



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Leiðbeiningar (Verkefni 1)

- Þetta próf inniheldur 10 blaðsíður með Verkefni 1 og svarblöðum.
- Þú hefur 15 mínútur til að lesa þetta hefti yfir áður en þú byrjar á tilrauninni.
- Þú hefur **2 klukkustundir og 15 mínútur** til að klára **Verkefni 1**.
- Þú mátt aðeins byrja þegar **START** skipunin hefur verið gefin. Þú verður að hætta að vinna um leið og **STOP** skipunin er gefin. Ef það tefst um 5 mínútur verður verklega prófið þitt dæmt ógilt. Eftir að **STOP skipunin** hefur verið gefin átt þú að **biða á þínu vinnusvæði**. Leiðbeinandi mun athuga vinnusvæðið þitt. Eftirfarandi hlutur á að **verða eftir á bekknum þínum**:
- Verkefnis/svar-heftið (þetta hefti)
- Ætlast er til að þú fylgir **öryggisreglum** sem eru í IChO-reglunum. Meðan þú ert í verklegu stofunni verður þú að vera með **öryggisgleraugu** eða þín eigin gleraugu ef þau hafa verið samþykkt. Þú mátt nota **hanska** þegar þú meðhöndlar efni.
- Þú færð aðeins **EINA VIÐVÖRUN** frá leiðbeinanda ef þú brýtur öryggisreglur. Í annað skiptið verður þú rekin(n) úr stofunni og þú færð null stig fyrir allan verklega hlutann.
- Ekki hika við að spyrja leiðbeinandann ef þú hefur einhverjar spurningar varðandi öryggisatriði eða ef þú þarft að yfirgefa stofuna.
- Þú mátt aðeins vinna á því svæði sem þér er úthlutað.
- Notaðu aðeins pennann sem þú færð, ekki blýant, til að svara spurningum.
- Notaðu reiknivélina sem þú fékkst.
- Allar niðurstöður verður að rita í viðeigandi reiti á svarblöðunum. Ekki verður farið yfir það sem ritað er annars staðar. Notaðu baksíðurnar ef þú þarft að rissblað.
- Notaðu ílátið merkt "**Used Vials**" til að henda lokuðum glösum með hvarflausnum.
- Notaðu ílátið merkt "**Liquid Waste**" til að henda úrgangslausnunum (waste solutions).
- Notaðu ílátið merkt "**Broken Glass Disposal**" til að henda ampúlubrotum.
- Efni og tilraunaáhöld sem tapast eða skemmast **verða bætt** án refsingar aðeins í fyrsta tilviki. Ef það gerist aftur verður **refsað um 1 stig** af 40 í verklega prófinu fyrir hvert skipti.
- Þú mátt biðja um opinberu ensku útgáfuna af þessu prófi til frekari glöggvunar.

Nafn:

Kóði:

Efni og áhöld (Verkefni 1)

Efni og lausnir (merkingin sem er á hverjum hlut er sýnd með feitletri)

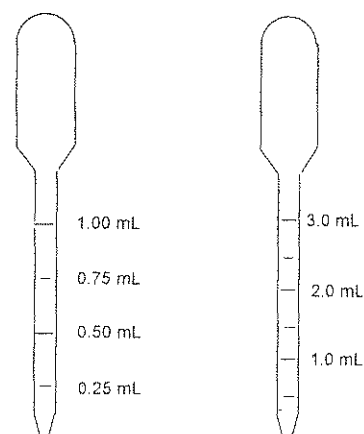
	Áhættuþáttur (Risk Phrase) [†]	Öryggisþáttur (Safety Phrase) [†]
~2 M HCl, * vatnslausn, 50 mL í flösku	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI ₃ , * vatnslausn, 10 mL í flösku merkt "I ₂ ".		
Acetone, (CH ₃) ₂ CO, M = 58,08 g mol ⁻¹ , eðlismassi = 0,791 g mL ⁻¹ , 10,0 mL í glasi	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d ₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64,12 g mol ⁻¹ , eðlismassi = 0,872 g mL ⁻¹ , 3,0 mL í ampúlu sem hefur verið skorin	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

[†] Sjá blaðsíðu 3 fyrir skilgreiningar á áhættu- og öryggisþáttum.

* Nákvæmur mólstyrkur er sýndur á merkimiðanum, þar sem styrkurinn er ritaður fyrir framan nafnið á efninu.

Áhöld - Kit #1

- Ein glerflaska fyllt með eimuðu vatni
- Fimmtán 20-mL glös með skrúftappa með Teflon-pakkningu
- Tíu 1-mL pólýetýlen-plast flutningspípettur kvarðaðar á 0,25 mL millibili (sjá mynd til hægri).
- Tíu 3-mL pólýetýlen-plast flutningspípettur kvarðaðar á 0,50 mL millibili (sjá mynd til hægri).
- Einn stafrænn tímamælir (skeiðklukka)



Nafn:

Kóði:

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

Nafn:

Kóði:

Verkefni 1

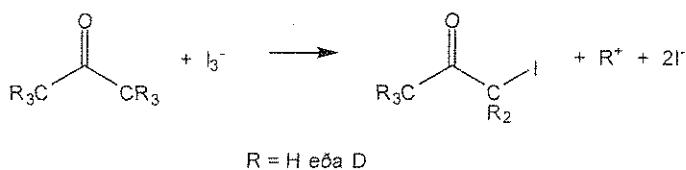
18% af heildarstigum

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

Hraðafræði, samsætuáhrif, og hvarfgangur fyrir joðun acetons

Uppgötvanir á hvarfgangi efnahvarfa er undirstaða framfara á sviði efnahvötunar og efnasmíði. Ein öflugasta aðferðin við að finna hvarfganga eru hraðafræðirannsóknir, vegna þess að hvernig hvarfhraði breytist með hvarfaðstæðum er háð hvarfgangi viðkomandi hvarfs. Önnur öflug aðferð eru rannsóknir á mismunandi samsætum sameinda. Þótt samsætur séu álíka hvarfgjarnar er smá munur á hvarfhraðanum, sem fall af kjarnamassa.

Í þessu verkefni munuð þið notfæra ykkur bæði hraðafræði og samsætuáhrif til að afla upplýsinga um joðun acetons í súrri lausn:



Um hvarfið gildir hraðalögmálið

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

þar sem hraðafastinn k og heiltöluhvarfstigin (integer reaction orders) m , n og p eru stærðir sem þú átt að ákvarða. Þú átt einnig bera saman hvarfgirni acetones og acetone- d_6 , þar sem sex prótónum (protium atoms, ^1H) hefur verið skipt út fyrir deuterium (^2H , D), til að ákvarða samsætuáhrif (k_H/k_D) hvarfsins. Út frá þessum upplýsingum munt þú síðan draga ályktanir um hvarfgang þessa hvarfs.

Vinsamlegast lestu allan vinnuseðilinn og skipuleggðu vinnu þína áður en þú hefst handa.

Nafn:

Kóði:

Framkvæmd

Hvarfhraðar eru háðir hitastigi. Skráðu hitastigið inni í stofunni þar sem þú framkvæmir verkefnið (spurðu leiðbeinandann):

°C

Leiðbeiningar fyrir notkun á stafrænni skeiðklukku

- (1) Ýttu á [MODE] hnappinn þar til textinn COUNT UP birtist á skjánum.
- (2) Ýttu á [START/STOP] hnappinn til að hefja tímatöku.
- (3) Ýttu aftur á [START/STOP] hnappinn til að stöðva tímatöku.
- (4) Ýttu á [CLEAR] hnappinn til að hreinsa.

Almenn verklýsing

Mældu rúmmál sem þú velur af hydrochloric acid, eimuðu vatni og potassium triiodide lausn (merkt sem "I₂") í hvarfilát. Upphafsstyrkir efnanna í hvarfblöndunni eiga að vera á þeim bilum sem gefin eru hér fyrir neðan: (þú þarf ekki að kanna allt styrkbilið sem gefið er en gildin þín eiga ekki að vera langt utan þess)

[H⁺]: Milli 0,2 og 1,0 M

[I₃⁻]: Milli 0,0005 og 0,002 M

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

Til að koma hvarfi af stað skaltu bæta því rúmmáli af acetone sem þú hefur valið út í lausnina sem inniheldur hin hvarfefnin, settu lokið fljótt á, byrjaðu tímatöku, hristu glasið einu sinni kröftulega og leggðu það síðan frá þér á hvítan bakgrunn. Skráðu þau rúmmál sem þú notaðir af hvarfefnunum í töfluna sem gefin er í lið (a). Þegar hvarf er sett af stað og keyrt, skaltu ekki halda í glasið fyrir neðan yfirborð vökvans. Hægt er að fylgjast með framvindu hvarfsins með því að horfa á hvernig gulbrúnn litur trýjoðíð jónarinnar hverfur. Skráðu niður tímenn sem tekur litinn að hverfa. Þegar hvarfinu er lokið skaltu leggja glasið til hliðar. Hafðu glasið lokað áfram svo jóðóacetone gufur leiki ekki um þig.

Endurtaktu með mismunandi styrk efnanna eins oft og þú telur þörf á. Skráðu niður þá styrki sem þú notar í töflurnar í lið (c) hér fyrir neðan. *Visbending: breyttu einum styrk í einu.*

Nafn:

Kóði:

Þegar þú hefur kannað hvarfhraða fyrir acetone skaltu kanna hvarfhraða fyrir acetone- d_6 . Athugaðu að þú fékkst riflegt magn af acetone en þú færð einungis 3,0 mL af acetone- d_6 vegna þess hversu dýrt það er. Þess vegna kostar eitt refsistig að fá áfyllingu af acetone- d_6 . **Þegar þú þarft að nota þetta efni skaltu rétta upp hönd. Þá mun leiðbeinandinn koma og opna ampúluna fyrir þig.** Að jafnaði eru efnahvörf deuterium-setinna efna hægari en efnahvörf próton-setinna efna. Þess vegna er mælt með að nota hvarfaðstæður sem stuðla að hraðari hvörfum þegar unnið er með $(CD_3)_2CO$.

Þegar þú hefur lokið vinnu þinni:

- Tæmdu vatnsflöskuna og settu hana ásamt öðrum ónotuðum áhöldum aftur í kassann merktum "Kit #1";
- Settu notaðar pípettur og notuðu lokuðu glösin í merktar fötur sem eru staðsettar í loftræstiskápum (hoods).
- Hentu ampúlubrotum í fötu merkta "**Broken Glass Disposal**".

Þú mátt ganga frá vinnusvæðinu þínu eftir að STOP skipun hefur verið gefin.

Nafn:

Kóði:

a. Skráðu niðurstöður fyrir acetone, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, í töfluna fyrir neðan. Þú þarft ekki að fylla út alla töfluna.

Mæling #	Rúmmál HCl lausnar, mL	Rúmmál H_2O , mL	Rúmmál I_3^- lausnar, mL	Rúmmál $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	Tími þar til I_3^- hverfur, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Skráðu niðurstöður fyrir acetone- d_6 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, í töfluna fyrir neðan. Þú þarft ekki að fylla út alla töfluna.

Mæling #	Rúmmál HCl lausnar, mL	Rúmmál H_2O , mL	Rúmmál I_3^- lausnar, mL	Rúmmál $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	Tími þar til I_3^- hverfur, s
1d					
2d					
3d					
4d					

Nafn:

Kóði:

e. Notaðu meðfylgjandi töflur til að reikna styrk og meðalhraða þeirra hvarfa sem þú hefur kannað. Gerðu ráð fyrir að rúmmál hvarrar hvarfblöndu sé jafnmikið og samanlagt rúmmál þeirra efna sem hún samanstendur af. Þú þarft ekki að nota allar þínar mælingar til að reikna k (hluti e og f), en þú þarft að tilgreina hvaða mælingu eða mælingar þú notar í útreikningum með því að haka í viðeigandi reit í dálkinum lengst til hægri.

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

Mæling #	Upphafs $[\text{H}^+]$, M	Upphafs $[\text{I}_3^-]$, M	Upphafs $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	Meðalhraði brotthvarfs I_3^- , M s^{-1}	Mæling notuð til að reikna k_{H} ?	
					Já	Nei
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"/>

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

Mæling #	Upphafs $[\text{H}^+]$, M	Upphafs $[\text{I}_3^-]$, M	Upphafs $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	Meðalhraði brotthvarfs I_3^- , M s^{-1}	Mæling notuð til að reikna k_{D} ?	
					Já	Nei
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"/>

Nafn:

Kóði: ISL

d. Tilgreindu heiltöluhvarfstigin fyrir acetone, tríjóðíð og vetnisjón.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Reiknaðu hraðafastann k_H fyrir acetone hvarfið, $(CH_3)_2CO$, og sýndu einingar.

$k_H =$

f. Reiknaðu hraðafastann k_D fyrir acetone- d_6 hvarfið, $(CD_3)_2CO$, og reiknaðu gildið á k_H/k_D (samsætuáhrif hvarfsins).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Nafn:

Kóði: 136

g. Út frá gögnum frá hraða- og samsætumælingum má draga ákveðnar ályktanir um hvarfganginn. Hér fyrir neðan er skynsamlegur hvarfgangur fyrir jónun acetons. Eitt þessara hvarfa er hraðaákvarðandi skref (rate-determining step, R.D.S.), og öll undangengin skref ná fljótt jafnvægi sem liggur hvarfefnamegin.

Í reitinn í fremri dálkinum hægra megin við hvert skref skaltu setja hak (✓) ef *mælda hraðalögmálið þitt* (hluti **d**) er **í samræmi** við að skrefið sé hraðaákvarðandi en **X** ef hraðalögmálið er **í ósamræmi** við að skrefið sé hraðaákvarðandi. Í reitinn í seinni dálkinum hægra megin við hvert skref skaltu setja hak (✓) ef *mældu samsætuáhrif þín* (hluti **f**) eru **í samræmi** við að skrefið sé hraðaákvarðandi en **X** ef samsætuáhrifin eru **í ósamræmi** við að skrefið sé hraðaákvarðandi.

	R.D.S. í samræmi við hraðalögmál?	R.D.S. í samræmi við samsætuáhrif?
<chem>CC(=O)C + H3O+ >> CC(=O)[OH+] + H2O</chem>		
<chem>CC(=O)[OH+] + H2O >> CC(O)C + H3O+</chem>		
<chem>CC(O)C + I3- >> CC(O)[OH+]CI + 2 I-</chem>		
<chem>CC(O)[OH+]CI + H2O >> CC(=O)CI + H3O+</chem>		

Leiðbeiningar (Verkefni 2)

- Þetta verkefni er 13 blaðsíður með lotukerfi, Verkefni 2 og svarblöðum.
- Þú hefur 15 mínútur til að lesa þetta hefti yfir áður en þú byrjar á tilrauninni.
- Þú hefur **2 klukkustundir og 45 mínútur** til að klára **Verkefni 2**. Þegar þú skipuleggur vinnu þína, athugaðu þá að eitt skrefið tekur 30 mínútur.
- Þú mátt aðeins byrja þegar **START** skipunin hefur verið gefin. Þú verður að hætta að vinna um leið og **STOP** skipunin er gefin. Ef það tefst um 5 mínútur verður verklega prófið þitt dæmt ógilt. Eftir að **STOP skipunin** hefur verið gefin átt þú að **biða á þínu vinnusvæði**. Leiðbeinandi mun athuga vinnusvæðið þitt. Eftirfarandi hlutir eiga að **verða eftir á bekknum þínum**:

Verkefnis/svar-heftið (þetta hefti)

Ein TLC-plata í zipper-plastpoka með stúdenta-kóða

Glas merkt “Product”

- Ætlast er til að þú fylgir **öryggisreglunum** sem eru í IChO-reglunum. Meðan þú ert í verklegu stofunni verður þú að vera með **öryggisgleraugu** eða þín eigin gleraugu ef þau hafa verið samþykkt. Notaðu gúmmíbelginn (**pipette filler bulb**) sem þú færð. Þú mátt að nota **hanska** þegar þú meðhöndlar efni.
- Þú færð aðeins **EINA VIÐVÖRUN** frá leiðbeinanda ef þú brýtur öryggisreglur. Í annað skiptið verður þú rekin(n) úr stofunni og þú færð núll stig fyrir allan verklega hlutann.
- Ekki hika við að spyrja leiðbeinandann ef þú hefur einhverjar spurningar varðandi öryggisatriði eða ef þú þarft að yfirgefa stofuna.
- Þú mátt aðeins vinna á því svæði sem þér er úthlutað.
- Notaðu aðeins pennann sem þú færð, ekki blýant, til að svara spurningum.
- Notaðu reiknivélina sem þú fékkst.
- Allar niðurstöður verður að rita í viðeigandi reiti á svarblöðunum. Ekki verður farið yfir það sem ritað er annars staðar. Notaðu baksíðurnar ef þú þarft að rissblað.
- Notaðu ílátið merkt **“Broken Glass Disposal”** til að henda notuðum glösum.
- Notaðu ílátið merkt **“Liquid Waste”** til að henda úrgangslausnunum (waste solutions).
- Efni og tilraunaáhöld sem tapast eða skemmast **verða bætt** án refsingar aðeins í fyrsta tilviki. Ef það gerist aftur verður **refsað um 1 stig** af 40 í verklega prófinu fyrir hvert skipti.
- Þú mátt biðja um opinberu ensku útgáfuna af þessu prófi til frekari glöggvunar.

Nafn:

Kóði:

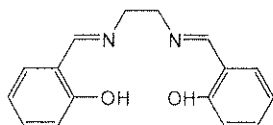
Efni og áhöld (Verkefni 2)

Efni og lausnir (merkingin sem er á hverjum hlut er sýnd með feitletri)

	Áhættuþáttur (Risk Phrase) [†]	Öryggisþáttur (Safety Phrase) [†]
(salen)H ₂ , ^a ~1,0 g ^b í glasi	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH ₃) ₂ ·4H ₂ O, ~1,9 g ^b í glasi	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride lausn, LiCl, 1M lausn í etanóli, 12 mL í flösku	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol, 70 mL í flösku	R11	S7 S16
Acetone, (CH ₃) ₂ CO, 100 mL í flösku	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl _x , ^c ~32 mL af ~3,5 mg/mL ^b lausn í flösku		
KI ₃ , ~0,010 M vatnslausn, ^b 50 mL í flösku, merkt "I ₂ ".		
Ascorbic Acid, ~0,030 M vatnslausn, ^b 20 mL í flösku		
1% Starch, vatnslausn, 2 mL í flösku		
TLC plate – ein 5 cm × 10 cm kísilgel plöturæma í zipper-plastpoka		

[†] Sjá blaðsíðu 15 fyrir skilgreiningar á áhættu- og öryggisþáttum.

^a (salen)H₂:



^b Nákvæmt gildi kemur fram á merkimiðanum.

^c (salen*)MnCl_x (báðir R hóparnir eru þeir sömu en þeir geta verið H, eða COOH, eða SO₃H):



Nafn:

Kóði:

Áhöld

Sameiginleg notkun: Vog (Balance)

- Tveir **járnstandar** með **klemmum**, staðsettir í loftræstiskápnnum merktum þínum kóða
- Einn **hitaplötu-hærari** (hotplate stirrer)
- Ein **300 mm reglustika**
- Einn **blýantur**

Kit #2:

- Tvær **250 mL keiluflöskur** (**Erlenmeyer flöskur**; ein fyrir efnasmíði, ein fyrir kristöllum)
- Eitt **kvarðað mæliglas** (graduated cylinder), 50 mL
- Einn **20 mm langur egg-laga segull** (magnetic stirring bar)
- Ein **Hirsch-trekt**
- Hringlaga **filterpappír** fyrir Hirsch-trekt og TLC-ker
- Ein **125 mL sogflaska** fyrir sogsíun (vacuum filtration)
- **Gúmmí þéttihringur** (Rubber adapter) fyrir sogflösku
- Eitt **0,5 L plastfat** fyrir ísbað
- Einn **glerstafur**
- Tvær **1 mL flutningspípettur** úr plasti (sjá mynd til hliðar)
- Einn **plastspaði** (plastic spatula)
- Eitt **tómt 4 mL glas** með **plasttappa** merkt "Product" fyrir myndefni úr hvarfi



Kit #3:

- Þrjú **tóm lítil glös** með **skrúftappa** (fyrir TLC lausnir)
- Tíu **stutt hárpípurör** (capillary tubes, 100 mm) fyrir TLC bletti (TLC spotters)
- Eitt **úrgler** (watch glass) fyrir TLC-ker
- Eitt **250 mL bikarglas** fyrir TLC-ker

Kit #4:

- Ein **25 mL búretta**, samsett og tilbúin til notkunar
- Ein **lítil plast-trekt**
- Fjórar **125 mL keiluflöskur** (Erlenmeyer flasks)
- Einn **gúmmíbelgur** fyrir pípettur
- Ein **10 mL belgpípetta** (volumetric pipette)
- Ein **5 mL belgpípetta** (volumetric pipette)

Nafn:

Kóði:

Áhættu- og öryggisþættir (Verkefni 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

Nafn:

Kóði:

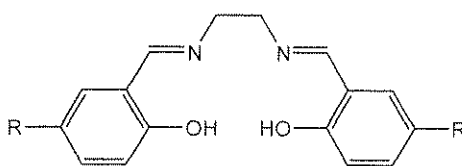
Verkefni 2

22% af heild

Efnasmíði Salen-mangan kompleks og ákvörðun á formúlu myndefnis

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

Hliðarmálmkomplexar af 3d-blokk frumefnunum með bis(salicyliden)etýlendíamín (salen) tengli (ligand), reynast vera virkir hvatar í ýmsum oxunar-afoxunar hvörfum í lífrænum efnasmíðum.



(salen)H₂, R = H

(salen*)H₂, R = H, COOH, eða SO₃H

Hæfni salen-tengils til að stöðga (stabilize) há oxunarstig 3d-blokk frumefna er mikilvæg í efnafræði. Sér í lagi er hægt að mynda efnasambönd mangans með oxunarstig +2 til +5, allt eftir því hverjar hvarfaðstæður eru þegar mangan-salen komplexinn er myndaður. Í þessu verkefni átt þú að búa til mangan-salen komplex með því að hvarfa (salen)H₂ við Mn(II)acetat í etónóli í lofti í viðurvist lithium chloride. Við þessar aðstæður gætir þú fengið complex með formúluna (salen)MnCl_x, þar sem x = 0, 1, 2, eða 3.

Þú þarft að: i) ákvarða massa myndefnis, ii) greina hreinleika efnisins sem búið er til með þunnlagsskiljun (TLC), og iii) ákvarða oxunarstig málmisins í komplexnum með jöðómetrískri afoxunartítrun. Fyrir afoxunartítrunina færð þú lausn með forsmíðuðu efnasambandi, (salen*)MnCl_x, sambærilegt við efnið sem þú útbýrð. Manganatómið hefur þar sama oxunarstig og í þínu myndefni, en R-sethóparnir á bensenhringnum eru ýmist H, COOH, eða SO₃H.

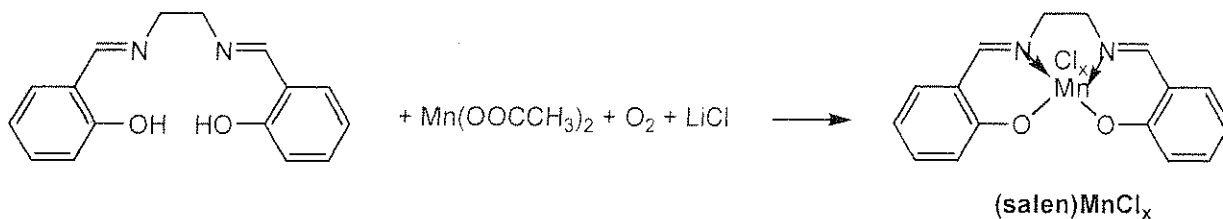
Vinsamlegast lestu alla lýsinguna fyrir framkvæmd þessa verkefnis og skipulegðu vinnu þína áður en þú byrjar. Sumar aðgerðirnar verður að framkvæma samhliða svo að hægt sé að ljúka verkefninu tímalega.

Nafn:

Kóði:

Framkvæmd:

A. Efnasmíði (salen)MnCl_x



- 1) Settu 2-3 kristalla af (salen)H₂ til hliðar í lítið glas til að nota seinna fyrir TLC-tilraunina.
- 2) Settu segul í 250 mL keilufloesku og helltu síðan forvigtaða ~1,0-g sýninu af (salen)H₂ út í floeskuna. Bættu út í hvarfefnið 35 mL af absolute etanóli.
- 3) Settu floeskuna á hitaplötu/hrærarann. Hitaðu innihaldið með jafnri hrærslu þar til fasta efnið leysist upp (venjulega er allt uppleyst þegar etanólið er við það að sjóða). Lækkaðu þá hitastigsstillinguna þannig að blandan haldist nærri en undir suðumarki. Ekki sjóða blönduna svo að floeskuhálsinn haldist kaldur. Ef floeskuhálsinn er of heitur til að halda um með berum höndum notaðu þá samanbrotna pappírþurrku.
- 4) Taktu floeskuna af hitaplötunni og bættu út í hana forvigtaða ~1,9-g sýninu af Mn(OAc)₂·4H₂O. Dökkbrúnn litur mun myndast. Settu floeskuna strax aftur á hitaplötuna; haltu áfram að hita og hræra í 15 mínútur. Ekki láta blönduna sjóða svo að floeskuhálsinn haldist kaldur.
- 5) Taktu floeskuna af hitaplötunni og helltu ofan í hana 1M LiCl í etanól lausninni (12 mL, yfirmagn). Settu floeskuna aftur á hitaplötuna; haltu áfram að hita og hræra í 10 mínútur. Ekki láta blönduna sjóða svo floeskuhálsinn haldist kaldur.
- 6) Taktu floeskuna af hitaplötunni eftir þennan tíma og settu hana í ísbað fyrir kristöllun í 30 mínútur. Skrapaðu innri vegg floeskunnar sem eru ofan í lausninni á 5 mínútna fresti með glerstaf til að flýta fyrir kristöllun (salen)MnCl_x. Fyrstu kristallarnir geta myndast strax við kælingu eða ekki fyrr en eftir 10-15 mínútur.
- 7) Notaðu soglínuna (vacuum line) sem er í loftræstiskápnunum (hood, kraninn er merktur "Vacuum") og sogsíaðu (suction filter) kristallaða fasta efnið sem myndaðist, með Hirsch-trekt og sogflösku. Notaðu flutningspípettu til að skola fasta efnið með nokkrum dropum af acetone án þess að aftengja floeskuna frá soglínunni, og hafðu sogið á í 10-15 mínútur til að loftþurrka.
- 8) Settu fasta myndefnið í forvigtaða glasið merkt "Product". Ákvarðaðu og skráðu næst massa myndefnisins, m_p , í reitinn hér að neðan. Skráðu einnig massa eftirfarandi hvarfefna sem voru notuð í efnasmíðinni: (salen)H₂, m_S , og Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} .
- 9) Settu merкта glasið með myndefninu í zipper-poka.

Nafn:

Kóði:

Massi tóma glassins fyrir myndefnið: _____ g

Massi glassins með þurrkaða myndefninu: _____ g

Massi myndefnisins, m_p : _____ g

Massi $(\text{salen})\text{H}_2$ sem er ritaður á merkmiða glassins (endurritaðu af miðanum), m_S :

_____ g

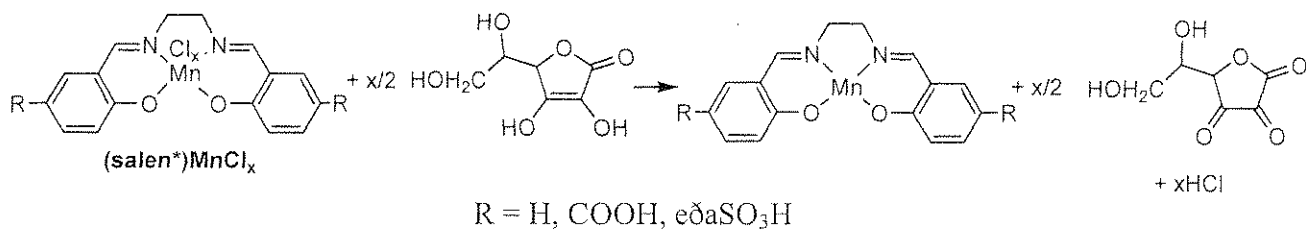
Massi $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sem er ritaður á merkmiða glassins (endurritaðu af miðanum), m_{Mn} :

_____ g

Nafn:

Kóði:

B. Títrunargreining á (salen*)MnCl_x sýni sem er afhent



Notkun gúmmíbelgs

- 1) Tengdu gúmmíbelginn við pípettu
- 2) Kreistu ákveðið gúmmíbelginn
- 3) Kreistu upp-örina til að sjúga lausn upp í pípettuna sem tengd er við belginn
- 4) Kreistu niður-örina svo að lausnin geti runnið úr pípettunni í viðeigandi flösku

Athugaðu: Pípetturnar og búretta eru tilbúnar til notkunar.

- 1) Settu 10,00 mL af (salen*)MnCl_x lausninni í 125 mL keiluflösku með belgpípettu (volumetric pipette).
- 2) Bættu í þessa lausn 5,00 mL af ascorbic acid lausn og blandaðu vel saman. Láttu lausnina standa í 3-4 mínútur.
- 3) Ekki bíða of lengi til að koma í veg fyrir að O₂ oxi ascorbic acid, og títraðu lausnina strax með KI₃ lausninni. Notaðu 5 dropa af 1% sterkjulausn sem litvísi (indicator). Blár til blár-grænn endapunktur ætti að haldast í a.m.k. 30 sekúndur.
- 4) Ef tími leyfir, framkvæmdu 1-2 títranir til viðbótar til að bæta áreiðanleika greiningarinnar. Færðu niðurstöður títrana þinna í töfluna hér fyrir neðan:

#	Upphafsrúmmál af KI ₃ lausn í búrettu, mL	Lokarúmmál af KI ₃ lausn í búrettu, mL	Rúmmál af KI ₃ lausn notað, mL
1			
2			
3			

Nafn:

Kóði:

i. Tilgreindu rúmmálið (valið eða meðaltal) af KI_3 lausn í mL sem þú munt nota við útreikninga á mólmassa (salen*) MnCl_x :

Rúmmál KI_3 lausnar notað við útreikninga: _____ mL

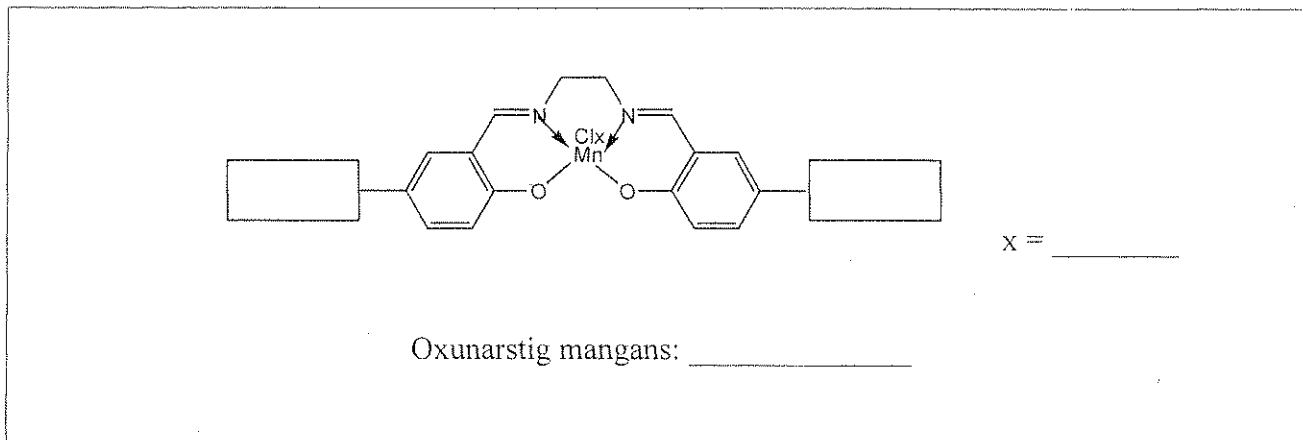
Styrkur (salen*) MnCl_x (á merkimiða á flösku): _____ mg/mL

Styrkur ascorbic acid (á merkimiða á flösku): _____ M

Nafn:

Kóði:

ii. Ályktaðu út frá titrunarmælingum þínum, og með því að nota töfluna hér fyrir neðan, gildið á x , oxunarstig mangans og sethópa salen-tengilsins ($R = H, COOH, SO_3H$). Ritaðu gildin í hólfin og reitina hér fyrir neðan:



R	x	(Fræðilegur mólmassi)/x, g/mól
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

Nafn:

Kóði:

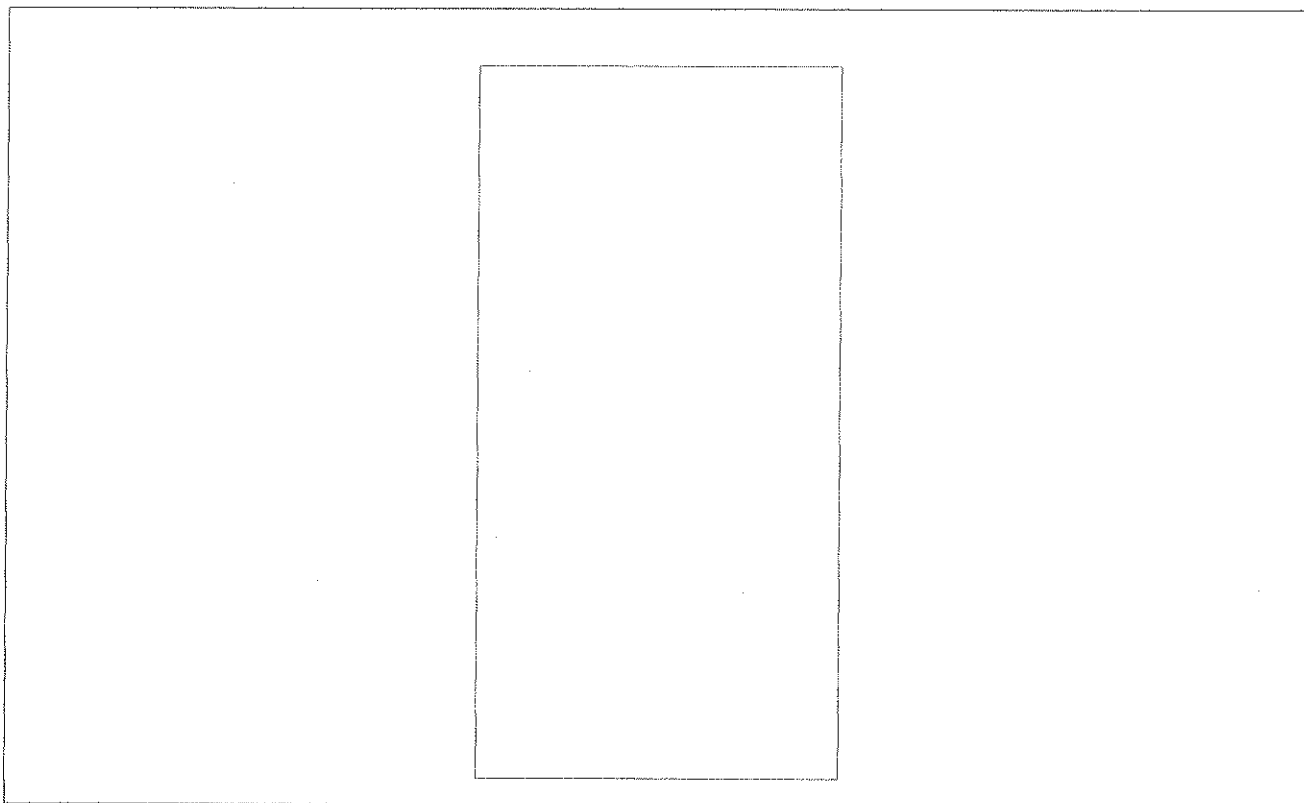
C. TLC greining (salen) $MnCl_x$

- 1) Leystu upp fáeina kristalla af (salen) $MnCl_x$, sem þú smíðaðir, í nokkrum dropum af absolute etanóli með því að nota lítið glas og plast flutningspípettu fyrir etanól.
- 2) Leystu upp fáeina kristalla af (salen) H_2 í absolute etanóli í öðru litlu glasi.
- 3) Ef nauðsynlegt er, notaðu skæri (hægt að fá með því að biðja leiðbeinanda) til að klippa TLC-plötu svo að lengd hennar sé hentug fyrir TLC-kerið.
- 4) Brjóttu upp á eða klipptu stóran hringlaga filterpappír og komdu honum fyrir í bikarglasinu. Þetta þarf að gera til að metta keríð með etanólgufu. Helltu etanóli í bikarglasið til að bleyta filterinn og þannig að það verði 3-4 mm þykkt lag af leysi á botni glassins. Lokaðu bikarglasinu með úrgleri.
- 5) Merktu upphafslínu.
- 6) Notaðu hárpípurörin sem þú fékkst til að setja bletti frá báðum lausnum á TLC-plötuna.
- 7) Keyrðu TLC í bikarglasinu, sem er lokað með úrglerinu, í 10-15 mínútur.
- 8) Merktu með blýanti leysiröndina og lituðu blettanna á TLC plötunni.
- 9) Þurrkaðu TLC plötuna í lofti og settu aftur í zipper-poka.
- 10) Reiknaðu R_f -gildin fyrir bæði (salen) H_2 og (salen) $MnCl_x$.

Nafn:

Kóði:

i. Dragðu upp mynd af TLC-plötunni á svarbaðið þitt



ii. Ákvarðaðu og skráðu R_f -gildin fyrir $(\text{salen})\text{H}_2$ og $(\text{salen})\text{MnCl}_x$

$R_f, (\text{salen})\text{H}_2:$	_____
$R_f, (\text{salen})\text{MnCl}_x:$	_____

Þegar þú hefur lokið vinnu þinni:

- Helltu úrgangsvökvum í ílát merkt "**Liquid Waste**".
- Settu smáglös í ílát merkt "**Broken Glass Disposal**".
- Settu glervöru aftur í viðeigandi kassa merкта "Kit #2", "Kit #3" og "Kit #4".