

# הנחיות לניסוי מספר 1

- מבחן זה מכיל 10 עמודים עבור ניסוי מספר 1, כולל דפי התשובות.
- לרשותך 15 דקות לקריאת חוברת זו לפני שתתחיל בביצוע הניסוי.
- לרשותך 2 שעות ו- 15 דקות להשלמת ניסוי מספר 1.
- התחל לעבוד רק לאחר שתינתן הוראת **START**. עליך להפסיק את עבודתך מיד בהינתן הוראת **STOP**. עיכוב של 5 דקות בהפסקת העבודה יגרום לפסילת מבחן המעבדה שלך. לאחר שניתנה הוראת ה-**STOP**, המתן במקומך. מדריך יבדוק את עמדת העבודה שלך. עליך להשאיר את דפי הניסוי והתשובות על שולחן (חוברת זו).
- עליך להישמע להוראות הבטיחות של IChO. בעודך במעבדה, עליך להרכיב משקפי מגן. תוכל להשתמש בכפפות כאשר תעבוד עם חומרים כימיים.
- תקבל רק אזהרה אחת מהמדריך, במידה ותעבור על הוראות הבטיחות. בפעם השניה, תורחק מהמעבדה וציונך במבחן המעבדה הכולל את שני הניסויים יהיה אפס.
- אל תהסס לשאול את המדריך כל שאלה הנוגעת לבטיחות, ו/או אם תצטרך לעזוב את החדר.
- מותר לך לעבוד אך ורק בעמדה שמוקצית לך.
- לכתובת התשובות, השתמש אך ורק בעט שסופקה לך, ולא בעיפרון.
- השתמש במחשבון שסופק לך.
- על כל התשובות להיכתב במקומות המתאימים שבתוך דפי התשובות. כל מה שייכתב במקום אחר, לא יזכה בניקוד. השתמש בצד האחורי של הדפים כנייר טיוטה.
- השתמש במיכל המסומן "Used Vials" לסילוק בקבוקונים פקוקים המכילים תמיסות תגובה.
- השתמש במיכל המסומן "Liquid Waste" לסילוק פסולת נוזלית.
- השתמש במיכל המסומן "Broken Glass Disposal" לסילוק חלקי האמפולה השבורה.
- כימיקלים וכלי מעבדה ימולאו מחדש או יוחלפו ללא עונש רק במקרה הראשון. כל מקרה נוסף יוביל להורדת נקודה אחת מתוך 40 הנקודות של מבחן המעבדה.
- הגרסה האנגלית הרשמית של מבחן זה זמינה לצורך הבהרות בלבד.

# כימיקלים וציוד, ניסוי מספר 1

כימיקלים (הסימון המופיע על הכלים מופיע בכתב מודגש)

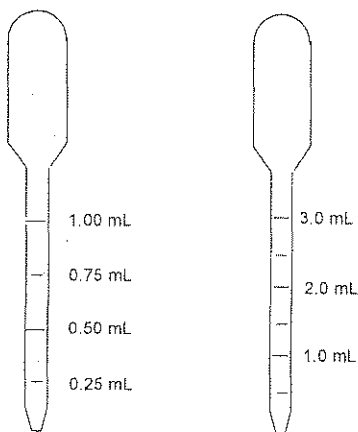
	Risk Phrase <sup>+</sup>	Safety Phrase <sup>+</sup>
תמיסה מימית של $\sim 2 \text{ M HCl}$ , * 50 מ"ל בבקבוק. $\sim 2 \text{ M HCl}$ , * solution in water, 50 mL in a bottle	R34, R37	S26, S45
תמיסה מימית של $\sim 0.01 \text{ M KI}_3$ , * 10 מ"ל בבקבוק המסומן " $\text{I}_2$ ". $\sim 0.01 \text{ M KI}_3$ , * solution in water, 10 mL in a bottle, labeled " $\text{I}_2$ ".		
אצטון, 10.0 מ"ל בבקבוקון Acetone, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , $M = 58.08 \text{ g mol}^{-1}$ , density = $0.791 \text{ g mL}^{-1}$ , 10.0 mL in a vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
אצטון- $d_6$ , 3.0 מ"ל באמפולה סגורה Acetone- $d_6$ , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , $M = 64.12 \text{ g mol}^{-1}$ , density = $0.872 \text{ g mL}^{-1}$ , 3.0 mL in a pre-scored ampule	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>+</sup> ראה בעמוד 3 את הגדרות הבטיחות.

<sup>\*</sup> הריכוזים המדויקים מצויינים על התווית, כאשר הריכוז נתון לפני שם החומר.

## ציוד - Kit #1

- בקבוק זכוכית מלא במים מזוקקים.
- 15 בקבוקונים בנפח 20 מ"ל עם פקקי טפלון.
- 10 פיפטות בנפח 1.0 מ"ל מפוליאתילן, משונתות כל 0.25 מ"ל (ראה ציור משמאל).
- 10 פיפטות בנפח 3.0 מ"ל מפוליאתילן, משונתות כל 0.50 מ"ל (ראה ציור משמאל).
- שעון עצר דיגיטלי (סטופר).



Name:

Code: ISR

## Risk and Safety Phrases (Task 1)

R11 Highly flammable דליק ביותר

R34 Causes burns גורם לכוויות

R36 Irritating to eyes צורב בעיניים

R37 Irritating to respiratory system מגרה את מערכת הנשימה

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

חשיפה מתמשכת עלולה לגרום לעור יבש או סדוק

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness האדים עלולים לגרום סחרחורת

S9 Keep container in a well-ventilated place שמור במקום מאוורר היטב

S16 Keep away from sources of ignition הרחק ממקור ניצוץ

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

במקרה של מגע בעיניים, שטוף מיד בהרבה מים ובקש עזרה רפואית

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

במקרה של תאונה או אם אתה חש ברע, גש לטיפול רפואי

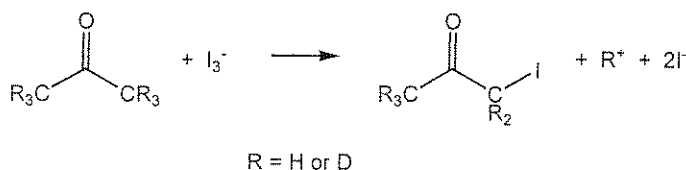
## Task 1

18% of the total

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

ניסוי מספר 1**קינטיקה, אפקט איזוטופי, והמנגנון של תגובת יודינציה של אצטון**

גילוי המנגנונים של תגובות כימיות מוביל להתפתחויות בקטליזה וסינתזה. אחד הכלים החשובים לחקר של מנגנוני תגובה הוא הלימוד של הקינטיקה, מכיוון שהאופנים שבהן מהירויות תגובה משתנות כתלות בתנאי התגובה נגזרות ישירות ממנגנון התגובה. כלי חשוב נוסף הוא החקר של מולקולות המותמרות באיזוטופים. בעוד שאיזוטופים מתאפיינים בראקטיביות דומה, ישנם שינויים קטנים בקצבי התגובה כתלות במסה הגרעינית. בתרגיל זה, תשתמש גם בקינטיקה וגם באפקט איזוטופי לקבלת מידע על מנגנון היודינציה של אצטון בתמיסה מימית חומצית:



התגובה מתרחשת עם משוואת הקצב הבאה:

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

כאשר עליך לקבוע את קבוע הקצב  $k$  ואת סדרי התגובה (מספרים שלמים)  $m$ ,  $n$ ,  $p$ . כמו כן, עליך להשוות את הריאקטיביות של אצטון לזו של  $\text{acetone-}d_6$ , שבו ששת אטומי המימן ( $^1\text{H}$ ) הוחלפו בדאוטריום ( $^2\text{H}$ , D), כדי לקבוע את האפקט האיזוטופי של התגובה. מנתונים אלה תסיק מסקנות על מנגנון תגובה זו.

**אנא קרא את כל מהלך הניסוי ותכנן את עבודתך לפני שתתחיל.**

**מהלך הניסוי**

קצבי תגובות תלויים בטמפרטורה. רשום את טמפרטורת החדר בה אתה עובד (שאל את המדריך):

$^{\circ}\text{C}$

הוראות שימוש בשעון עצר דיגיטלי (סטופר)

- (1) לחץ על כפתור [MODE] עד שתופיע הכתובית COUNT UP.
- (2) כדי להתחיל את מדידת הזמן, לחץ על כפתור [START/STOP].
- (3) כדי להפסיק את מדידת הזמן, לחץ שוב על כפתור [START/STOP].
- (4) כדי למחוק את התצוגה, לחץ על כפתור [CLEAR].

**הוראות כלליות**

מדוד את הנפחים (שהחלטת לבחור) של חומצת מלח, מים מזוקקים, ותמיסת ה-potassium triiodide ( $\text{I}_3^-$ , מסומנת כ- $\text{I}_2$ ) לתוך כלי התגובה. הריכוזים ההתחלתיים של המגיבים צריכים להיות בתוך הטווחים הנתונים להלן (אינך צריך לכסות את כל הטווחים הנתונים, אבל על הערכים שלך לא להיות באופן משמעותי מחוץ לתחומים אלה):

$[\text{H}^+]$ : בין 0.2 - 1.0 M

$[\text{I}_3^-]$ : בין 0.0005 - 0.002 M

[acetone]: בין 0.5 - 1.5 M

כדי להתחיל את התגובה, הוסף נפח נבחר של אצטון לתמיסה המכילה את הראגנטים האחרים, פקוק במהירות את כלי התגובה, הפעל את שעון העצר, ערבב בצורה נמרצת פעם אחת, ולאחר מכן הנח אותו בצד על רקע לבן. רשום את הנפחים של הראגנטים בהם השתמשת בטבלה המסומנת a להלן (עמוד 7). כאשר אתה מעמיד ומריץ את התגובה, אל תחזיק או תיגע בכלי התגובה מתחת לגובה הנוזל שבתוכו. עקוב אחרי התקדמות התגובה באופן ויזואלי, על ידי הסתכלות על היעלמות הצבע הצהוב-חום של יון הטרי-יודיד. רשום את הזמן הדרוש להיעלמות הצבע. כאשר התגובה מסתיימת, הנח בצד את כלי התגובה, והשאר אותו פקוק כך שלא תיחשף לאדים של יודו-אצטון. חזור על פעולה זו מספר פעמים, עם נפחים (ריכוזים) שונים של ראגנטים, עד כמה שנדרש. רמז: בצע שינוי בריכוז של מגיב אחד בכל פעם.

רשום את הריכוזים של הראגנטים בהם השתמשת בטבלה המסומנת c להלן (עמוד 8).

Name:

Code: ISR

לאחר שהשלמת את קביעת מהירות התגובה של אצטון, עליך לקבוע את מהירות התגובה של  $\text{acetone-}d_6$ . שים לב, שבעוד שיש לך כמות גדולה של אצטון, לרשותך רק 3.0 מ"ל של  $\text{acetone-}d_6$  בגלל המחיר היקר של חומר מסומן איזוטופי זה. לכן, כל דרישה נוספת לחומר זה תוריד לך נקודה אחת מהציון. **כאשר תזדקק לראגנט זה, הרם את ידך ואחד המדריכים יפתח את האמפולה הסגורה עבורך.** בגלל שבאופן כללי חומרים מותמרי דאוטריום מגיבים יותר לאט מאשר חומרים מותמרי מימן, מאד מומלץ שעבור החקר של תגובת  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ,  $\text{acetone-}d_6$ , תשתמש בתנאים שהובילו לתגובות מהירות עם אצטון רגיל.

עם סיום עבודתך:

א. רוקן את בקבוק המים והחזר אותו יחד עם ציוד שלא נעשה בו שימוש לתוך הקופסה המסומנת "Kit #1".

ב. הנח פיפטות משומשות ובקבוקונים משומשים פקוקים במיכלים יעודיים בתוך המנדף.

ג. השתמש במיכל המסומן **Broken Glass Disposal** כדי לסלק את כל החלקים של האמפולה הריקה.

הערה: מותר לך להמשיך לנקות את משטח העבודה שלך גם לאחר שהפקודה להפסיק את העבודה, STOP, תינתן.

Name:

Code: ISR

a. רשום את התוצאות שקיבלת עבור אצטון רגיל,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , בטבלה להלן. אינך חייב למלא את כל השורות שבטבלה.

תמיסה מספר Run #	נפח תמיסת HCl, מ"ל Volume HCl solution, mL	נפח מים, מ"ל Volume H <sub>2</sub> O, mL	נפח תמיסת I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , מ"ל Volume I <sub>3</sub> <sup>-</sup> solution, mL	נפח $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , מ"ל Volume $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , mL	הזמן שעבר עד היעלמות הצבע של I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , שניות Time to disappearance of I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. רשום את התוצאות שקיבלת עבור  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , acetone-*d*<sub>6</sub>, בטבלה להלן. אינך צריך למלא את כל השורות שבטבלה.

תמיסה מספר Run #	נפח תמיסת HCl, מ"ל Volume HCl solution, mL	נפח מים, מ"ל Volume H <sub>2</sub> O, mL	נפח תמיסת I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , מ"ל Volume I <sub>3</sub> <sup>-</sup> solution, mL	נפח $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , מ"ל Volume $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , mL	הזמן שעבר עד היעלמות הצבע של I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , שניות Time to disappearance of I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , s
1d					
2d					
3d					
4d					

Name:

Code: ISR

e. השתמש בטבלאות הבאות כדי לחשב ריכוזים ומהירויות ממוצעות עבור התגובות אותן חקרת. הנח שהנפח הכולל של תערובת התגובה זהה לסכום הנפחים של התמיסות המרכיבות אותה. אינך חייב לנתח את כל הנתונים שאספת עבור החישוב של  $k$  (חלקים e ו-f), אבל עליך לציין באיזה ניסויים השתמשת עבור חישובך, על ידי סימון כן/לא בעמודה הימנית ביותר בשתי הטבלאות להלן:

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

תמיסה מספר	$[\text{H}^+]$ M התחלתי,	$[\text{I}_3^-]$ M התחלתי,	$[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ M התחלתי,	קצב היעלמות ממוצע של $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	האם התמיסה שימשה לחישוב $k_H$ ?	
Run #	Initial $[\text{H}^+]$ , M	Initial $[\text{I}_3^-]$ , M	Initial $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ , M	Average rate of disappearance of $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	Run used in calculating $k_H$ ? Yes כן	No לא
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"/>

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

תמיסה מספר	$[\text{H}^+]$ M התחלתי,	$[\text{I}_3^-]$ M התחלתי,	$[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ M התחלתי,	קצב היעלמות ממוצע של $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	האם התמיסה שימשה לחישוב $k_H$ ?	
Run #	Initial $[\text{H}^+]$ , M	Initial $[\text{I}_3^-]$ , M	Initial $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$ , M	Average rate of disappearance of $\text{I}_3^-$ , $\text{M s}^{-1}$	Run used in calculating $k_D$ ? Yes כן	No לא
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"/>

IChO 44, מבחן מעבדה, הגרסה העברית הרשמית



Name:

Code: ISR.

d. רשום את סדר התגובה השלם עבור אצטון, טרי-יודיד, ויון המימן.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. חשב את קבוע הקצב  $k_H$  עבור התגובה של אצטון,  $(CH_3)_2CO$ . ציין גם את היחידות.

$k_H =$

f. חשב את קבוע הקצב  $k_D$  עבור התגובה של  $acetone-d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , וחשב את הערך של  $k_H/k_D$  (האפקט האיזוטופי של התגובה).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Name:

Code: ISR

g. מתוך המידע שצברת על הקינטיקה והאפקט האיזוטופי אתה יכול להסיק מסקנות מסויימות על מנגנון התגובה. למטה מתואר מנגנון סביר עבור היודינציה של אצטון. תגובה מסויימת אחת היא השלב קובע המהירות, (rate-determining step, R.D.S.), כאשר כל השלבים שלפני שלב זה מגיעים במהירות לשיווי משקל שמעדיף באופן מובהק את המגיבים.

בטבלה הבאה, בתא הנמצא בעמודה הראשונה מימין לכל תגובה אלמנטרית, סמן (✓) אם משוואת הקצב שאתה מדדת באופן נסיוני (חלק d) מתאימה עם היותה של אותה תגובה אלמנטרית השלב קובע המהירות של התגובה הכוללת; סמן X אם משוואת הקצב שקבעת איננה מתאימה להיותה של אותה תגובה אלמנטרית השלב קובע המהירות של התגובה הכוללת. בתא הנמצא בעמודה השנייה מימין לכל תגובה אלמנטרית, סמן (✓) אם האפקט האיזוטופי שאתה מדדת באופן נסיוני (חלק f) מתאים עם היותה של אותה תגובה אלמנטרית השלב קובע המהירות של התגובה הכוללת; סמן X אם האפקט האיזוטופי שמדדת איננו מתאים להיותה של אותה תגובה אלמנטרית השלב קובע המהירות של התגובה הכוללת.

	האם מתאים להיות שלב קובע מהירות לפי משוואת הקצב?	האם מתאים להיות שלב קובע מהירות לפי האפקט האיזוטופי?
	R.D.S. consistent with rate law?	R.D.S. consistent with isotope effect?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})^+\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})^+\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}_2\text{I} + 2\text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

**בהצלחה!**  
**איריס וזאב**

## הנחיות לניסוי מספר 2

- מבחן זה מכיל 14 עמודים עבור ניסוי מספר 2, כולל דפי התשובות וטבלה מחזורית.
- לרשותך 15 דקות לקריאת חוברת זו לפני שתתחיל בביצוע הניסוי.
- לרשותך 2 שעות ו- 45 דקות להשלמת ניסוי מספר 2. כאשר אתה מתכנן את עבודתך, שים לב שלאחד השלבים נדרשות 30 דקות.
- התחל לעבוד רק לאחר שתינתן הוראת START. עליך להפסיק את עבודתך מיד בהינתן הוראת STOP. עיכוב של 5 דקות בהפסקת העבודה יגרום לפסילת מבחן המעבדה שלך. לאחר שניתנה הוראת ה-STOP, המתן במקומך. מדריך יבדוק את עמדת העבודה שלך. עליך להשאיר את הפרטים הבאים על שולחןך:
  - דפי הניסוי והתשובות (חוברת זו).
  - שקית עם קוד הסטודנט שלך, ובה פלטת TLC.
  - הבקבוקון ובו התוצר שלך, המסומן "Product".
- עליך להישמע להוראות הבטיחות של IChO. בעודך במעבדה, עליך להרכיב משקפי מגן. השתמש במשאבת הגומי למילוי פיפטות. תוכל להשתמש בכפפות כאשר תעבוד עם חומרים כימיים.
- תקבל רק אזהרה אחת מהמדריך, במידה ותעבור על הוראות הבטיחות. בפעם השנייה, תורחק מהמעבדה וציונך במבחן המעבדה הכולל את שני הניסויים יהיה אפס.
- אל תהסס לשאול את המדריך כל שאלה הנוגעת לבטיחות, ו/או אם תצטרך לעזוב את החדר.
- מותר לך לעבוד אך ורק בעמדה שמוקצית לך.
- לכתובת התשובות, השתמש אך ורק בעט שסופקה לך, ולא בעיפרון.
- השתמש במחשבון שסופק לך.
- על כל התשובות להיכתב במקומות המתאימים שבתוך דפי התשובות. כל מה שייכתב במקום אחר, לא יזכה בניקוד. השתמש בצד האחורי של הדפים כנייר טיוטה.
- השתמש במיכל המסומן "Liquid Waste" לסילוק פסולת נוזלית.
- השתמש במיכל המסומן "Broken Glass Disposal" לסילוק בקבוקונים משומשים.
- כימיקלים וכלי מעבדה ימולאו מחדש או יוחלפו ללא עונש רק במקרה הראשון. כל מקרה נוסף יוביל להורדת נקודה אחת מתוך 40 הנקודות של מבחן המעבדה.
- הגרסה האנגלית הרשמית של מבחן זה זמינה לצורך הבהרות בלבד.

Name:

Code: ISR

## כימיקלים וציוד, ניסוי מספר 2

כימיקלים (הסימון המופיע על הכלים מופיע בכתב מודגש)

	Risk Phrase <sup>+</sup>	Safety Phrase <sup>+</sup>
(salen)H <sub>2</sub> <sup>a</sup> , ~1.0 g <sup>b</sup> , בתוך בקבוקון (salen)H <sub>2</sub> <sup>a</sup> , ~1.0 g <sup>b</sup> in a vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O, ~1.9 g <sup>b</sup> , בתוך בקבוקון Mn(OOCCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O, ~1.9 g <sup>b</sup> in a vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
תמיסת LiCl, 1M באתנול, 12 מ"ל בתוך בקבוק. Lithium chloride solution, LiCl, 1M solution in ethanol, 12 mL in a bottle	R11 R36/38	S9 S16 S26
אתנול, 70 מ"ל בתוך בקבוק. Ethanol, 70 mL in a bottle	R11	S7 S16
אצטון, 100 מ"ל בתוך בקבוק. Acetone, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, 100 mL in a bottle	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl <sub>x</sub> <sup>c</sup> , כ- 32 מ"ל תמיסה בריכוז ~3.5 mg/mL <sup>b</sup> (salen*)MnCl <sub>x</sub> <sup>c</sup> , ~32 mL of a ~3.5 mg/mL <sup>b</sup> solution in a bottle		
תמיסה מימית של KI <sub>3</sub> , ~0.030 M, 50 מ"ל <sup>b</sup> בבקבוק מסומן כ- "I <sub>2</sub> ". KI <sub>3</sub> , ~0.010 M solution in water, <sup>b</sup> 50 mL in a bottle, labeled "I <sub>2</sub> ".		
תמיסה מימית של חומצה אסקורבית, ~0.030 M, <sup>b</sup> בבקבוק בנפח 20 מ"ל. Ascorbic Acid, ~0.030 M solution in water, <sup>b</sup> 20 mL in a bottle		
תמיסה מימית של עמילן 1%, 2 מ"ל בבקבוק 1% Starch, solution in water, 2 mL in a bottle		
פלטת TLC - פס סיליקה גיל בגודל 5 cm × 10 cm בתוך שקית פלסטיק סגורה.		

IChO 44, מבחן מעבדה, הגרסה העברית הרשמית

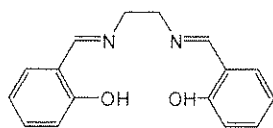
Name:

Code: **ISR**

**TLC plate** – one 5 cm × 10 cm silica gel strip  
in a plastic zipper bag

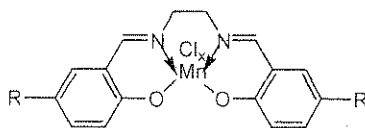
ראה בעמוד 16 את הגדרות הבטיחות.

$(\text{salen})\text{H}_2$ <sup>a</sup>



הערך המדויק מופיע על התווית.<sup>b</sup>

$(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ <sup>c</sup> : (שתי קבוצות ה-R זהות, ויכולות להיות או H, או COOH או SO<sub>3</sub>H).



### ציוד

לשימוש כללי: מאזניים

- שני מעמדים עם תופסנים הנמצאים במנדף, ומסומנים בקוד הסטודנט שלך.
- פלטת חימום/ערבוב
- סרגל באורך 300 מ"מ
- עיפרון

Kit #2:

- 2 ארלנמאיירים בנפח 250 מ"ל
- משורה בנפח 50 מ"ל
- בוחש מגנטי באורך 20 מ"מ
- משפך הירש
- עיגולי נייר סינון למשפך הירש ועבור תא ה-TLC.
- בקבוק יניקה בנפח 125 מ"ל עבור סינון בואקום.
- מתאם גומי עבור בקבוק היניקה.
- אמבט קרח מפלסטיק, בנפח 0.5 ליטר.
- מוט זכוכית.
- שתי פיפטות בנפח 1 מ"ל (ראה ציור משמאל).
- ספטולה מפלסטיק.
- בקבוקון ריק בנפח 4 מ"ל עם פקק, מסומן "Product", עבור תוצר התגובה.



ICHO 44, מבחן מעבדה, הגרסה העברית הרשמית

Name:

Code: ISR

**Kit #3**

- 3 בקבוקונים קטנים עם פקקים (לתמיסות ה-TLC).
- 10 קפילרות (100 מ"מ) להטענת פלטת ה-TLC.
- זכוכית שעון (לכיסוי תא ה-TLC).
- כוס בנפח 250 מ"ל המשמשת כתא ההרצה ל-TLC.

**Kit #4**

- ביורטה בנפח 25 מ"ל, מוכנה לשימוש.
- משפך פלסטי קטן.
- 4 בקבוקי ארלנמאייר בנפח 125 מ"ל
- משאבת גומי למילוי פיפטות.
- פיפטה וולומטרית בנפח 10 מ"ל.
- פיפטה וולומטרית בנפח 5 מ"ל.

Name:

Code: ISR

## Risk and Safety Phrases (Task 2)

R11 Highly flammable דליק ביותר

R36/37/38 Irritating to eyes, respiratory system and skin מגרה את העיניים, מערכת הנשימה והעור

R62 Possible risk of impaired fertility עלול לגרום לבעיות פוריות

R63 Possible risk of harm to the unborn child עלול לגרום לבעיות בעוברים

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

חשיפה מתמשכת עלולה לגרום ליובש או סדקים בעור

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness האדים עלולים לגרום לסחרחורת

S7 Keep container tightly closed שמור את המיכל סגור היטב

S9 Keep container in a well-ventilated place שמור את המיכל במקום מאוורר היטב

S16 Keep away from sources of ignition הרחק ממקור ניצוץ

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

במקרה של מגע בעיניים, שטוף מיד בהרבה מים וגש לטיפול רפואי

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

לאחר מגע עם העור, שטוף מיד עם הרבה מים

S37 Wear suitable gloves. לבש כפפות מתאימות

S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection. לבש כפפות מתאימות ומגן עיניים/פנים

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

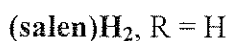
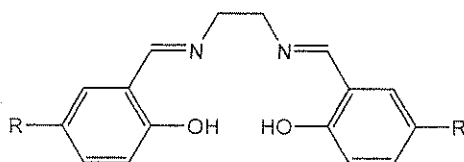
במקרה של תאונה או אם הינך חש ברע, גש לטיפול רפואי מיד

**Task 2****22% of the Total****Synthesis of a Salen Manganese Complex and Determining Formula of the Product**

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

**סינתזה של קומפלקס סאלן מנגן  
(Salen Manganese Complex) וקביעת נוסחת התוצר**

קומפלקסים של הליגנדה bis(salicylidene)ethylenediamine (בקיצור: salen), עם מתכות מעבר השייכות לבלוק 3d הם קטליזטורים יעילים של מגוון תגובות חימצון חיזור בסינתזה אורגנית.



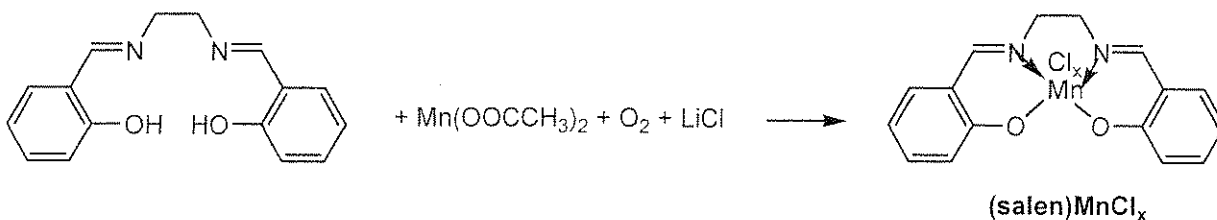
(בקיצור: salen)

היכולת של הליגנדה הסאלנית לייצב מצבי חימצון גבוהים של יסודות 3d חשובה בכימיה זו. כאשר מכינים תרכובות של סאלן מנגן, ניתן לבדוד קומפלקסים שבהם יון המנגן נמצא במצבי חימצון הנעים בין +2 ל +5, כתלות בתנאי התגובה. בניסוי זה עליך להכין קומפלקס של סאלן מנגן על ידי תגובה של  $(\text{salen})\text{H}_2$  עם מנגן(II) אצטט

(Mn(II) acetate) באתנול בנוכחות אויר וליתיום כלוריד. בתנאי תגובה אלו, הקומפלקס שיצרת הוא בעל הנוסחה  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ , כאשר x יכול להיות אחד מהערכים הבאים: 0, 1, 2, או 3 ( $x = 0, 1, 2, \text{ or } 3$ ). בניסוי זה, עליך: א. לקבוע את המסה של התוצר; ב. לאפיין את הניקיון של התוצר שהכנת תוך שימוש ב-TLC; ג. לקבוע את מצב החימצון של המתכת בתוך הקומפלקס תוך שימוש בטיטרציית חימצון-חיזור יודומטרית. עבור טיטרציית החימצון-חיזור תקבל תמיסה של חומר אנלוגי לקומפלקס שלך,  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ , שבו המנגן נמצא באותו מצב חימצון כמו בתוצר שלך, והמתמיר R בטבעת הבנונית הוא H או COOH או  $\text{SO}_3\text{H}$  ( $\text{R} = \text{H}, \text{COOH}, \text{ or } \text{SO}_3\text{H}$ ).

**קרא את כל התיאור של ניסוי זה ותכנן את עבודתך לפני שתתחיל. חלק מהפעולות צריכות להתבצע במקביל כדי להשלים ניסוי זה בתוך הזמן המוקצב.**



מהלך הניסוי:A. סינתזה של  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ 

- 1) שים בצד 2-3 גבישים של  $(\text{salen})\text{H}_2$  בתוך בקבוקון קטן כדי להשתמש בהם מאוחר יותר בניסויי ה-TLC.
- 2) העבר את הדוגמה השקולה מראש (כ- 1.0 גרם) שסופקה לך לתוך ארלנמאייר בנפח 250 מ"ל, שלתוכו הכנסת מראש בוחש מגנטי. הוסף 35 מ"ל אתנול נקי (absolute ethanol).
- 3) הניח את הארלנמאייר על גבי פלטת חימום/ערבוב. חמם את הכלי תוך ערבוב מתמיד עד שהמוצק יתמוסס (בד"כ המסה מושלמת מתקבלת כאשר האתנול עומד לרתוח). אח"כ, הנמך את טמפרטורת הפלטה כך שהתמיסה תישאר קרובה לנקודת הרתיחה, אבל קצת מתחתיה. אל תרתיח את התמיסה, כך שצוואר הכלי יישאר קר. הערה: אם הכלי חם מכדי להחזיקו ביד חשופה, השתמש במגבת נייר מקופלת לצורך זה.
- 4) הסר את הארלנמאייר מפלטת החימום והוסף לתוך כלי התגובה את הדוגמה השקולה מראש של כ- 1.9 גרם  $\text{Mn}(\text{OAc})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . יתפתח צבע חום כהה. החזר את הארלנמאייר לפלטת החימום מיד; המשך לחמם ולערבב לעוד 15 דקות. אל תרתיח את התמיסה, כך שצוואר הכלי יישאר קר.
- 5) הסר את הארלנמאייר מפלטת החימום והוסף לתערובת התגובה את התמיסה המוכנה של 1M LiCl באתנול (12 מ"ל, בעודף). החזר את הארלנמאייר לפלטת החימום; המשך לחמם ולערבב לעוד 10 דקות. אל תרתיח את התמיסה, כך שצוואר הכלי יישאר קר.
- 6) לאחר מכן, הסר את הארלנמאייר מפלטת החימום, ושים אותו באמבט קרח ל- 30 דקות לשם גיבוש. כל 5 דקות גרד בעדינות את דפנות הכלי מבפנים, מתחת לפני הנוזל, עם מוט זכוכית, כדי לזרז את הגיבוש של התוצר  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ . הגבישים הראשונים עשויים להופיע מיד עם הקירור, או רק לאחר פרק זמן של 10-15 דקות.
- 7) השתמש במערכת ואקום הנמצאת בתוך המנדף (הברז המתאים מסומן "Vacuum") לסינון המוצק הגבישי שנוצר בעזרת משפך הירש הקטן ובקבוק היניקה. שטוף את המוצק עם מספר טיפות אצטון, תוך שימוש בפיפטת פסטר ומבלי לנתק את בקבוק היניקה מהואקום. השאר את המוצק על נייר הסינון (כאשר היניקה פועלת) ל- 10-15 דקות נוספות, לייבוש.

Name:

Code: **ISR**.

- 8) שקול את הבקבוקון המסומן "Product", ורשום את מסתו בטבלה להלן. העבר לתוכו את התוצר המוצק, שקול שנית, חשב את מסת התוצר,  $m_p$ , ורשום נתונים אלה במקום המיועד לכך באותה טבלה. רשום גם את המסה של הראגנטים הבאים, בהם השתמשת בסינתזה:  $m_S$ ,  $(\text{salen})\text{H}_2$  ו-  $m_{Mn}$  ( $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) (העתק מהתוויות שעל הבקבוקים).
- 9) העבר את הבקבוקון המסומן עם התוצר שלך לתוך השקית המיועדת לכך.

מסת הבקבוקון הריק: \_\_\_\_\_ g  
Mass of the empty vial for the product:

מסת הבקבוקון עם התוצר היבש: \_\_\_\_\_ g  
Mass of the vial with the dried product:

מסת התוצר: \_\_\_\_\_ g  
Mass of the product,  $m_p$ :

מסת  $(\text{salen})\text{H}_2$  מתוך התווית שעל הבקבוקון (העתק מהתווית),  $m_S$ :

Mass of  $(\text{salen})\text{H}_2$  from label on the vial (copy from the label),  $m_S$ :

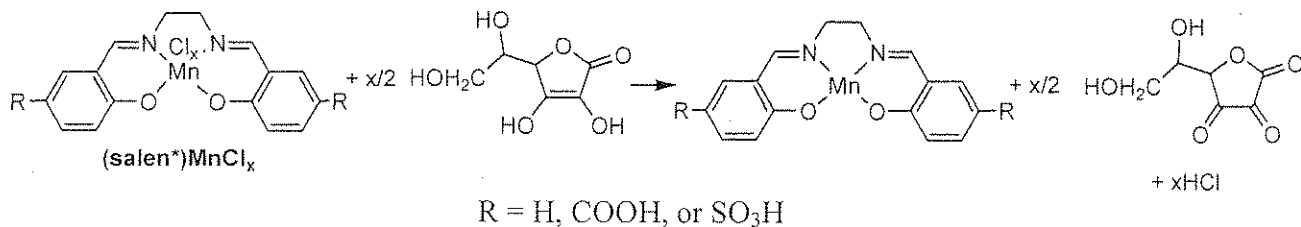
\_\_\_\_\_ g

מסת  $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  מתוך התווית שעל הבקבוקון (העתק מהתווית),  $m_{Mn}$ :

Mass of  $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  from label on the vial (copy from the label),  $m_{Mn}$ :

\_\_\_\_\_ g

Name:

Code: **ISR-****B. אנליזה וולומטרית של דוגמת (salen\*)MnCl<sub>x</sub> שסופקה מראש****הנחיות לשימוש במשאבת גומי למילוי פיפטה (squeeze bulb)**

- (1) חבר את המשאבה לפיפטה.
  - (2) לחץ בחוזקה את גולת הגומי להוצאת האויר שבה.
  - (3) לשאיבת הנוזל לתוך הפיפטה המחוברת, לחץ על הכפתור עליו מצוייר חץ כלפי מעלה.
  - (4) לשיחרור הנוזל מהפיפטה לתוך הכלי הרצוי, לחץ על הכפתור עליו מצוייר חץ כלפי מטה.
- הערה:** הפיפטות והביורטה מוכנות לשימוש, ואין צורך לשטוף אותן בדוגמה.

- (1) העבר בפיפטה וולומטרית 10.00 מ"ל מתמיסת ה- (salen\*)MnCl<sub>x</sub> שסופקה לך לתוך ארלנמאייר בנפח 125 מ"ל.
- (2) לתמיסה זו, הוסף 5.00 מ"ל מתמיסת החומצה האסקורבית, וערבב היטב. הנח לתמיסה לעמוד למשך 3 – 4 דקות.
- (3) כדי למנוע חימצון של חומצה אסקורבית ע"י חמצן, אל תשתהה מעבר לארבע דקות, וטטר את התמיסה עם תמיסת KI<sub>3</sub>, תוך שימוש ב- 5 טיפות של תמיסת עמילן 1% (1% starch) כאינדיקטור. על הצבע הכחול, או כחול-ירוק, המסמן את נקודת סיום הטיטרציה, להישאר יציב למשך 30 שניות לפחות.
- (4) אם יש לך עוד זמן, בצע עוד טיטרציה אחת או שתיים נוספות, להגדלת הדיוק של קביעתך. רשום את תוצאות/ה טיטרציה/יות שלך בטבלה להלן:

טיטרציה מספר	קריאת הנפח ההתחלתי של תמיסת KI <sub>3</sub> , מ"ל	קריאת הנפח הסופי של תמיסת KI <sub>3</sub> , מ"ל	נפח תמיסת KI <sub>3</sub> שנצרך בטיטרציה, מ"ל
#	Initial volume reading in burette of KI <sub>3</sub> solution, mL	Final volume reading in burette of KI <sub>3</sub> solution, mL	Volume of KI <sub>3</sub> solution consumed, mL
1			
2			
3			

Name:

Code: **ISR-**

i. רשום את הנפח במ"ל (נבחר או ממוצע) של תמיסת  $KI_3$  שצרכת בטיטרציה/יות, עבור חישוב המסה המולרית של  $(salen^*)MnCl_x$ :

נפח תמיסת  $KI_3$  ששימש לחישוביך, מ"ל:  
Volume of  $KI_3$  solution used in calculations: \_\_\_\_\_ mL

העתק מהבקבוקים שסופקו לך את הריכוזים הבאים:

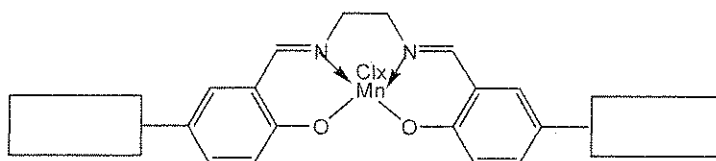
ריכוז  $(salen^*)MnCl_x$  (העתק מהתווית שעל הבקבוק):  
Concentration of  $(salen^*)MnCl_x$  (from label on the bottle): \_\_\_\_\_ mg/mL

ריכוז חומצה אסקורבית (העתק מהתווית שעל הבקבוק):  
Concentration of ascorbic acid (from label on the bottle): \_\_\_\_\_ M

Name:

Code: **ISR**

ii. מתוצאות הטיטרציה/יות שלך ומהנתונים בטבלה שבהמשך, קבע את הערך של  $x$ , את מצב החימצון של מנגן, ואת זהות המתמיר על הליגנדה הסאלנית ( $R = H, COOH, SO_3H$ ). מלא את שלושת הדברים הללו בתבנית הנתונה:

 $x =$  \_\_\_\_\_

Manganese oxidation state: \_\_\_\_\_: מצב החימצון של מנגן:

R	x	(מסה מולרית תאורטית)/ $x$ , גרם למול (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 <sub>3</sub> H	1	517
SO <sub>3</sub> H	2	276
SO <sub>3</sub> H	3	196

Name:

Code: ISR

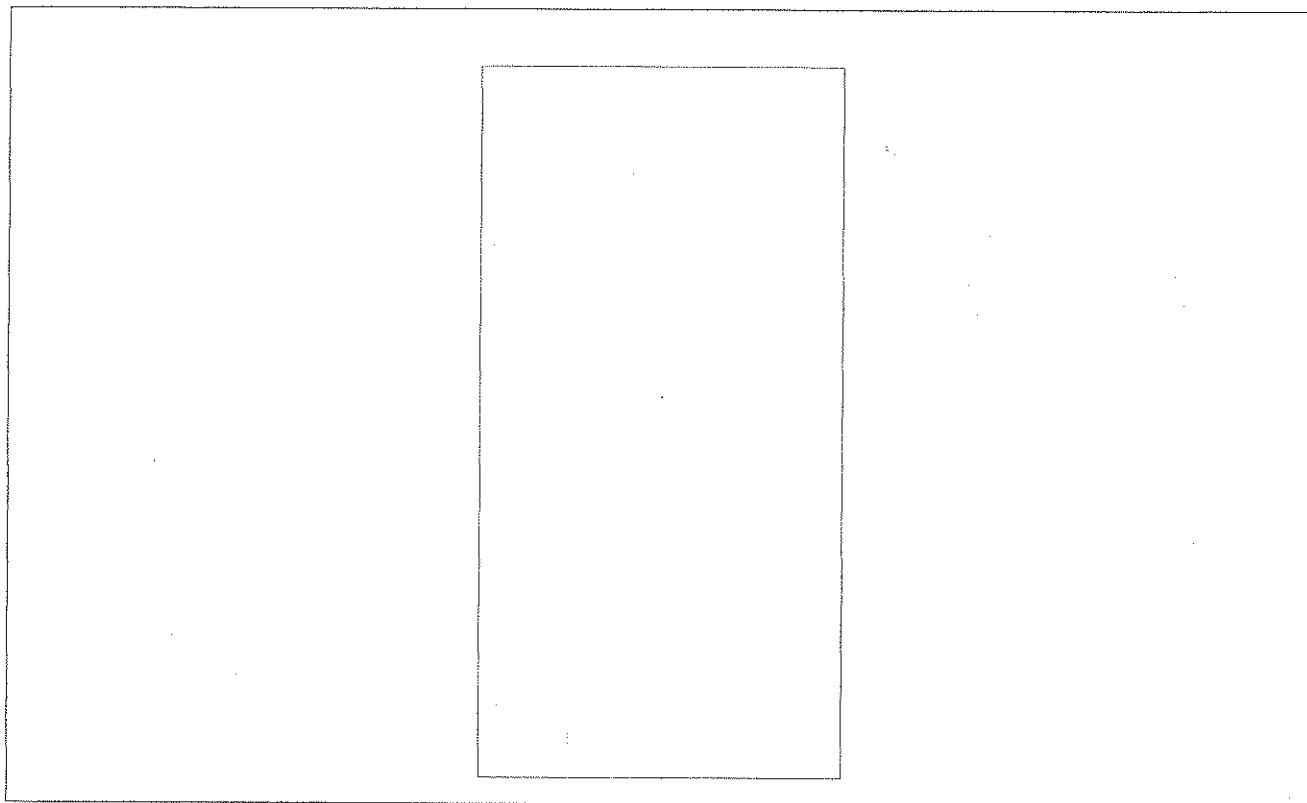
C. איפיון של  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$  על סמך TLC

- 1) לתוך בקבוקון קטן, הכנס מספר גבישים של  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$  **שאתה הכנת**. בעזרת פיפטת פסטר מפלסטיק, הוסף כמה טיפות אתנול, להמסה. ייתכן ולא כל הגבישים יתמוססו.
- 2) לתוך בקבוקון קטן אחר, הכנס מספר גבישים של  $(\text{salen})\text{H}_2$ . בעזרת פיפטת פסטר מפלסטיק, הוסף כמה טיפות אתנול, להמסה. ייתכן ולא כל הגבישים יתמוססו.
- 3) במידת הצורך, השתמש במספריים (זמינים לפי דרישה מהמדריך) לחתוך את פלטת ה-TLC, כך שהגובה שלה יתאים לכוס שנועדה להרצת ה-TLC.
- 4) קפל או חתוך נייר סינון גדול, ומקס אותו בכוס, כך שגובהו יגיע כמעט לגובה המלא של הכוס. זה נדרש להרוויית התא באדי אתנול. הוסף אתנול לכוס, ותוך הטייתה, הרטב באמצעותו את כל נייר הסינון. כעת, הוסף לכוס כמות של אתנול שתכסה שכבה של 3-4 מ"מ מהתחתית. כסה את הכוס בזכוכית שעון.
- 5) סמן בעיפרון את קו ההתחלה על פלטת ה-TLC.
- 6) בעזרת הקפילרות שלרשותך, הטען את הפלטה בשתי התמיסות שהכנת (spot the TLC plate with both solutions).
- 7) הרץ את פלטת ה-TLC בתוך הכוס המכוסה בזכוכית שעון למשך 10-15 דקות.
- 8) סמן בעיפרון את חזית הממס, וגם את הנקודות הצבעוניות שעל פלטת ה-TLC.
- 9) יבש את פלטת ה-TLC באויר, (והחזר אותה לשקית המקורית).
- 10) חשב את ערכי  $R_f$  עבור  $(\text{salen})\text{H}_2$  וגם עבור  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ .

Name:

Code: ISR

i. העתק בדיקנות את כל פרטי פלטת ה- TLC שלך, לאחר ההרצה:



ii. חשב ורשום את ערכי  $R_f$  עבור  $(\text{salen})\text{H}_2$  וגם עבור  $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ .

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

עם סיום עבודתך:

- שפוך פסולת נוזלית למיכל המסומן **Liquid Waste**.
- העבר בקבוקונים משומשים לתוך מיכל המסומן **Broken Glass Disposal**.
- העבר כלי זכוכית משומשים בחזרה לקופסאות המתאימות, המסומנות "Kit #2", "Kit #3", "Kit #4".

**בהצלחה!  
איריס וזאב**