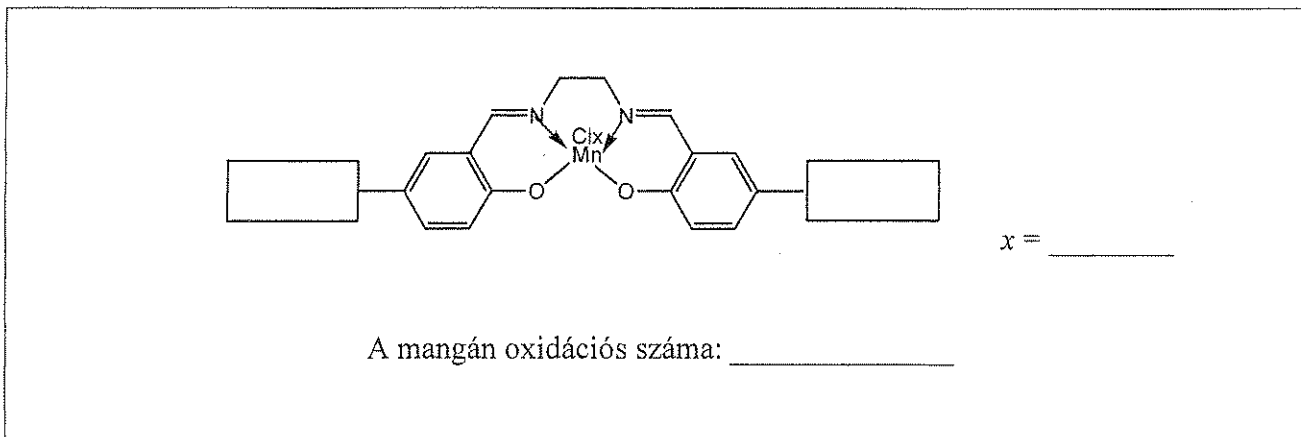
A  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$  oldat koncentrációja (az üveg címkéjéről): \_\_\_\_\_ mg/ml

Az aszkorbinsav oldat koncentrációja (az üveg címkéjéről): \_\_\_\_\_ M

Név:

Kód: HUN-

ii. A titrálási adataidból határozd meg az  $x$  értékét, a mangán oxidációs számát, illetve azonosítsd a salen\* ligandum szubsztituensét ( $R = H, COOH, SO_3H$ ). Tüntesd fel ezeket az eredményeket a következő keretbe:



R	$x$ értéke	(elméleti moláris tömeg)/ $x$ , g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO <sub>3</sub> H	1	517
SO <sub>3</sub> H	2	276
SO <sub>3</sub> H	3	196

**C. A (salen)MnCl<sub>x</sub> TLC-s jellemzése**

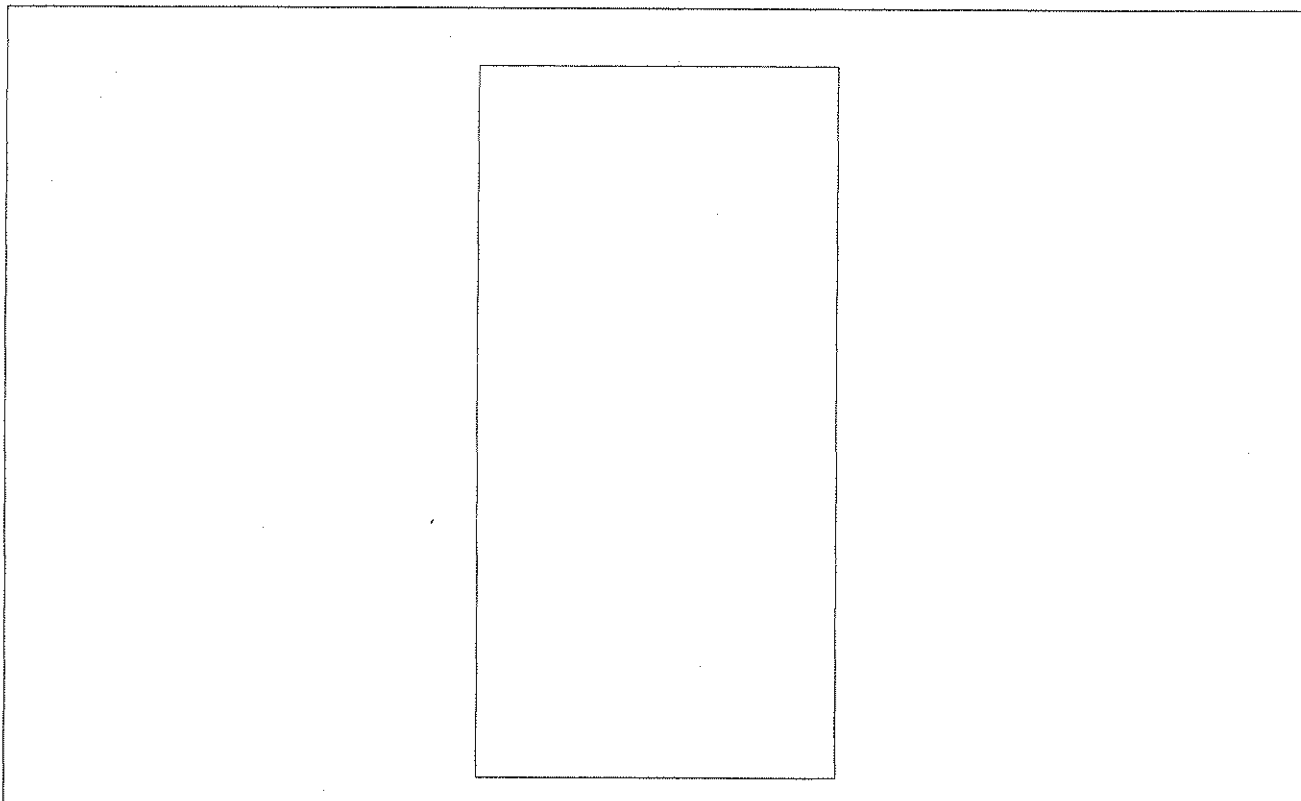
- 1) Oldj fel pár csepp abszolút etanolban néhány kristályt az általad készített (salen)MnCl<sub>x</sub>-ből, egy kis fiola és egy műanyag pipetta segítségével!
- 2) Oldj fel néhány kristály (salen)H<sub>2</sub>-t pár csepp abszolút etanolban egy másik fiolát használva!
- 3) Ha szükséges, ollót használva (a labor felügyelőtől kérjél) vágd le a TLC lapot a futtatóedény magasságához igazítva!
- 4) Hajtogasd vagy vágd le a nagy, kör alakú szűrőpapírt úgy, hogy a főzőpohárba téve lehetőleg annak a tetejéig érjen. Ennek segítségével telítheted a futtatókád gőzterét etanollal. Önts etanolt a főzőpohárba, és nedvesítsd meg vele a szűrőpapírt, majd önts 3-4 mm-es rétegben etanolt a pohár aljába. Fedd le a főzőpoharat óraüveggel!
- 5) Jelöld be a startpontokat!
- 6) Kapilláris segítségével cseppents mindkét oldatból a TLC lapra!
- 7) Futtasd meg a TLC lapot az óraüveggel lefedett főzőpohárban 10-15 percig!
- 8) Jelöld be ceruzával az oldószerfront vonalát, valamint a színes foltokat is a TLC lapon!
- 9) Szárítsd meg levegőn a TLC lapot, majd tedd be a lezárható műanyag tasakba!
- 10) Számítsd ki az  $R_f$  értéket mind a (salen)H<sub>2</sub>, mind a (salen)MnCl<sub>x</sub> esetére!



Név:

Kód: HUN-

i. Vázold a TLC lapot ide!



ii. Határozd meg és jegyezd le a  $(\text{salen})\text{H}_2$  és  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$   $R_f$  értékét!

$R_f$ ,  $(\text{salen})\text{H}_2$ : \_\_\_\_\_

$R_f$ ,  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ : \_\_\_\_\_

Amikor munkádat befejezted

- Öntsd a hulladék folyadékaidat a **Liquid Waste** feliratú gyűjtőbe!
- A használt fioláidat a **Broken Glass Disposal** feliratú gyűjtőbe!
- A használt tüvegeszközöket tedd vissza a megfelelő "Kit #2", "Kit #3" and "Kit #4" feliratú dobozokba!