



Washington, D.C. • USA



# Practical Examination

44th International  
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States  
of America

# Instruksi (Soal 1)

- Soal ujian praktikum ini terdiri dari **10** halaman untuk praktikum **Soal 1** berikut lembar jawaban.
- Tersedia waktu 15 menit untuk membaca soal sebelum memulai percobaan.
- Tersedia waktu **2 jam 15 menit** untuk menyelesaikan praktikum **Soal 1**.
- Mulailah ketika tanda **START** diberikan. Berhentilah saat tanda **STOP** diberitahukan. Jika anda masih bekerja selama 5 menit setelah tanda stop, anda dianggap tidak lulus ujian ini. Setelah tanda **STOP** diberitahukan, **tunggu di tempat kerja anda**. Petugas lab akan memeriksa tempat anda bekerja.
- **Buklet ini (soal dan lembar jawaban)** harus anda tinggalkan **di meja kerja anda**
- Anda diharapkan mentaati **aturan keselamatan kerja** yang berlaku dalam IChO. Ketika ada di dalam laboratorium, anda harus menggunakan **kacamata pelindung** atau kacamata pribadi yang terbukti melindungi mata anda. Anda harus menggunakan **sarung tangan** ketika bekerja dengan bahan kimia.
- Anda akan mendapat **SATU PERINGATAN** dari petugas laboratorium jika anda melanggar aturan keselamatan kerja. Pada peringatan kedua anda akan dikeluarkan dari laboratorium dengan nilai nol untuk semua ujian praktikum anda.
- Jangan ragu-ragu untuk bertanya pada asisten laboratorium jika anda ragu akan keselamatan kerja atau jika akan meninggalkan ruang laboratorium.
- Anda diperbolehkan bekerja pada area yang sudah dialokasikan untuk anda.
- Gunakan pena yang sudah disediakan untuk menulis jawaban, jangan gunakan pensil.
- Gunakan kalkulator yang disediakan.
- Semua hasil harus dituliskan pada tempat yang disediakan di lembar jawaban. Semua yang ditulis di luar tempat yang disediakan tidak mendapat nilai. Gunakan halaman kosong di belakang lembar soal untuk kertas buram.
- Gunakan wadah berlabel "**Used Vials**" untuk membuang vial bekas.
- Gunakan wadah berlabel "**Liquid Waste**" untuk membuang larutan sisa.
- Gunakan wadah berlabel "**Broken Glass Disposal**" untuk membuang ampul bekas.
- Zat dan alat lab dapat **diisi ulang atau diganti** tanpa penalti jika terjadi insiden pertama. Insiden berikutnya akan menyebabkan **kehilangan 1 poin** dari 40 poin nilai ujian praktikum.
- Berkas ujian versi bahas Inggris tersedia hanya untuk klarifikasi.

Nama:

Kode: IDN

## Zat Kimia dan Alat (Soal 1)

**Zat Kimia (label yang tertera pada kemasan ditulis dengan huruf tebal)**

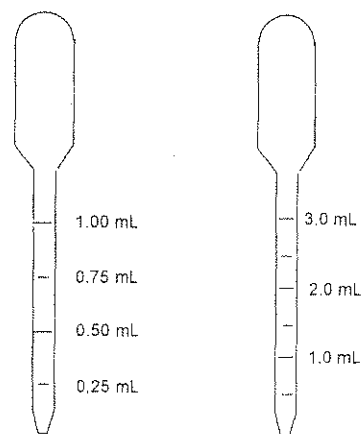
	Risk Phrase <sup>†</sup>	Safety Phrase <sup>†</sup>
Larutan aqueous <b>~2 M HCl</b> , <sup>*</sup> 50 mL, tersedia dalam botol	R34, R37	S26, S45
Larutan aqueous <b>~0.01 M KI<sub>3</sub></b> , <sup>*</sup> 10 mL tersedia dalam botol berlabel "I <sub>2</sub> ".		
Acetone, <b>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b> , M = 58.08 g mol <sup>-1</sup> , densitas = 0.791 g mL <sup>-1</sup> , 10.0 mL dalam vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
<b>Acetone-d<sub>6</sub></b> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 64.12 g mol <sup>-1</sup> , densitas = 0.872 g mL <sup>-1</sup> , 3.0 mL dalam ampul tertutup	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>†</sup> Lihat halaman 3 untuk definisi *Risk and Safety Phrases*.

<sup>\*</sup> Molaritas eksak tertera pada label,

### Alat - Kit #1

- Botol kaca berisi distilled water
- 15 Vial gelas bertutup Teflon dengan ukuran 20-mL
- 10 pipet polyethylene 1 mL dengan skala penambahan 0.25 mL (lihat gambar di samping kanan).
- 10 pipet polyethylene 3-mL dengan skala penambahan 0.50 mL (lihat gambar di samping kanan).
- Satu *timer* digital (*stopwatch*)



Nama:

Kode: IDN

## **Risk and Safety Phrases (Soal 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

Nama:

Kode: IDN

## Soal 1

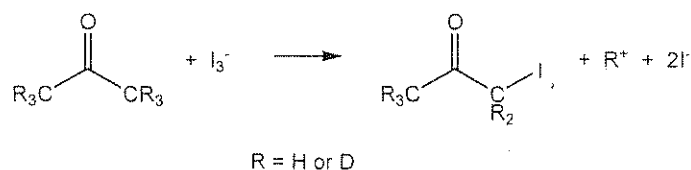
18% dari total

A	b	c	d	e	f	g	Soal 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

### Kinetika, Efek Isotop, dan Mekanisme Iodinasi Acetone

Penemuan tentang mekanisme reaksi kimia membuat kemajuan dalam sintesis dan katalisis. Salah satu cara yang sangat penting untuk menjelaskan mekanisme reaksi adalah studi kinetika karena laju reaksi bergantung pada kondisi yang terkait langsung dari mekanisme reaksi. Cara kedua adalah studi substitusi molekul secara isotopik, isotop yang kereaktifannya mirip, lajunya berbeda karena laju merupakan fungsi massa inti.

Pada soal ini, anda menggunakan dua cara yaitu kinetika dan efek isotop untuk mendapatkan informasi tentang mekanisme reaksi iodinasi aseton dalam larutan air pada suasana asam:



Laju reaksi tersebut mengikuti persamaan:

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

Dengan  $k$  adalah tetapan laju dan bilangan  $m$ ,  $n$ , dan  $p$  adalah orde reaksi yang harus anda tentukan. Anda juga harus membandingkan kereaktifan acetone dengan acetone- $d_6$ , dimana ke enam atom protium ( $^1\text{H}$ ) diganti dengan deuterium ( $^2\text{H}$ , D), untuk menentukan efek isotop ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ) pada reaksi tersebut. Dari data itu, anda harus menyimpulkan mekanisme reaksi tersebut.

*Bacalah dengan seksama penjelasan soal ini dan rencanakan apa yang harus dilakukan sebelum anda mulai bekerja.*

Nama:

Kode: IDN

## Prosedur

Laju reaksi bergantung pada temperatur. Catat temperatur di ruangan tempat anda bekerja (boleh tanya pada asisten):

°C
----

### Instruksi untuk menggunakan pengukur waktu digital (*stopwatch*)

- (1) Tekan tombol [MODE] sampai terbaca *icon* COUNT UP.
- (2) Untuk memulai pengukuran, tekan tombol [START/STOP].
- (3) Untuk menghentikan pengukuran, tekan lagi tombol [START/STOP].
- (4) Untuk menghapus tampilan, tekan tombol [CLEAR].

### Prosedur umum

Ukur volume larutan hydrochloric acid, distilled water, dan potassium triiodide (berlabel "I<sub>2</sub>") yang anda pilih, masukkan ke dalam wadah reaksi. Konsentrasi awal dari pereaksi dalam campuran tersebut harus berada dalam rentang yang diberikan di bawah ini (anda tidak perlu mencoba semua konsentrasi dalam rentang yang diberikan tetapi konsentrasi yang anda pilih tidak boleh berada di luar rentang tersebut):

[H<sup>+</sup>]: antara 0.2 dan 1.0 M

[I<sub>3</sub><sup>-</sup>]: antara 0.0005 dan 0.002 M

[acetone]: antara 0.5 dan 1.5 M

Untuk memulai reaksi, tambahkan acetone sejumlah volume yang anda pilih ke dalam larutan yang mengandung pereaksi-pereaksi lainnya, secepatnya tutup wadah reaksi, jalankan stopwatch, kocok kuat-kuat, lalu letakkan campuran tersebut di atas dasar berwarna putih. Tuliskan volume semua pereaksi yang anda gunakan dalam tabel yang disediakan pada (a). Ketika melakukan pekerjaan jangan menyentuh bagian vial di bawah level larutan. Jalannya reaksi dimonitor secara visual dengan mengamati hilangnya warna kuning coklat dari ion triiodide. Catat waktu yang diperlukan untuk hilangnya warna tersebut. Ketika reaksi selesai sempurna, sisihkan wadah reaksi dalam keadaan tertutup agar tidak terhirup uap iodoacetone.

Ulangi percobaan tersebut beberapa kali dengan menggunakan konsentrasi pereaksi yang berbeda. Tuliskan konsentrasi pereaksi yang anda gunakan dalam tabel (c) di bawah ini.

Nama:

Kode: IDN

*Bantuan: Ubah hanya satu konsentrasi pereaksi pada satu saat melakukan variasi konsentrasi (change one concentration at a time).*

Setelah anda menyelesaikan laju reaksi acetone, anda harus menentukan laju reaksi acetone- $d_6$ . Tersedia acetone- $d_6$  dalam satu ampul sebanyak 3.0 mL, gunakan sehemat mungkin karena zat ini adalah isotop yang mahal, jika anda memerlukan tambahan acetone- $d_6$  akan dikenakan **penalti satu poin**. **Ketika anda akan menggunakan zat ini, angkat tangan anda beritahu petugas lab yang akan membantu membuka ampul tersebut.** Reaksi menggunakan senyawa tersubstitusi deuterium umumnya terjadi lebih lambat daripada senyawa tersubstitusi protium, untuk itu, anda disarankan menggunakan kondisi reaksi yang lebih cepat ketika bekerja dengan  $(CD_3)_2CO$ .

Ketika anda selesai bekerja:

- a) Kosongkan botol air dan masukkan kembali ke dalam kotak berlabel "Kit #1" bersama dengan alat-alat yang tidak digunakan.
- b) Masukkan pipet dan vial bekas dalam wadah yang disediakan di bawah ruang asam.
- c) Buang ampul kosong dalam wadah berlabel **Broken Glass Disposal**.

Anda boleh membersihkan area kerja setelah tanda STOP diberikan.

Nama:

Kode: IDN

a. Catat hasil anda untuk acetone,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , dalam tabel berikut. *Anda tidak perlu mengisi seluruh tabel.*

Percobaan #	Volume larutan HCl, mL	Volume $\text{H}_2\text{O}$ , mL	Volume larutan $\text{I}_3^-$ , mL	Volume $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , mL	Waktu hilangnya warna $\text{I}_3^-$ , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Catat hasil anda untuk acetone- $d_6$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , dalam tabel berikut. *Anda tidak perlu mengisi seluruh tabel.*

Percobaan #	Volume larutan HCl, mL	Volume $\text{H}_2\text{O}$ , mL	Volume larutan $\text{I}_3^-$ , mL	Volume $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , mL	Waktu hilangnya warna $\text{I}_3^-$ , s
1d					
2d					
3d					
4d					



Nama:

Kode: IDN-

c. Gunakan tabel berikut untuk menghitung konsentrasi dan laju reaksi rata-rata pada reaksi yang anda pelajari. Asumsikan volume suatu campuran reaksi sama dengan jumlah volume semua pereaksi yang terlibat dalam campuran tersebut. **Anda tidak perlu menggunakan semua data pengulangan percobaan untuk menghitung nilai  $k$  (bagian e dan f), tetapi anda harus menunjukkan data mana saja yang anda gunakan untuk perhitungan tersebut dengan cara memberi tanda pada kolom di bagian kanan yang sesuai.**

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

Percobaan #	$[\text{H}^+]$ awal, M	$[\text{I}_3^-]$ awal, M	$[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ awal, M	Laju rata-rata hilangnya $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	Data digunakan untuk menghitung $k_{\text{H}}$ ?	
					Yes	No
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"/>

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

Percobaan #	$[\text{H}^+]$ awal, M	$[\text{I}_3^-]$ awal, M	$[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$ awal, M	Laju rata rata hilangnya $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	Data digunakan untuk menghitung $k_{\text{D}}$ ?	
					Yes	No
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"/>

Nama:

Kode: IDN

d. Tuliskan bilangan bulat yang menunjukkan orde reaksi untuk acetone, triiodide, dan ion hydrogen.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Hitung tetapan laju  $k_H$  untuk reaksi acetone,  $(CH_3)_2CO$ , dan tulis satuannya

$k_H =$

f. Hitung tetapan laju  $k_D$  untuk reaksi acetone- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , tulis satuannya dan hitung nilai  $k_H/k_D$  (efek isotop).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Nama:

Kode: IDN

g. Dari data kinetika dan efek isotop, dapat disimpulkan mengenai mekanisme reaksi. Pada tabel di bawah ini ditunjukkan mekanisme yang masuk akal untuk reaksi iodinasi acetone. Dari mekanisme tersebut terdapat tahap penentu laju reaksi (*rate-determining step (R.D.S.)*), sedangkan tahap reaksi lainnya merupakan reaksi kesetimbangan yang cepat menuju ke arah pereaksi.

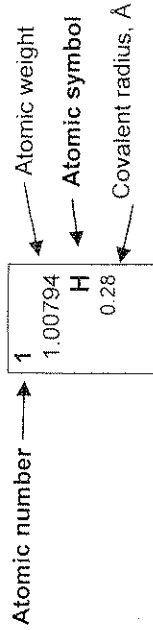
Berilah tanda (✓) pada kolom pertama jika hukum laju secara eksperimen (bagian d) **konsisten** dengan tahap penentu laju dan beri tanda **X** bila hukum laju yang terukur **tidak konsisten** dengan tahap penentu laju. Pada kolom kedua paling kanan beri tanda (✓) jika efek isotop secara eksperimen (bagian f) **konsisten** dengan tahap penentu laju dan beri tanda **X** jika efek isotop yang terukur **tidak konsisten** dengan tahap penentu laju.

	R.D.S. konsisten dengan hukum laju?	R.D.S. konsisten dengan efek isotop?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

## Instruksi (Soal 2)

- Disediakan Tabel Periodik Unsur.
- Ujian praktikum ini terdiri atas **13** halaman untuk praktikum **Soal 2** berikut lembar jawaban.
- Anda memiliki waktu 15 menit untuk membaca buklet ini sebelum memulai percobaan.
- Anda memiliki waktu **2 jam 45 menit** untuk menyelesaikan percobaan **Soal 2**. Ketika merencanakan pekerjaan Anda, perhatikan bahwa ada salah satu tahap yang membutuhkan waktu 30 menit.
- Mulailah hanya ketika perintah **START** diberikan. Anda harus segera menghentikan pekerjaan Anda ketika perintah **STOP** diumumkan. Keterlambatan hingga 5 menit akan menggagalkan ujian praktikum Anda. Setelah perintah **STOP** diberikan, **tunggulah di tempat Anda bekerja**. Petugas lab akan mengecek tempat kerja Anda.
- Item-item berikut **harus ditinggalkan di meja Anda**:
  - Buklet soal/lembar jawaban (buklet ini)
  - Satu kantong plastik bertutup berisi plat TLC Anda dengan kode peserta
  - Vial berlabel “Product”
- Anda harus mengikuti **aturan keselamatan** yang berlaku dalam IChO. Ketika ada di laboratorium, Anda harus menggunakan **kacamata pelindung** yang tersedia atau kacamata jika telah disetujui untuk digunakan, Gunakan **filler pipet karet** yang tersedia. Anda harus menggunakan **sarung tangan** ketika bekerja dengan bahan kimia.
- Anda hanya boleh menerima **SATU KALI PERINGATAN** saja dari petugas laboratorium jika Anda melanggar aturan keselamatan. Pada peringatan yang kedua kalinya Anda akan dikeluarkan dari laboratorium dengan nilai nol untuk seluruh ujian praktikum.
- Jangan ragu untuk bertanya kepada asisten jika ada pertanyaan yang berhubungan dengan aturan keselamatan atau jika Anda perlu meninggalkan ruangan.
- Anda hanya diperbolehkan bekerja di tempat yang dialokasikan untuk Anda saja.
- Gunakan hanya pulpen yang disediakan untuk menuliskan jawaban, jangan gunakan pensil.
- Gunakan kalkulator yang disediakan.
- Semua hasil harus dituliskan di dalam tempat yang disediakan pada lembar jawaban. Semua yang dituliskan di luar itu tidak akan dinilai. Gunakan bagian belakang kertas jika Anda perlukan untuk corat-coret.
- Gunakan wadah berlabel “**Broken Glass Disposal**” untuk membuang vial bekas.
- Gunakan wadah berlabel “**Liquid Waste**” untuk membuang semua limbah cair.
- Zat kimia dan peralatan lab akan **diisi ulang atau diganti** tanpa penalti hanya pada insiden pertama saja. Setiap insiden berikutnya akan menyebabkan **kehilangan 1 poin** dari 40 poin ujian praktikum Anda.
- Versi bahasa Inggris untuk soal praktikum dapat diminta jika diperlukan untuk klarifikasi.

1 1.00794 H 0.28	2 6.941 Li	3 22.9898 Na	4 39.0983 K	5 37 85.4678 Rb	6 55 132.905 Cs	7 1 1.00794 H 0.28	8 26 55.845 Fe	9 27 58.9332 Co	10 28 58.6934 Ni	11 29 63.546 Cu	12 30 65.39 Zn	13 5 10.811 B 0.89	14 6 12.011 C 0.77	15 7 14.0067 N 0.70	16 8 15.9994 O 0.66	17 9 18.9984 F 0.64	18 10 20.1797 Ne 1.50																																		
11 22.9898 Na	12 24.3050 Mg	19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	13 26.9815 Al	14 28.0855 Si 1.17	15 30.9738 P 1.10	16 32.066 S 1.04	17 35.4527 Cl 0.99	18 39.948 Ar 1.80	19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89-103 Ac-Lr	89 138.906 La 1.87	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																		
19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	21 44.9559 Sc	22 47.867 Ti 1.46	23 50.9415 V 1.33	24 51.9961 Cr 1.25	25 54.9381 Mn 1.37	26 55.845 Fe 1.24	27 58.9332 Co 1.25	28 58.6934 Ni 1.24	29 63.546 Cu 1.28	30 65.39 Zn 1.33	31 69.723 Ga 1.35	32 72.61 Ge 1.22	33 74.9216 As 1.20	34 78.96 Se 1.18	35 79.904 Br 1.14	36 83.80 Kr 1.90	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89-103 Ac-Lr	89 138.906 La 1.87	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										
19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	31 69.723 Ga 1.35	32 72.61 Ge 1.22	33 74.9216 As 1.20	34 78.96 Se 1.18	35 79.904 Br 1.14	36 83.80 Kr 1.90	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	39 88.9059 Y	40 91.224 Zr 1.60	41 92.9064 Nb 1.43	42 95.94 Mo 1.37	43 97.905 Tc 1.36	44 101.07 Ru 1.34	45 102.906 Rh 1.34	46 106.42 Pd 1.37	47 107.868 Ag 1.44	48 112.41 Cd 1.49	49 114.818 In 1.67	50 118.710 Sn 1.40	51 121.760 Sb 1.45	52 127.60 Te 1.37	53 126.904 I 1.33	54 131.29 Xe 2.10	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89-103 Ac-Lr	89 138.906 La 1.87	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	
19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	59 140.908 Ce 1.83	60 144.24 Pr 1.82	61 144.91 Nd 1.81	62 150.36 Pm 1.83	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	72 175.10 Hf 1.58	73 178.49 Ta 1.43	74 183.84 W 1.37	75 186.207 Re 1.37	76 190.23 Os 1.35	77 192.217 Ir 1.36	78 195.08 Pt 1.38	79 196.967 Au 1.44	80 200.59 Hg 1.50	81 204.383 Tl 1.70	82 207.2 Pb 1.76	83 208.980 Bi 1.55	84 209.98 Po 1.67	85 (209.99) At	86 (222.02) Rn	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89-103 Ac-Lr	89 138.906 La 1.87	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
19 39.0983 K	20 40.078 Ca	37 85.4678 Rb	55 132.905 Cs	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89 138.906 La 1.87	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																															



Nama:

Kode: IDN-

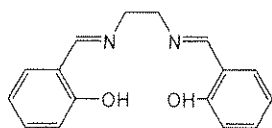
## Zat Kimia dan Alat (Soal 2)

**Zat kimia dan bahan (label yang sebenarnya untuk tiap paket ditulis dengan huruf tebal)**

	Risk Phrase <sup>+</sup>	Safety Phrase <sup>+</sup>
<b>(salen)H<sub>2</sub></b> , <sup>a</sup> ~1.0 g <sup>b</sup> dalam vial	R36/37/38	S26S28AS37S37/39S45
<b>Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 4H<sub>2</sub>O</b> , ~1.9 g <sup>b</sup> dalam vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
<b>Lithium chloride solution</b> , LiCl, 1M dalam ethanol, 12 mL dalam botol	R11 R36/38	S9 S16 S26
<b>Ethanol</b> , 70 mL dalam botol	R11	S7 S16
Acetone, <b>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b> , 100 mL dalam botol	R11R36R66R67	S9S16S26
Larutan <b>(salen*)MnCl<sub>x</sub></b> , <sup>c</sup> ~32 mL dari ~3.5 mg/mL <sup>b</sup> dalam botol		
Larutan aqueous KI <sub>3</sub> , ~0.010 M, <sup>b</sup> 50 mL dalam botol, berlabel "I <sub>2</sub> ".		
Larutan aqueous <b>Ascorbic Acid</b> , ~0.030 M, <sup>b</sup> 20 mL dalam botol		
Larutan aqueous <b>1% Starch</b> , 2 mL dalam botol		
<b>TLC plate</b> – satu strip pelat silica gel 5 cm × 10 cm dalam kantong plastik bertutup		

<sup>+</sup> Lihat halaman 15 untuk definisi *Risk and Safety Phrases*.

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



<sup>b</sup> Nilai yang sebenarnya tertulis pada label.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (kedua gugus R adalah sama dan dapat merupakan salah satu dari H, atau COOH atau SO<sub>3</sub>H):



Nama:

Kode: IDN-

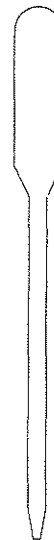
### Alat

Yang digunakan bersama-sama: Timbangan

- Dua **Statif** dengan **klem** terdapat di lemari asam berlabel kode Anda
- Satu *hotplate stirrer*
- Satu **penggaris 300 mm**
- Satu **pensil**

**Kit #2:**

- Dua **labu Erlenmeyer 250 mL** (satu untuk sintesis, satu untuk rekristalisasi)
- Satu **gelas ukur 50 mL**
- Satu **batang pengaduk magnet berbentuk telur ukuran 20 mm**
- Satu **corong Hirsch**
- **Kertas saring** berbentuk lingkaran untuk corong Hirsch dan wadah pengembang TLC
- Satu **labu isap 125 mL untuk penyaringan vakum**
- **Adaptor karet** untuk labu isap
- Satu **wadah plastik untuk penangas es ukuran 0.5 L**
- Satu **batang pengaduk**
- Dua pipet plastik 1 mL (Lihat gambar di samping)
- Satu spatula plastik
- Satu **vial kosong 4 mL bertutup** berlabel "Product" untuk produk reaksi



**Kit #3:**

- Tiga **vial kecil bertutup** (untuk larutan TLC)
- Sepuluh **pipa kapiler (100 mm)** untuk penotol TLC
- Satu **kaca arloji** (untuk penutup wadah pengembang TLC)
- Satu **gelas kimia 250 mL** untuk wadah pengembang TLC

**Kit #4:**

- Satu **buret 25 mL** yang sudah siap dan terpasang di dalam lemari asam
- Satu **corong plastik kecil**
- Empat **labu Erlenmeyer 125 mL**
- Satu **filler karet** untuk memipet.
- Satu **pipet volumetrik 10 mL**
- Satu **pipet volumetrik 5 mL**

## ***Risk and Safety Phrases (Soal 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.

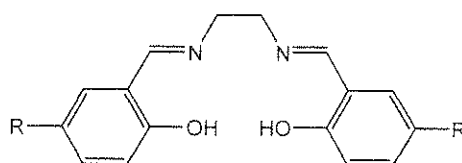
S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately



**Soal 2****22% dari Total****Sintesis Kompleks Salen Manganese dan Penentuan Rumus Molekul Produk**

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

Kompleks logam transisi blok-3d dengan ligan *bis(salicylidene)ethylenediamine* (salen) telah terbukti sebagai katalis yang efisien untuk berbagai reaksi redoks dalam sintesis organik.



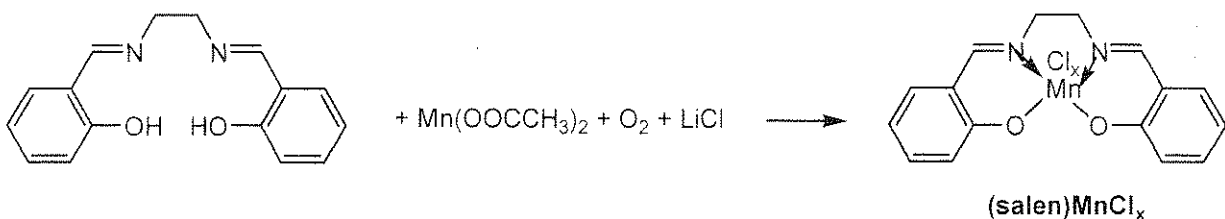
(salen) $H_2$ , R = H

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

Kemampuan ligan salen untuk menstabilkan bilangan oksidasi yang lebih tinggi dari unsur-unsur blok-3d berperan penting dalam kimia. Secara khusus, senyawa mangan dengan bilangan oksidasi mulai dari +2 hingga +5 dapat dibuat bergantung pada kondisi reaksi ketika kompleks salen manganese tersebut dibuat. Dalam soal ini Anda harus membuat suatu kompleks salen manganese dengan cara mereaksikan (salen) $H_2$  dengan Mn(II) acetate dalam ethanol di udara terbuka dengan adanya lithium chloride. Pada kondisi ini, Anda dapat memperoleh senyawa kompleks dengan rumus molekul (salen) $MnCl_x$ , dengan  $x = 0, 1, 2,$  atau  $3$ .

Anda harus: i) menentukan massa produk, ii) mengkarakterisasi kemurnian produk dengan *thin-layer chromatography* (TLC), dan iii) menentukan bilangan oksidasi logam dalam kompleks menggunakan titrasi redoks iodometri. Untuk titrasi redoks, Anda akan diberikan larutan yang telah disiapkan sebelumnya yang analog dengan senyawa yang Anda buat, (salen\*) $MnCl_x$ , dimana mangan memiliki bilangan oksidasi yang sama dengan bilangan oksidasi pada produk dan substituen-R pada cincin benzena kemungkinannya adalah H, COOH, atau  $SO_3H$ .

*Bacalah secara menyeluruh deskripsi pada soal ini dan rencanakan pekerjaan Anda sebelum Anda mulai bekerja. Beberapa prosedur harus dilakukan secara paralel agar dapat diselesaikan tepat waktu.*

**Prosedur:****A. Sintesis (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Masukkan 2-3 kristal (salen)H<sub>2</sub> dalam vial kecil untuk percobaan TLC nanti.
- 2) Transfer ~1.0-g sampel (salen)H<sub>2</sub> yang disediakan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL yang di dalamnya sudah ada batang pengaduk magnet. Larutkan reagen dengan 35 mL ethanol absolut.
- 3) Letakkan labu di atas *hot plate/stirrer*. Panaskan sambil diaduk hingga semua padatan larut sempurna (biasanya, pelarutan sempurna terjadi ketika ethanol mulai mendidih). Turunkan suhu *hotplate/stirrer* untuk mempertahankan campuran reaksi tetap di bawah titik didihnya. Jangan sampai campuran reaksi mendidih sehingga leher labu masih tetap dingin. Gunakan kertas yang dilipat untuk memegang leher labu jika terlalu panas untuk dipegang langsung.
- 4) Angkat labu dari *hotplate* dan masukkan ke dalamnya ~1.9-g sampel Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O yang disediakan. Warna coklat tua akan muncul. Segera letakkan kembali labu di atas *hotplate*; lanjutkan pemanasan dan pengadukan selama 15 menit. Jangan biarkan campuran reaksi mendidih sehingga leher labu tetap dingin.
- 5) Angkat labu dari *hotplate* dan masukkan ke dalamnya larutan 1M LiCl dalam ethanol (12 mL, berlebih) yang tersedia. Letakkan kembali labu di atas *hotplate*; lanjutkan pemanasan dan pengadukan selama 10 menit. Jangan biarkan campuran reaksi mendidih sehingga leher labu tetap dingin.
- 6) Setelah proses tersebut, angkat labu dari *hotplate* dan letakkan labu di dalam penangas es untuk kristalisasi selama 30 menit. Setiap 5 menit, secara perlahan gesek dinding bagian dalam labu di bawah larutannya dengan batang pengaduk untuk mempercepat kristalisasi (salen)MnCl<sub>x</sub>. Kristal pertama dapat muncul dengan segera selama pendinginan atau setelah periode waktu hanya 10-15 menit.
- 7) Gunakan instalasi vakum yang terletak di ruang asam (keran berlabel "Vacuum") dan lakukan penyaringan vakum terhadap kristal yang terbentuk menggunakan corong Hirsch kecil dan labu isap. Gunakan pipet plastik untuk mencuci padatan dengan beberapa tetes aseton tanpa melepaskan labu dari instalasi vakum, dan biarkan padatan di atas kertas saring (sambil terus divakum) selama 10-15 menit hingga kering di udara terbuka.
- 8) Transfer padatan produk ke dalam vial berlabel "Product" yang telah ditimbang sebelumnya, kemudian tentukan dan catat massanya,  $m_p$ , pada kotak di bawah. Catat juga massa reagen yang digunakan: (salen)H<sub>2</sub>,  $m_S$ , dan Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O,  $m_{Mn}$ .
- 9) Masukkan vial berisi produk ke dalam kantong plastik bertutup yang disediakan.

Nama:

Kode: IDN

Massa vial kosong untuk produk: \_\_\_\_\_ g

Massa vial berisi produk yang telah kering: \_\_\_\_\_ g

Massa produk,  $m_p$ : \_\_\_\_\_ g

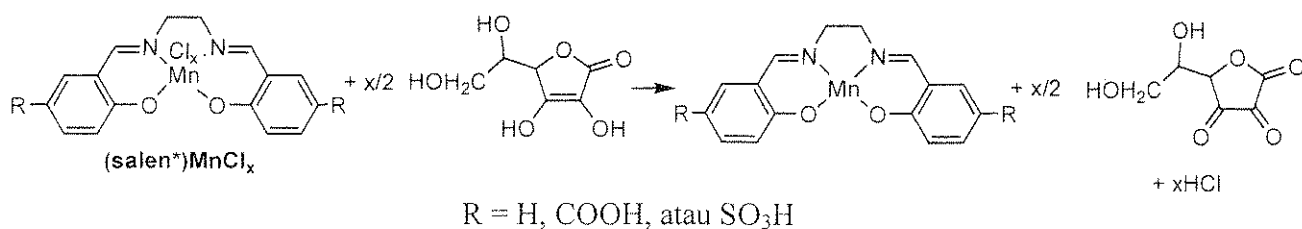
Massa (salen) $H_2$  dari label pada vial (salin dari label),  $m_S$ : \_\_\_\_\_ g

Massa  $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$  dari label pada vial (salin dari label),  $m_{Mn}$ : \_\_\_\_\_ g

Nama:

Kode: IDN

### B. Analisis Volumetrik sampel (salen\*) $MnCl_x$ yang tersedia



#### Cara menggunakan Filler Karet

- 1) Pasang filler karet pada pipet
- 2) Pencet dengan kuat filler karet
- 3) Pencet tanda panah ke atas untuk mengisap larutan ke dalam pipet
- 4) Pencet tanda panah ke bawah untuk mengeluarkan larutan dari dalam pipet ke dalam labu

**Catatan:** Pipet dan buret sudah siap pakai tanpa perlu dikondisikan lagi.

- 1) Masukkan 10.00 mL larutan (salen\*) $MnCl_x$  ke dalam labu Erlenmeyer 125 mL menggunakan pipet volumetrik.
- 2) Tambahkan 5.00 mL larutan ascorbic acid ke dalam larutan tadi dan campurkan dengan baik. Biarkan larutan selama 3-4 menit.
- 3) Untuk menghindari oksidasi ascorbic acid oleh  $O_2$ , Jangan tunda dan segera titrasi larutan dengan larutan  $KI_3$  menggunakan 5 tetes larutan 1% starch sebagai indikator. Titik akhir titrasi berwarna biru atau biru-kehijauan harus bertahan selama paling sedikit 30 detik.
- 4) Jika waktu memungkinkan, lakukan 1-2 titrasi lagi untuk memperbaiki keakuratan penentuan yang Anda lakukan.

Catat hasil percobaan titrasi Anda pada tabel berikut:

#	Pembacaan volume awal pada buret berisi larutan $KI_3$ , mL	Pembacaan volume akhir pada buret berisi larutan $KI_3$ , mL	Volume larutan $KI_3$ yang digunakan, mL
1			
2			
3			

Nama:

Kode: IDN

i. Tuliskan volume (yang dipilih atau yang dirata-ratakan) larutan  $\text{KI}_3$  yang digunakan, dalam mL, yang akan Anda gunakan untuk perhitungan massa molar (salen\*) $\text{MnCl}_x$  :

Volume larutan  $\text{KI}_3$  yang digunakan dalam perhitungan: \_\_\_\_\_ mL

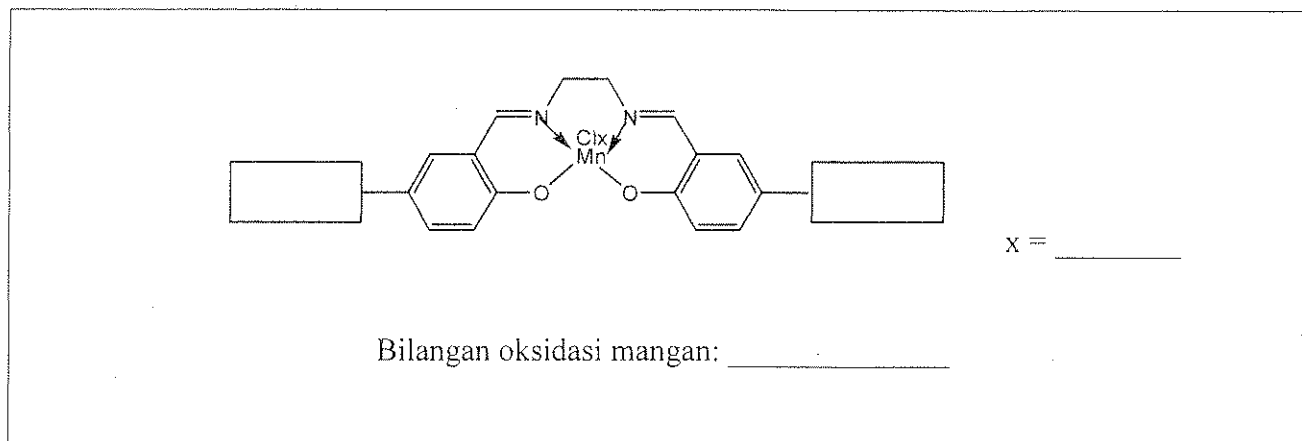
Konsentrasi (salen\*) $\text{MnCl}_x$  (dari label pada botol): \_\_\_\_\_ mg/mL

Konsentrasi ascorbic acid (dari label pada botol): \_\_\_\_\_ M

Nama:

Kode: IDN-

ii. Dari data titrasi Anda dan mengacu pada tabel di bawah ini, tentukan nilai  $x$ , bilangan oksidasi mangan dan identitas substituen pada ligan salen ( $R = H, COOH$ , atau  $SO_3H$ ). Tuliskan semua data dan tuliskan substituen di kotak pada gambar berikut:



R	x	(Massa molar teoritis)/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

Nama:

Kode: IDN-

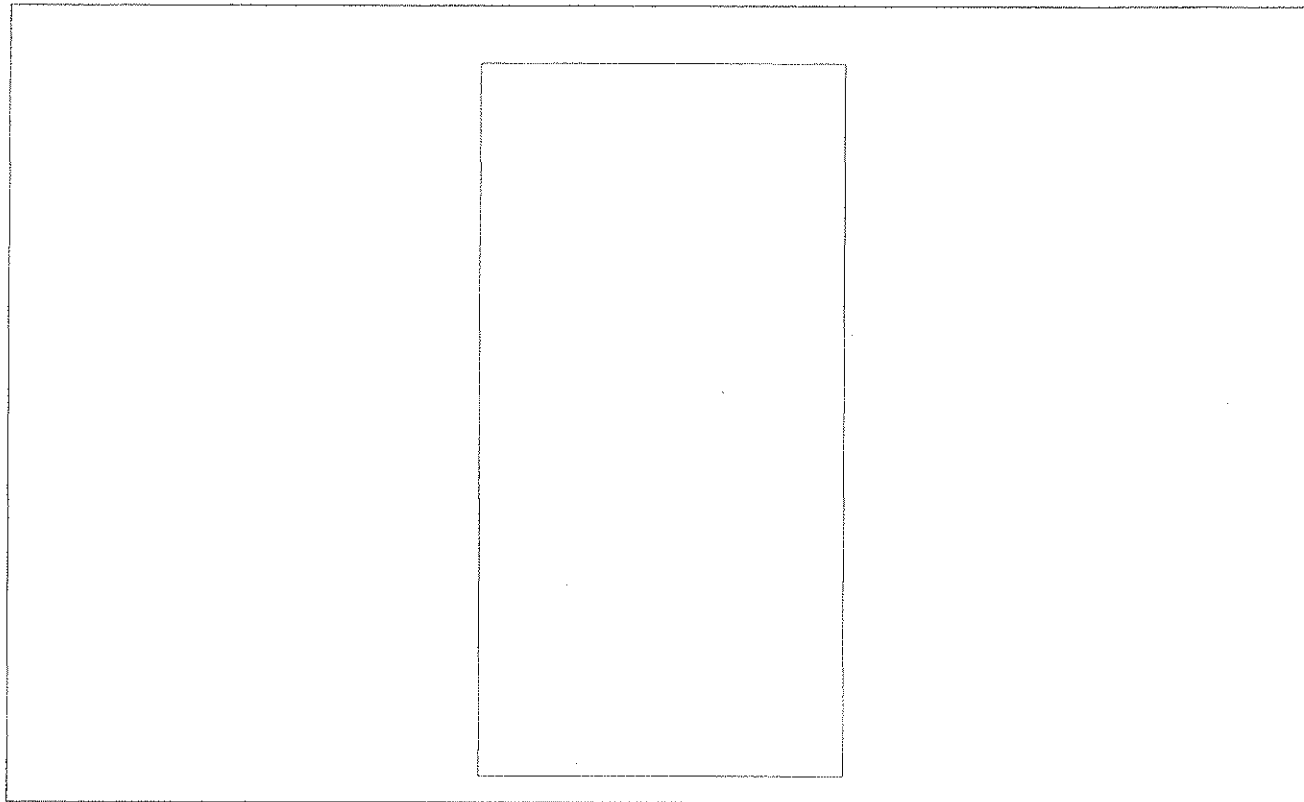
### C. Karakterisasi TLC (salen) $\text{MnCl}_x$

- 1) Larutkan sedikit kristal (salen) $\text{MnCl}_x$  yang telah Anda siapkan dalam beberapa tetes ethanol absolut menggunakan vial kecil dan pipet plastik untuk memipet ethanol.
- 2) Larutkan sedikit kristal (salen) $\text{H}_2$  dalam beberapa tetes ethanol absolut dalam vial kecil lainnya.
- 3) Jika perlu, gunakan gunting (bisa diperoleh dari asisten lab jika diminta) untuk memotong pelat TLC sehingga ketinggiannya cukup dalam wadah pengembang TLC.
- 4) Lipat atau potong kertas saring besar, dan masukkan ke dalam gelas kimia sehingga menempati ketinggian yang hampir sama dengan ketinggian gelas kimia. Hal ini dilakukan untuk menjenuhkan wadah pengembang dengan uap ethanol. Tambahkan ethanol ke dalam gelas kimia untuk membasahi kertas saring dan mengisi gelas kimia hingga ketinggian 3-4 mm dari dasar gelas kimia. Tutup gelas kimia dengan kaca arloji.
- 5) Beri tanda awal untuk penotolan sampel pada pelat.
- 6) Gunakan pipa kapiler yang tersedia untuk menotolkan kedua larutan pada pelat TLC.
- 7) Lakukan TLC di dalam gelas kimia bertutup kaca arloji selama 10-15 menit.
- 8) Beri tanda batas akhir pelarut dan juga noda-noda berwarna pada pelat TLC menggunakan pensil.
- 9) Keringkan pelat TLC di udara dan masukkan ke dalam plastik bertutup.
- 10) Hitung nilai  $R_f$  untuk (salen) $\text{H}_2$  dan (salen) $\text{MnCl}_x$ .

Nama:

Kode: IDN

i. Gambarkan sketsa pelat TLC pada lembar jawaban berikut:



ii. Tentukan nilai  $R_f$  (salen) $H_2$  dan (salen) $MnCl_x$

$R_f$ , (salen) $H_2$ : \_\_\_\_\_

$R_f$ , (salen) $MnCl_x$ : \_\_\_\_\_

Ketika Anda sudah menyelesaikan pekerjaan Anda:

- Buang limbah cair ke dalam wadah berlabel **Liquid Waste**.
- Buang vial bekas ke dalam wadah berlabel **Broken Glass Disposal**.
- Simpan kembali peralatan gelas yang sudah digunakan ke dalam kotak yang sesuai yang berlabel “Kit #2”, “Kit #3” and “Kit #4”.