



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

دستور العمل (آزمایش ۱)

- در این امتحان، آزمایش عملی ۱ و پاسخنامه آن شامل ۱۰ صفحه است.
- برای مطالعه این دستورکار قبل از شروع آزمایش، ۱۵ دقیقه وقت دارید.
- برای انجام آزمایش عملی ۱، ۲ ساعت و ۱۵ دقیقه وقت دارید.
- وقتی می توانید آزمایش را شروع کنید که به شما اجازه شروع (START) داده شود. وقتی دستور توقف (STOP) داده شد باید کارتان را به سرعت متوقف کنید. در صورت تاخیر به اندازه ۵ دقیقه، به آزمون عملی شما نمره ای تعلق نمی گیرد. بعد از اینکه دستور توقف (STOP) داده شد، در محل کار خود باقی بمانید. کارشناس آزمایشگاه محل کار شما را چک خواهد کرد. روی میز کار شما باید مورد ذکر شده زیر وجود داشته باشد:
- سوال / پاسخنامه (این دفترچه)
- شما ملزم به رعایت قواعد ایمنی مطابق با قوانین IChO هستید. در مدتی که در آزمایشگاه حضور دارید باید از عینک ایمنی یا عینک خودتان که برایتان تجویز شده استفاده کنید. وقتی مواد شیمیایی را بر می دارید بهتر است که از دستکش استفاده کنید.
- اگر قواعد ایمنی را رعایت نکنید، فقط یک بار به شما تذکر داده می شود. چنانچه برای بار دوم تکرار شود، از آزمایشگاه اخراج شده و برای امتحان عملی شما نمره صفر منظور می گردد.
- اگر راجع به رعایت موارد ایمنی سوالی دارید یا اگر لازم است آزمایشگاه را ترک کنید با کارشناس آزمایشگاه صحبت کنید.
- فقط در محلی که برای شما در نظر گرفته شده است می توانید کار کنید.
- برای پاسخ گویی فقط از خودکار داده شده استفاده کنید و از مداد استفاده نکنید.
- از ماشین حساب داده شده استفاده کنید.
- پاسخ را فقط در محل های تعیین شده بنویسید. اگر پاسخ را در جای دیگری بنویسید تصحیح نمی شود. اگر نیاز به چرکنویس دارید از پشت صفحه ها استفاده کنید.
- ویال های استفاده شده را در ظرف مخصوصی که با علامت "Used Vials" مشخص شده است قرار دهید.
- دور ریز محلول ها را در ظرفی که با علامت "Liquid Waste" مشخص شده است بریزید.
- برای دور ریز آمپول ها از ظرفی که با علامت "Broken Glass Disposal" مشخص شده استفاده کنید.
- چنانچه مواد شیمیایی یا ظروف آزمایشگاهی اضافی بخواهید، برای بار اول نمره ای کسر نمی شود ولی به ازای هر درخواست بعدی یک نمره از ۴۰ نمره امتحان عملی شما کسر می شود.
- اگر به نسخه انگلیسی این امتحان نیاز داشته باشید، فقط در صورت درخواست در اختیار شما قرار خواهد گرفت.

Chemicals and Equipment (Task 1)

Chemicals (the actual labeling for each package is given in bold font)

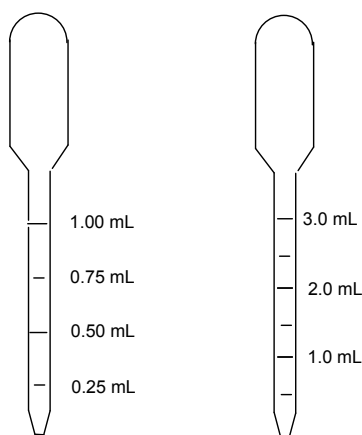
	Risk Phrase ⁺	Safety Phrase ⁺
~ 2 M HCl ,* solution in water, 50 mL in a bottle	R34, R37	S26, S45
~ 0.01 M KI₃ ,* solution in water, 10 mL in a bottle, labeled “I ₂ ”.		
Acetone, (CH₃)₂CO , M = 58.08 g mol ⁻¹ , density = 0.791 g mL ⁻¹ , 10.0 mL in a vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64.12 g mol ⁻¹ , density = 0.872 g mL ⁻¹ , 3.0 mL in a pre-scored ampule	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ See page 3 for definition of Risk and Safety Phrases.

* The exact molarity is indicated on the label, with the concentration given before the name of the substance.

Equipment - Kit #1

وسایل موجود در Kit #1



- یک بطری شیشه ای که با آب مقطر پر شده است
- پانزده ویال شیشه ای در پیچ دار با در های تفلونی
- ده پیپت پلی اتیلنی 1-mL که با مقیاس حجمی 0.25 mL مدرج شده است (در سمت چپ نشان داده شده است)
- ده پیپت پلی اتیلنی 3-mL که با مقیاس حجمی 0.50 mL مدرج شده است (در سمت چپ نشان داده شده است)
- یک تایمر دیجیتالی (stopwatch)

Name:

Code: IRN

Risk and Safety Phrases (Task 1)

R11 Highly flammable

به شدت آتشگیر

R34 Causes burns

منجر به سوختگی می شود

R36 Irritating to eyes

برای چشم حساسیت ایجاد می کند

R37 Irritating to respiratory system

برای سیستم تنفسی حساسیت ایجاد می کند

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

تماس مکرر موجب خشکی و ترک پوست می شود

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

بخارات آن ممکن است موجب خواب آلودگی و سردرد شود

S9 Keep container in a well-ventilated place

ظرف را در جایی قرار دهید که از تهویه مناسبی برخوردار باشد

S16 Keep away from sources of ignition

دور از منبع حرارت قرار دهید

S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice

در صورت تماس با چشم، با مقدار زیادی از آب بشویید و توصیه های پزشکی را دنبال کنید

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

در صورت احساس ناراحتی توصیه های پزشکی را دنبال کنید

۱۸٪ نمره کل

آزمایش ۱

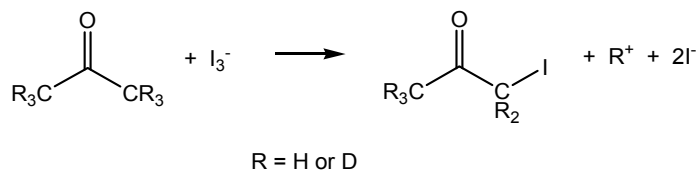
a	b	c	d	e	f	g	Task 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

سینتیک، اثر ایزوتوپی و مکانیسم یددار شدن استون

کشف مکانیسم واکنشهای شیمیایی تاثیر زیادی در پیشرفت دانش کاتالیز و سنتز دارد. یکی از قویترین ابزارها برای بررسی مکانیسم واکنشها مطالعه سینتیک آنها است، زیرا نحوه تغییرات سرعت واکنش با شرایط واکنش مستقیماً به مکانیسم واکنش بستگی دارد. یک ابزار قدرتمند دیگر، مطالعه مولکولهای است که در آنها جایجایی ایزوتوپی انجام شده است. در حالی که ایزوتوپها واکنش پذیری مشابهی دارند، تفاوتهای کوچکی در سرعت واکنشهای آنها دیده می شود که به دلیل تفاوت جرم هسته ها است.

در این آزمایش، شما از سینتیک و اثر ایزوتوپی برای به دست آوردن اطلاعات در مورد واکنش یددار شدن استون در محلول

آبی اسیدی استفاده می کنید:



واکنش با معادله سرعت زیر انجام می شود:

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

که شما باید ثابت سرعت (k) و مرتبه های واکنش (اعداد صحیح) m ، n و p را تعیین کنید. شما همچنین واکنش پذیری استون را با استون دوتره ($\text{acetone-}d_6$) که در آن شش اتم پروتیم (^1H) با اتمهای دوتریم (^2H , D) جایگزین شده اند، را مقایسه خواهید کرد تا اثر ایزوتوپی واکنش ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) را تعیین کنید. به کمک این اطلاعات شما در مورد مکانیسم واکنش نتیجه گیری می کنید.

لطفاً شرح کامل این آزمایش را در ابتدا بخوانید و قبل از شروع، برای انجام کار خود برنامه ریزی کنید.

روش کار

سرعت‌های واکنش به دما بستگی دارند. دمای اتاقی که در آن کار می‌کنید را در زیر یادداشت کنید (از کارشناس آزمایشگاه پرسید).

°C

روش استفاده از زمان سنج دیجیتال:

- (۱) دکمه [MODE] را چند بار فشار دهید تا کلمه **COUNT UP** پدیدار شود.
- (۲) برای شروع اندازه‌گیری زمان، دکمه [START/STOP] را فشار دهید.
- (۳) برای پایان اندازه‌گیری زمان، دکمه [START/STOP] را فشار دهید.
- (۴) برای پاک کردن صفحه، دکمه [CLEAR] را فشار دهید.

روش کلی انجام آزمایش

حجم‌هایی از هیدروکلریک اسید، آب مقطر و محلول پتاسیم تری یدید (که روی آن "I₂" نوشته شده) را انتخاب می‌کنید و درون ظرف واکنش (ویال) می‌ریزید. غلظت‌های اولیه واکنشگرها در مخلوط واکنش باید در محدوده‌های زیر باشند (لازم نیست که کل محدوده‌های زیر را بررسی کنید، اما اعداد شما نباید به میزان قابل توجهی خارج از محدوده‌های زیر باشند):

[H⁺]: بین 0.2 و 1.0 مولار

[I₃⁻]: بین 0.0005 و 0.002 مولار

[acetone]: بین 0.5 و 1.5 مولار

برای شروع شدن واکنش، حجمی از استون را که انتخاب کرده‌اید به محلولی که حاوی بقیه واکنشگرها است اضافه می‌کنید، در ظرف واکنش را سریع می‌بندید، دکمه شروع زمان سنج را می‌زنید، ظرف واکنش را یک مرتبه تکان شدید می‌دهید و آن را روی یک سطح سفید رنگ در کنار خود قرار می‌دهید. حجم واکنشگرهایی را که استفاده کرده‌اید در جدول قسمت (a) یادداشت می‌کنید.

هنگامی که یک واکنش را آماده کرده و انجام می‌دهید، قسمتهایی از ظرف واکنش که پایین تر از سطح مایع درون آن است را با دست نگاه ندارید. پیشرفت واکنش را می‌توان به صورت چشمی، با مشاهده ناپدید شدن رنگ قهوه‌ای - زرد یون تری یدید بررسی کرد. زمانی که لازم است تا رنگ ناپدید شود را اندازه‌گیری و یادداشت کنید. هنگامی که واکنش کامل شد، ظرف واکنش را در کناری قرار دهید و در آن را بسته نگاه دارید که بخارات ترکیب یدواستون به شما نرسد.

Name:

Code: IRN

به هر تعدادی که می خواهید آزمایش را با غلظتهای متفاوت واکنشگرها تکرار کنید. غلظتهای واکنشگرها که استفاده کرده اید را در جدول (c) بنویسید. راهنمایی: در هر بار آزمایش فقط یکی از غلظتها را تغییر دهید.

هنگامی که مطالعه سرعت واکنش استون را به پایان رساندید، باید سرعت واکنش استون دوتره (acetone-d_6) را بررسی کنید. توجه کنید که اگرچه شما مقدار زیادی استون در اختیار دارید، فقط 3.0 میلی لیتر استون دوتره به شما داده شده است، که این به دلیل قیمت بالاتر مواد ایزوتوپی می باشد. بنابراین به ازای هر بار درخواست مقدار اضافی acetone-d_6 یک نمره به عنوان جریمه کم می شود. هنگامی که می خواهید از این واکنشگر استفاده کنید دست خود را بالا ببرید تا کارشناس آزمایشگاه آمپول در بسته این ماده را برای شما باز کند. واکنشهای ترکیبات دوتریم دار معمولاً آهسته تر از ترکیبات پروتیم دار هستند. بنابراین به شما قویا توصیه می شود که هنگام کار کردن با $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ شرایط واکنش را طوری انتخاب کنید که واکنش سریعتر انجام شود.

هنگامی که کار شما به پایان رسید:

(a) ظرف آب را خالی کنید و آن را با بقیه وسایل استفاده نشده، در جعبه "Kit #1" قرار دهید.

(b) پیت های استفاده شده و ظروف واکنش در بسته را درون ظرف مخصوص زیر هود قرار دهید.

(c) قسمتهای شیشه ای آمپول شکسته شده را در ظرف **Broken Glass Disposal** قرار دهید.

تمیز کردن محل کار خود را می توانید بعد از فرمان STOP انجام دهید.

Name:

Code: IRN

(a) نتایج خود برای استون، $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ ، را در جدول زیر بنویسید. لازم نیست که کل جدول را پر کنید.

Run #	Volume HCl solution, mL	Volume H_2O , mL	Volume I_3^- solution, mL	Volume $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	زمان لازم برای ناپدید شدن I_3^- ، s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

(b) نتایج خود برای استون دوتره، $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ، را در جدول زیر بنویسید. لازم نیست که کل جدول را پر کنید.

Run #	Volume HCl solution, mL	Volume H_2O , mL	Volume I_3^- solution, mL	Volume $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	زمان لازم برای ناپدید شدن I_3^- ، s
1d					
2d					
3d					
4d					

Name:

Code: IRN

(c) از جدولهای زیر برای محاسبه غلظتها و سرعتهای متوسط واکنشهایی که مطالعه کرده اید استفاده کنید. فرض کنید که حجم هر مخلوط واکنش مساوی مجموع حجمهای اجزای تشکیل دهنده آن است. برای محاسبه k (در قسمتهای e و f)، لازم نیست که از همه آزمایشهای انجام شده استفاده کنید، اما باید نشان دهید که از کدام آزمایش یا آزمایشها برای محاسبه k استفاده کرده اید (در ستون سمت راست جدولهای زیر علامت بزنید).

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

Run #	غلظت اولیه $[\text{H}^+]$, M	غلظت اولیه $[\text{I}_3^-]$, M	غلظت اولیه $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	سرعت متوسط ناپدید شدن I_3^- M s^{-1}	آیا از این آزمایش در محاسبه k_{H} استفاده شده؟	
					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"/>

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

Run #	غلظت اولیه $[\text{H}^+]$, M	غلظت اولیه $[\text{I}_3^-]$, M	غلظت اولیه $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	سرعت متوسط ناپدید شدن I_3^- M s^{-1}	آیا از این آزمایش در محاسبه k_{D} استفاده شده؟	
					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"/>

Name:

Code: IRN

(d) مرتبه واکنش (عدد صحیح) نسبت به استون، تری یدید و یون هیدروژن را بنویسید.

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

$m =$

$n =$

$p =$

(e) ثابت سرعت، k_H ، را برای واکنش استون، $(CH_3)_2CO$ ، محاسبه کنید و واحد آن را بنویسید.

$k_H =$

(f) ثابت سرعت، k_D ، را برای واکنش استون دوتره، $(CD_3)_2CO$ ، محاسبه کنید و نسبت k_H/k_D (اثر ایزوتوپی واکنش) را به دست

آورید.

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Name:

Code: IRN

(g) با استفاده از اطلاعات سینتیکی و اثر ایزوتوپی، شما می توانید در مورد مکانیسم واکنش نتیجه گیری کنید. در زیر یک مکانیسم ممکن برای یددار شدن استون نوشته شده است. یکی از واکنشهای زیر، مرحله تعیین کننده سرعت (R.D.S.) است و همه مراحل قبل از آن به سرعت به تعادل می رسند، تعادلی که قویا به سمت تولید واکنش دهنده ها است.

در جدول زیر، در اولین ستون چسبیده به مراحل واکنش، علامتهای (✓) یا (X) قرار دهید:

اگر قانون سرعت تجربی تعیین شده توسط شما (قسمت d)، با این فرض که آن مرحله، مرحله تعیین کننده سرعت (R.D.S.) باشد سازگار است، علامت چک (✓) قرار دهید و اگر ناسازگار است از علامت (X) استفاده کنید. در دومین ستون بعد از مراحل واکنش، اگر اثر ایزوتوپی تعیین شده توسط شما (قسمت f)، با این فرض که آن مرحله، مرحله تعیین کننده سرعت (R.D.S.) باشد سازگار است، علامت چک (✓) قرار دهید و اگر ناسازگار است از علامت (X) استفاده کنید.

	R.D.S. با قانون سرعت سازگار است؟	R.D.S. با اثر ایزوتوپی سازگار است؟
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

دستورالعمل (آزمایش ۲)

- این امتحان شامل ۱۳ صفحه برای آزمایش ۲، یک جدول تناوبی و پاسخنامه است.
- برای خواندن این دستور کار قبل از شروع آزمایش ۱۵ دقیقه وقت دارید.
- برای انجام آزمایش ۲، ۲ ساعت و ۴۵ دقیقه وقت دارید.
- وقتی می توانید آزمایش را شروع کنید که به شما اجازه شروع (START) داده شود. وقتی دستور توقف (STOP) داده شد باید کارتان را به سرعت متوقف کنید. در صورت تاخیر به اندازه ۵ دقیقه، به آزمون عملی شما نمره ای تعلق نمی گیرد. بعد از اینکه دستور توقف (STOP) داده شد، در محل کار خود باقی بمانید. کارشناس آزمایشگاه محل کار شما را چک خواهد کرد. روی میز کار شما باید مورد ذکر شده زیر وجود داشته باشد:
- سوال / پاسخنامه (این دفترچه)
- یک TLC plate در یک کیسه در زیپ دار با کد دانش آموز
- ویالی که با علامت "Product" مشخص شده است
- شما ملزم به رعایت قواعد ایمنی مطابق با قوانین IChO هستید. در مدتی که در آزمایشگاه حضور دارید باید از عینک ایمنی یا عینک خودتان که برایتان تجویز شده استفاده کنید. از پوار برای پر کردن پیت استفاده کنید. وقتی مواد شیمیایی را بر می دارید بهتر است که از دستکش استفاده کنید.
- اگر قواعد ایمنی را رعایت نکنید، فقط یک بار به شما تذکر داده می شود. چنانچه برای بار دوم تکرار شود، از آزمایشگاه اخراج شده و برای امتحان عملی شما نمره صفر منظور می گردد.
- اگر راجع به رعایت موارد ایمنی سوالی دارید یا اگر لازم است آزمایشگاه را ترک کنید با کارشناس آزمایشگاه صحبت کنید.
- فقط در محلی که برای شما در نظر گرفته شده است می توانید کار کنید.
- برای پاسخ گویی فقط از خودکار داده شده استفاده کنید و از مداد استفاده نکنید.
- از ماشین حساب داده شده استفاده کنید.
- پاسخ را فقط در محل های تعیین شده بنویسید. اگر پاسخ را در جای دیگری بنویسید تصحیح نمی شود. اگر نیاز به چرکنویس دارید از پشت صفحه ها استفاده کنید.
- دورریز ویال های استفاده شده را در ظرفی که با علامت "Broken Glass Disposal" مشخص شده قرار دهید.
- دورریز محلول ها را در ظرفی که با علامت "Liquid Waste" مشخص شده است بریزید.
- چنانچه مواد شیمیایی یا ظروف آزمایشگاهی اضافی بخواهید، برای بار اول نمره ای کسر نمی شود ولی به ازای هر درخواست بعدی یک نمره از ۴۰ نمره امتحان عملی شما کسر می شود.
- اگر به نسخه انگلیسی این امتحان نیاز داشته باشید، فقط در صورت درخواست در اختیار شما قرار خواهد گرفت.

Name:

Code: IRN

1																	18
1 1.00794 H 0.28																	2 4.00260 He 1.40
3 6.941 Li	4 9.01218 Be											5 10.811 B 0.89	6 12.011 C 0.77	7 14.0067 N 0.70	8 15.9994 O 0.66	9 18.9984 F 0.64	10 20.1797 Ne 1.50
11 22.9898 Na	12 24.3050 Mg											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	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	38 87.62 Sr	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	56 137.327 Ba	57-71 La-Lu	72 178.49 Hf 1.59	73 180.948 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 (208.98) Po	85 (209.99) At	86 (222.02) Rn 2.20
87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	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) Ff	115 (288) Uup	116 (292) Lv	117 (294) Uus	118 (294) Uuo
57 138.906 La 1.87	58 140.115 Ce 1.83	59 140.908 Pr 1.82	60 144.24 Nd 1.81	61 (144.91) Pm 1.83	62 150.36 Sm 1.80	63 151.965 Eu 2.04	64 157.25 Gd 1.79	65 158.925 Tb 1.76	66 162.50 Dy 1.75	67 164.930 Ho 1.74	68 167.26 Er 1.73	69 168.934 Tm 1.72	70 173.04 Yb 1.94	71 174.04 Lu 1.72			
89 (227.03) Ac 1.88	90 232.038 Th 1.80	91 231.036 Pa 1.56	92 238.029 U 1.38	93 (237.05) Np 1.55	94 (244.06) Pu 1.59	95 (243.06) Am 1.73	96 (247.07) Cm 1.74	97 (247.07) Bk 1.72	98 (251.08) Cf 1.99	99 (252.08) Es 2.03	100 (257.10) Fm	101 (258.10) Md	102 (259.1) No	103 (260.1) Lr			

Atomic number →

1

← Atomic weight

← Atomic symbol

← Covalent radius, Å

1.00794

H

0.28

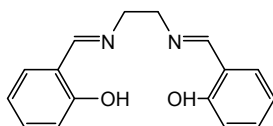
Chemicals and Equipment (Task 2)

Chemicals and materials (the actual labeling for each package is given in bold font)

	Risk Phrase ⁺	Safety Phrase ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1.0 g ^b in a vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1.9 g ^b in a vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1M solution in ethanol, 12 mL in a bottle	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 mL in a bottle	R11	S7 S16
Acetone, (CH₃)₂CO , 100 mL in a bottle	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 mL of a ~3.5 mg/mL ^b solution in a bottle		
KI ₃ , ~0.010 M solution in water, ^b 50 mL in a bottle, labeled “I ₂ ”.		
Ascorbic Acid , ~0.030 M solution in water, ^b 20 mL in a bottle		
1% Starch , solution in water, 2 mL in a bottle		
TLC plate – one 5 cm × 10 cm silica gel strip in a plastic zipper bag		

⁺ See page 15 for definition of Risk and Safety Phrases.

^a (salen)H₂:



^b The exact value is indicated on the label.

^c (salen*)MnCl_x (both R groups are equal and can be either H, or COOH or SO₃H):

(هر دو گروه R یکسان هستند و می توانند H، COOH یا SO₃H باشند)



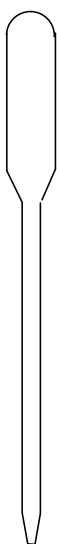
وسایل

استفاده عمومی: ترازو

- دو پایه و گیره که با کد شما زیر هود قرار دارد
- یک **hotplate stirrer**
- یک خط کش **300 mm**
- یک مداد

:Kit #2

- دو **250 mL Erlenmeyer flasks** (یکی برای سنتز، یکی برای تبلور)
- یک استوانه مدرج، **50 mL**
- یک مگنت تخم مرغی **20 mm (magnetic stirring bar)**
- یک قیف **Hirsch funnel**
- کاغذ صافی های دایره ای شکل برای **Hirsch funnel** و برای تانک TLC
- یک ارلن خلا **125 mL** برای صاف کردن به کمک خلا
- واشر لاستیکی برای ارلن خلا
- یک حمام یخ پلاستیکی **0.5 L**
- یک میله شیشه ای
- دو پیپت پلاستیکی **1 mL** (در سمت چپ نشان داده شده)
- یک اسپاتول پلاستیکی
- یک ویال در دار **4 mL** خالی که با علامت "Product" برای محصول واکنش مشخص شده است

: **Kit #3**

- سه ویال در پیچ دار کوچک (برای محلول های TLC)
- ده لوله موین کوتاه **(100 mm)** برای TLC
- یک شیشه ساعت (برای تانک TLC)
- یک بشر **250 mL** برای تانک TLC

: Kit #4

- یک بورت **25 mL** نصب شده و آماده استفاده
- یک قیف پلاستیکی کوچک
- چهار **125 mL Erlenmeyer flasks**
- یک پوار برای پیپت ها
- یک پیپت حجمی **10 mL**
- یک پیپت حجمی **5 mL**

Name:

Code: IRN

Risk and Safety Phrases (Task 2)

R11 Highly flammable

به شدت آتشگیر

R36/37/38 Irritating to eyes, respiratory system and skin

حساسیت زا برای چشم، سیستم تنفسی و پوست

R62 Possible risk of impaired fertility

خطر از بین بردن باروری

R63 Possible risk of harm to the unborn child

خطر آسیب به نوزاد پیش از تولد

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

تماس مکرر موجب خشکی و ترک پوست می شود

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

بخارات آن ممکن است موجب خواب آلودگی و سردرد شود

S7 Keep container tightly closed

در ظرف را محکم ببندید

S9 Keep container in a well-ventilated place

ظرف را در محلی قرار دهید که از تهویه مناسبی برخوردار باشد

S16 Keep away from sources of ignition

دور از منبع حرارت نگهداری شود

S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.

در صورت تماس با چشم ، به سرعت با مقدار زیادی آب بشویید و توصیه های پزشکی را دنبال کنید.

S28A After contact with skin, wash immediately with plenty of water.

در صورت تماس با پوست ، فوراً با مقدار زیادی آب بشویید

S37 Wear suitable gloves.

از دستکش مناسب استفاده کنید

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

از دستکش مناسب استفاده کنید و از چشم / صورت محافظت کنید

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

در صورت احساس ناراحتی توصیه های پزشکی را دنبال کنید

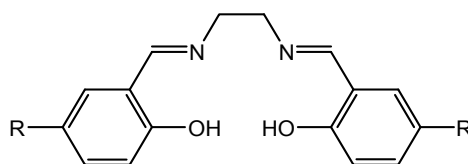
۲۲٪ از کل نمره

آزمایش ۲

سنتز یک کمپلکس سالن منگنز (Salen Manganese Comple) و تعیین فرمول محصول

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

کمپلکس های فلز واسطه عناصر $3d$ با لیگاند بیس (سالیسیلیدن) اتیلن دی آمین $\text{bis(salicylidene)ethylenediamine (salen)}$ کاتالیست های موثری در واکنش های اکسایش کاهش در سنتز آلی می باشند.



$(\text{salen})\text{H}_2$, R = H

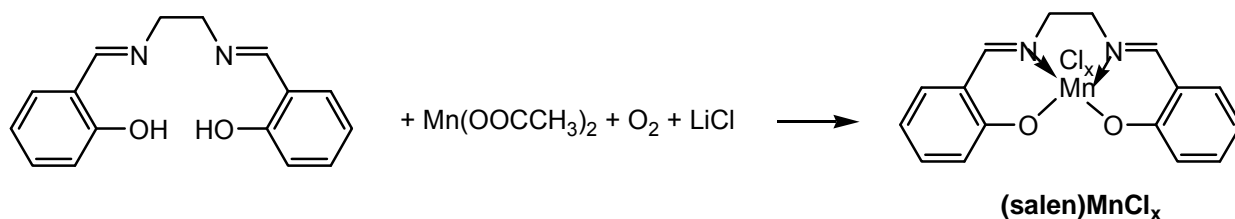
$(\text{salen}^*)\text{H}_2$, R = H, COOH, or SO₃H

توانایی لیگاند سالن برای پایدار کردن حالت های اکسایش بالا عناصر $3d$ اهمیت خاصی دارد. بویژه، با تهیه کمپلکس سالن منگنز می توان ترکیبات منگنز در حالات اکسایش $2+$ تا $5+$ را بسته به شرایط واکنش تولید کرد. در این آزمایش شما باید یک کمپلکس سالن منگنز را از واکنش $(\text{salen})\text{H}_2$ با منگنز (II) استات در اتانول، در حضور لیتیوم کلرید در مجاورت هوا تهیه کنید. تحت این شرایط شما احتمالاً کمپلکسی با فرمول $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ به دست می آورید که $x = 0, 1, 2, \text{ or } 3$ است.

شما باید:

(i) وزن محصول را بدست آورید. (ii) با استفاده از کروماتوگرافی لایه نازک (TLC) خلوص محصول را مشخص کنید. (iii) با استفاده از تیتراسیون اکسایش – کاهش یدومتری عدد اکسایش فلز در کمپلکس را مشخص کنید. جهت تیتراسیون اکسایش – کاهش، محلولی از یک ترکیب مشابه محصول شما که قبلاً تهیه شده در اختیار شما قرار داده خواهد شد، $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ ، که در آن منگنز همان عدد اکسایش محصول را دارد و استخلاف R روی حلقه بنزن H، COOH یا SO₃H می باشد.

لطفاً کل شرح آزمایش را خوانده و قبل از شروع برای خود برنامه ریزی داشته باشید. بعضی از قسمت ها باید بطور موازی انجام شوند تا بتوان به موقع آزمایش را به پایان رساند.

A. سنتز $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ 

۱. ۲ یا ۳ بلور $(\text{salen})\text{H}_2$ را در یک ویال کوچک کنار بگذارید که بعداً برای آزمایش TLC از آن استفاده می شود.
۲. نمونه $(\text{salen})\text{H}_2$ با وزن تقریبی یک گرم که در اختیار شما قرار داده شده را بداخل ارلن مایر 250 mL بریزید و یک مگنت به آن اضافه کنید. ۳۵ میلی لیتر اتانول مطلق به آن اضافه کنید.
۳. ارلن را روی هیتر با همزن مغناطیسی قرارداده و در حال همزدن آنرا گرم کنید تا جامدات حل شوند (معمولاً وقتی اتانول نزدیک به جوشیدن است، حل شدن کامل می شود). سپس دما را کاهش دهید تا دمای محلول زیر نقطه جوش ولی نزدیک به آن باشد. مخلوط واکنش را شدید نجوشانید طوری که گردن ارلن سرد بماند. اگر ارلن به قدری گرم شد که نتوان آنرا با دست گرفت از یک حوله کاغذی استفاده کنید.
۴. ارلن را از روی هیتر برداشته و به آن $\text{Mn}(\text{OAc})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ که از قبل وزن شده، به وزن تقریبی 1.9g، اضافه کنید. رنگ قهوه ای تیره ای ظاهر خواهد شد. ارلن را فوراً روی هیتر قرار داده و گرم کردن و همزدن را برای ۱۵ دقیقه ادامه دهید. مخلوط را نجوشانید طوری که گردن ارلن سرد بماند.
۵. ارلن را از روی هیتر برداشته و به آن محلول 1M LiCl در اتانول (۱۲ میلی لیتر، به مقدار اضافی) که در اختیار شما قرار داده خواهد شد اضافه کنید. ارلن را روی هیتر قرار داده و همزدن و گرم کردن را بمدت ۱۰ دقیقه ادامه دهید. مخلوط را نجوشانید طوری که گردن ارلن سرد بماند.
۶. پس از این مدت ارلن را از روی هیتر برداشته و آنرا به منظور تبلور بمدت ۳۰ دقیقه در حمام یخ قرار دهید. هر ۵ دقیقه توسط میله شیشه ای دیواره داخلی ارلن را در زیر سطح مایع به آرامی خراش دهید تا تبلور $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ تسریع شود. ممکن است اولین بلورها بلافاصله پس از سرد کردن یا پس از گذشت ۱۰ تا ۱۵ دقیقه ظاهر شوند.
۷. از شیلنگ خلا در کنار هود (که شیر آن با علامت "Vacuum" مشخص شده است) استفاده کنید و بلورهای تشکیل شده را با استفاده از یک قیف هرش کوچک (Hirsch funnel) و ارلن خلا، صاف کنید. بدون اینکه ارلن را از خلا جدا کنید با استفاده از پیپت پلاستیکی (transfer pipette) رسوبات را با چند قطره استن شستشو داده و در حالی که همچنان خلا کار می کند رسوبات را روی قیف بمدت ۱۰ الی ۱۵ دقیقه نگه دارید تا خشک شوند.

Name:

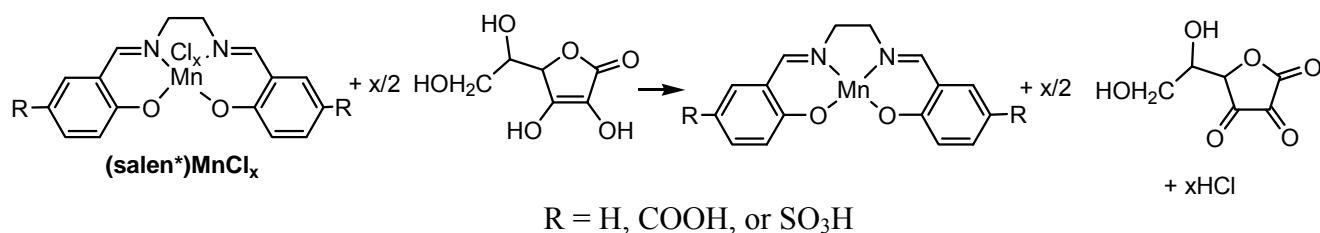
Code: IRN

۸. محصول جامد را به داخل ویال که با علامت "Product" مشخص شده و از قبل وزن کرده اید انتقال دهید و وزن محصول، m_p ، را محاسبه و در جدول زیر گزارش کنید. همچنین وزن مواد استفاده شده در سنتز: $(\text{salen})\text{H}_2$ ، m_S ، و $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ، m_{Mn} ، را گزارش کنید.
۹. ویال با برچسب product را داخل کیسه زیپ دار قرار دهید.

_____ g	وزن ویال خالی با برچسب محصول (Product)
_____ g	وزن ویال با محصول خشک
_____ g	وزن محصول، m_p :
_____ g	وزن $(\text{salen})\text{H}_2$ از روی برچسب ویال (از برچسب کپی کنید)، m_S :
_____ g	وزن $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ از روی برچسب ویال (از برچسب کپی کنید)، m_{Mn} :

Name:

Code: IRN

B. آنالیز حجمی نمونه داده شده $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ 

روش استفاده از پوار

۱. حباب را به پیپت وصل کنید.
 ۲. حباب لاستیکی را محکم فشار دهید.
 ۳. دکمه پیکان رو به بالای حباب را فشار دهید تا مقداری از محلول بداخل پیپت وارد شود.
 ۴. دکمه پیکان رو به پائین حباب را فشار دهید تا مقداری از محلول بداخل ظرف مورد نظر منتقل شود.
- توجه:** پیپت ها و بورت آماده استفاده بوده و نیازی به شستن و کر دادن ندارند.
۱. 10.00 mL محلول مجهول $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ را توسط پیپت حجمی به داخل ارلن ۱۲۵ میلی لیتری بریزید.
 ۲. 5.00 mL از محلول اسکوریبک اسید را به این محلول اضافه کرده و خوب مخلوط کنید. بگذارید محلول ۳-۴ دقیقه بماند.
 ۳. برای اجتناب از اکسایش اسکوریبک اسید با اکسیژن هوا تاخیر نکنید و فورا محلول را با محلول KI_3 و با استفاده از ۵ قطره محلول ۱٪ نشاسته، به عنوان شناساگر، تیترا کنید. رنگ آبی یا آبی - سبز در نقطه پایانی باید حداقل برای ۳۰ ثانیه باقی بماند.
 ۴. اگر زمان اجازه می دهد ۱ یا ۲ بار دیگر تیتراسیون را تکرار کنید تا دقت اندازه گیری شما بهبود یابد.

نتایج تیتراسیون (های) خود را در جدول زیر بنویسید:

#	حجم خوانده شده روی بورت حاوی KI_3 در شروع تیتراسیون، mL	حجم خوانده شده روی بورت حاوی KI_3 در پایان تیتراسیون ، mL	حجم مصرف شده ، mL
1			
2			
3			

Name:

Code: IRN

(i) حجم محلول KI_3 مصرفی (نتیجه یک آزمایش یا میانگین نتایج) برحسب میلی لیتر، که برای محاسبه جرم مولی $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ بکار خواهید برد را مشخص کنید:

حجم محلول KI_3 استفاده شده در محاسبات:	_____ mL
---	----------

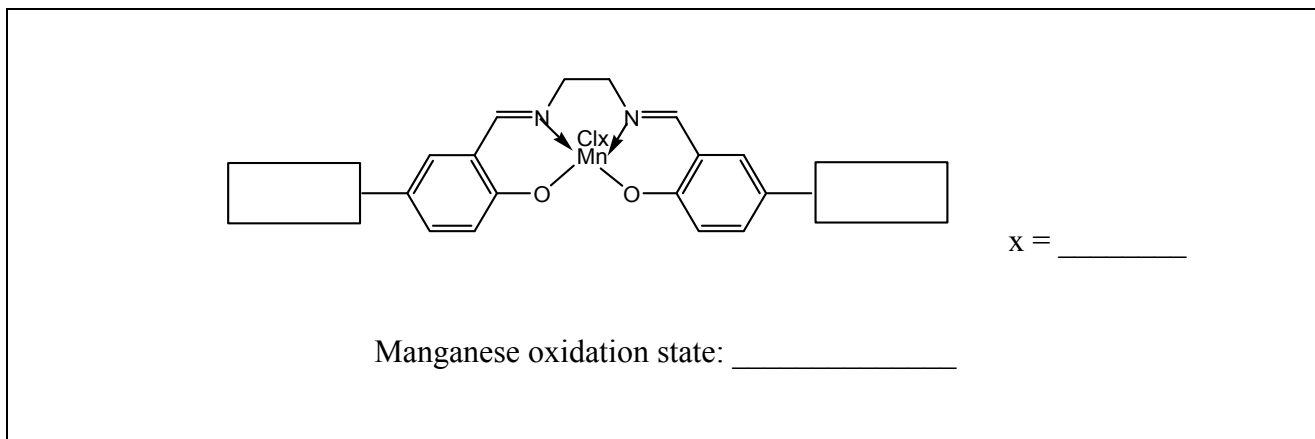
غلظت $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ (از روی برچسب روی بطری) :	_____ mg/mL
غلظت ascorbic acid (از روی برچسب روی بطری) :	_____ M

Name:

Code: IRN

(ii) از روی اطلاعات تیتراسیون حاصله و با مراجعه به جدول زیر، مقدار x ، عدد اکسایش منگنز و هویت استخلاف روی لیگاند

سالن (R = H, COOH, SO₃H) را مشخص کنید. آنها را در جدول زیر بنویسید:



R	x	(Theoretical molar mass)/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

Name:

Code: IRN

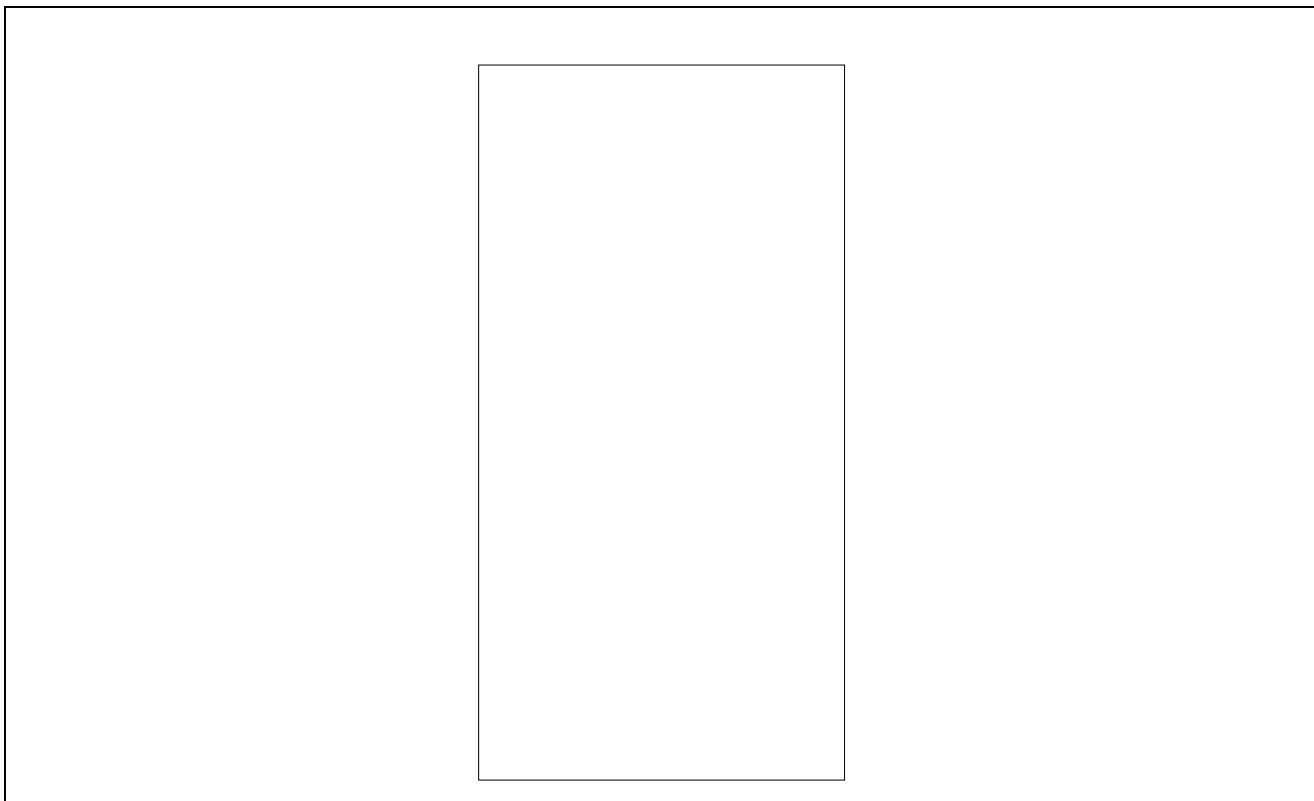
C. شناسائی (salen)MnCl_x توسط TLC

۱. چند بلور (salen)MnCl_x را که خودتان تهیه کرده اید در چند قطره اتانول مطلق حل کنید. از یک ویال کوچک و یک پیپت پاستور پلاستیکی استفاده کنید.
۲. چند بلور (salen)H₂ را در چند قطره اتانول مطلق در یک ویال کوچک دیگر حل کنید.
۳. اگر لازم بود با استفاده از قیچی (از مسئول آزمایشگاه بخواهید) ورق TLC را ببرید طوری که ارتفاع آن برای تانک TLC مناسب باشد.
۴. یک کاغذ صافی گرد بزرگ را لوله کرده و طوری داخل بشر قرار دهید که تقریباً تمام ارتفاع بشر را بپوشاند. این کار باعث می شود بخار اتانول محفظه را اشباع کند. اتانول را به بشر اضافه کنید تا کاغذ را خیس کرده و ته بشر را لایه نازکی از حلال به ارتفاع ۳-۴ میلی متر بپوشاند. بشر را با شیشه ساعت ببندید.
۵. محل شروع را علامت بزنید.
۶. با استفاده از لوله های موئین صفحه TLC را با هر دو محلول نقطه گذاری کنید.
۷. TLC را در بشری که بمدت ۱۰ الی ۱۵ دقیقه با شیشه ساعت پوشانده شده است انجام دهید.
۸. مرز حلال (solvent front) و نقاط رنگی روی صفحه TLC را با مداد علامت بزنید.
۹. صفحه TLC را در هوا خشک کنید و آنرا دوباره داخل کیسه زیپ دار قرار دهید.
۱۰. R_f را برای (salen)H₂ و (salen)MnCl_x محاسبه کنید.

Name:

Code: IRN

(i) تصویر ورق TLC را روی پاسخنامه رسم کنید.



(ii) R_f را برای $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ و $(\text{salen})\text{H}_2$ تعیین و گزارش کنید.

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

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

وقتی کارتتان تمام شد:

- (a) ضایعات مایع را در ظرفی که با علامت **Liquid Waste** مشخص شده است بریزید.
- (b) ویال های مصرفی را داخل ظرفی که با علامت **Broken Glass Disposal** مشخص شده است قرار دهید.
- (c) وسایل شیشه ای مصرفی را در داخل جعبه های مربوطه که با علایم “Kit #2”, “Kit #3” and “Kit #4” مشخص شده قرار دهید.