



Washington, D.C. • USA



# Practical Examination

44th International  
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States  
of America

# Instrukcija 1.uzdevumam

- Praktiskā darba 1.uzdevuma apraksts un atbildes ir uz **10** lapām.
- Pirms darba sākšanas dotas 15 minūtes uzdevumu lasīšanai
- **1. uzdevums jāpabeidz 2 stundās un 15 minūtēs.**
- Darbu var uzsākt tikai pēc komandas „**START**”. Darbs nekavējoties jābeidz pēc „**STOP**” komandas. Aizkavēšanās par 5 minūtēm, novedīs pie praktiskā darba anulēšanas. Pēc **STOP** komandas, **jāpaliek darba vietā un jāgaida**, kamēr laboratorijas asistents pārbaudīs darba vietu. **Daba vietā jābūt:**

darba aprakstam ar atbildēm

- Jāievēro IChO **drošības noteikumi**. Visu laiku, kamēr atrodaties laboratorijā, jābūt **aizsargbrillēm**. Strādājot ar reaģentiem var uzvilkt **cimdus**.
- Laboratorijas galvenais asistents brīdinās **TIKAI VIENREIZ**, ja neievēros drošības noteikumus. Otrajam pārkāpumam sekos aizliegums turpināt praktisko darbu, būs jāatstāj laboratorija, un par praktisko darbu nesaņems nevienu punktu.
- Nekautrējaties uzdot jautājumus laboratorijas asistentam par drošības noteikumiem, vai ja ir nepieciešams iziet.
- Atļauts strādāt tikai savā darba vietā.
- Atbildes jāraksta tikai ar izsniegto pildspalvu nevis ar zīmuli.
- Jālieto izsniegtais kalkulators.
- Visiem rezultātiem jābūt ierakstītiem atbilžu lapās norādītajās vietās. Citur rakstītie rezultāti netiks vērtēti. Lapu otro pusi var izmantot melnrakstam.
- Izlietotie reakcijas šķīdumi aizvērtās pudelītēs jāieliek konteinerā „**Used Vials**”
- Izlietotajiem šķīdumiem paredzēts konteiners „**Liquid Waste**”
- Ampula jāizmet konteinerā „**Broken Glass Disposal**”
- Reaģentus un laboratorijas piederumus papildinās vai aizvietos bez soda punktiem tikai vienreiz. Katra nākamajā gadījumā zaudēs 1 punktu no kopējiem 40 punktiem par praktisko darbu.
- Ir pieejama darba oficiālā angļu valodas versija, ja tā būs nepieciešama precizēšanai.

## Reaģenti un piederumi 1.uzdevumam

### Reaģenti (uz katra iepakojuma ir dots nosaukums)

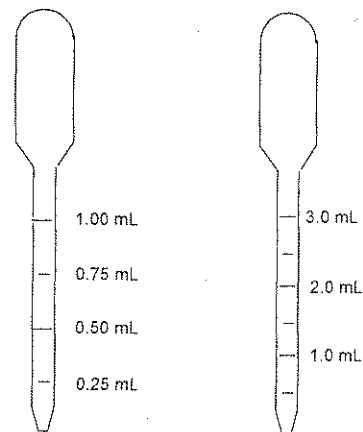
	Riska apzīmējumi	Drošības apzīmējumi <sup>†</sup>
~2 M HCl, * šķīdums ūdenī, 50 mL pudelē	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI <sub>3</sub> , * šķīdums ūdenī, 10 mL pudelē ar uzrakstu "I <sub>2</sub> ".		
Acetons, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 58,08 g mol <sup>-1</sup> , blīvums = 0,791 g mL <sup>-1</sup> , 10,0 mL pudelītē	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d <sub>6</sub> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 64,12 g mol <sup>-1</sup> , blīvums = 0,872 g mL <sup>-1</sup> , 3,0 mL ampulā	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>†</sup> Skatīt 3 lapu ar Riska un drošības apzīmējumiem.

\* Precīza koncentrācija ir norādīta uz etiķetes pirms vielas nosaukuma

### Piederumi- Komplekts #1

- Viena stikla pudele ar destilētu ūdeni
- Piecpadsmi 20 mL stikla pudelītes ar skrūvējamiem teflona vāciņiem
- Desmit 1mL polietilēna pipetes ar 0,25 mL iedaļām (skatīt zīmējumu labajā pusē).
- Desmit 3mL polietilēna pipetes ar 0,05 mL iedaļām (skatīt zīmējumu labajā pusē).
- Viens digitāls taimeris (hronometrs)



## **Riska un drošības apzīmējumi 1.uzdevumam**

R11 Highly flammable

R34 Causes burns

R36 Irritating to eyes

R37 Irritating to respiratory system

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

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

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

**1. Uzdevums****kopā 18%**

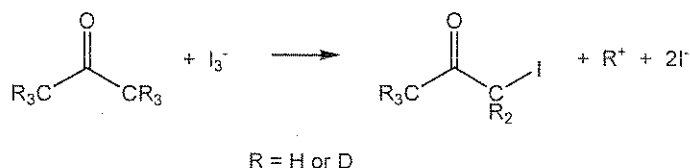
a	b	c	d	e	f	g	Task 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

## Acetona jodēšanas kinētika, izotopa efekts un reakcijas mehānisms

Atklājumi reakcijas mehānismu pētīšanā pamatojas uz sasniegumiem katalīzē un sintēzē. Viena svarīgākajām metodēm reakcijas mehānismu izzināšanā ir kinētikas pētījumi, jo veids kā reakcijas ātrums mainās atkarībā no apstākļiem ir atkarīgs no reakcijas mehānisma.

Otra nozīmīga metode ir ar izotopiem aizvietotu molekulu pētīšana. Lai arī izotopi uzrāda līdzīgu reakcijspēju, to reakciju ātrumi atkarībā no kodolu masām nedaudz atšķiras.

Šajā uzdevumā būs jāizmanto gan kinētikas gan arī izotopu ietekme, lai iegūtu informāciju par acetona jodēšanu skābā ūdens vidē:



Reakcijas ātruma izteiksme ir

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

Kur  $k$  ir ātruma konstante, bet reakcijas pakāpes  $m$ ,  $n$  un  $p$  būs jānosaka. Būs arī jāsalīdzina reakcijspēja acetnam un acetnam- $d_6$ , kura molekulā seši protija atomi ( $^1\text{H}$ ) ir aizvietoti ar deitēriju ( $^2\text{H}$ , D), lai noteiktu reakcijas izotopa efektu ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ). No šiem datiem būs jāizdara secinājumi par reakcijas mehānismu.

*Lūdzu, izlasi visu aprakstu, plāno darbu un tikai tad sāc stādāt.*

## Darba apraksts

Reakciju ātrumi ir atkarīgi no temperatūras. Jāpieraksta darba telpas temperatūra (jājautā laboratorijas asistentam.):

°C

### Digitālā taimera (hronometra) lietošanas instrukcija

- (1) Jānospiež [MODE] poga līdz uz displeja parādās COUNT UP ikona.
- (2) Sākot uzņemt laiku, jānospiež [START/STOP] poga.
- (3) Laika uzņemšanu apstādina atkal nospiežot [START/STOP] pogu.
- (4) Displeju notīra nospiežot [CLEAR] pogu.

### Darba gaita

Jāizmēra reakcijā izvēlētie sāļsskābes, destilētā ūdens un kālija jodīda šķīduma (apzīmēts ar "I<sub>2</sub>") tilpumi. Sākotnējām reģentu koncentrācijām reakcijas maisījumā jābūt zemāk dotajos diapozonos (nav jāpēta pilni dotie diapozoni, bet lielumi nedrīkst būtiski pārsniegt doto intervālu robežas.):

[H<sup>+</sup>]: Starp 0,2 un 1,0 M

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

[acetons]: Starp 0,5 un 1,5 M

Lai ierosinātu reakciju, izvēlētais acetona tilpums jāpievieno šķīdumam, kas satur citus reģentus, ātri jānoslēdz reakcijas trauks, jāuzņem laiks, pudelīte enerģiski jāsakrata un jānoliek malā uz balta pamatnes. Izmantotie reģentu tilpumi jāieraksta (a) daļā dotajā tabulā. Reakciju sākot un tās laikā, nevajag turēt pudelīti zem tajā esošajā šķīduma virsējā līmeņa. Reakcijas norisi kontrolē vizuāli, novērojot dzeltenī brūnā trijodīda jona krāsojuma izzušanu. Jāatzīmē laiks, kas paiet līdz izzūd krāsojums. Kad reakcija ir beigusies, pudelīti aizvērtā veidā noliek sāpus, lai nebūtu jāelpo acetona trijodīda tvaiki.

Reakcija jāatkārto ar izvēlētajām atšķirīgajām reģentu koncentrācijām. Izmantotās reģentu koncentrācijas jāieraksta tālāk esošajās tabulās. *Norādījums: Vienā reakcijā jāmaina tikai viena no koncentrācijām.*

Pētot acetona reakcijas ātrumu, tas ir jāsalīdzina ar acetona-*d*<sub>6</sub> reakcijas ātrumu. Jāņem vērā tas, lai eksperimentam pietiktu reģenti, jo ir doti tikai 3,0 mL acetona-*d*<sub>6</sub>. Šis izotopu paraugs ir ļoti dārgs, tāpēc tā jebkāda papildināšana būs saistīta ar vienu soda punktu.

Name:

Code: LVA

**Tad, kad ir nepieciešams lietot acetona- $d_6$  reāģentu, jāpaceļ roka, un laboratorijas asistents atvērs ampulu.** Reakcijas ar deitēriju aizvietotiem savienojumiem parasti notiek lēnāk nekā ar savienojumiem, kas satur protiju. Tas jāņem vērā gadījumos, kad strādā ar  $(CD_3)_2CO$ , un jāizmanto tādi reakcijas apstākļi, kas veicina reakcijas ātruma palielināšanos.

Kad darbs ir pabeigts

- a) tukšo ūdens pudeli kopā ar neizmantotajiem piederumiem jāieliek atpakaļ kastē ar uzrakstu "Kit #1";
- b) izmantotās pipetes un aizvērtas pudelītes jāieliek velkmē esošajos atbilstošajos konteineros.
- c) Izlietotās tukšās stikla ampulas visas daļas jāieliek konteinerā ar uzrakstu "**Broken Glass Disposal**"

Darba vietu var sakārtot pēc tam, kad ir dota STOP komanda.

Name:

Code: LVA

a. Tabulā jāieraksta izmantotā acetona,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , dati. Nav obligāti jāaizpilda visa dotā tabula.

Reakcijas numurs #	HCl šķīduma tilpums, mL	H <sub>2</sub> O tilpums, mL	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> šķīduma tilpums, mL	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO tilpums, mL	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> izzušanas laiks, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Tabulā jāieraksta izmantotā acetona-*d*<sub>6</sub>,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , dati. Nav obligāti jāaizpilda visa dotā tabula

Reakcijas numurs #	HCl šķīduma tilpums, mL	H <sub>2</sub> O tilpums, mL	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> šķīduma tilpums, mL	(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO tilpums, mL	I <sub>3</sub> <sup>-</sup> izzušanas laiks, s
1d					
2d					
3d					
4d					



Name:

Code: LVA

c. Aprēķinot koncentrācijas un pētāmo reakciju vidējos ātrumus, jālieto zemāk esošās tabulas.

Jāpieņem, ka reakcijas maisījuma kopējais tilpums ir vienāds ar visu tā sastāvdaļu tilpumu summu.

c. Aprēķinot  $k$  nav jāizmanto visu veikto reakciju dati (daļas e un f), bet jānorāda, kuras konkrēti reakcijas vai kuru dati izmantoti, izdarot atzīmi tabulas atbilstošajā rindā labajā pusē esošajā kvadrātā .

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

Reakcijas numurs #	Sākuma $[\text{H}^+]$ , M	Sākuma $[\text{I}_3^-]$ , M	Sākuma $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ , M	Vidējais $\text{I}_3^-$ izžušanas ātrums $\text{M s}^{-1}$	$k_{\text{H}}$ aprēķinos izmantots vai neizmantots?	
					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"/>

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

Reakcijas numurs #	Sākuma $[\text{H}^+]$ , M	Sākuma $[\text{I}_3^-]$ , M	Sākuma $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$ , M	Vidējais $\text{I}_3^-$ izžušanas ātrums $\text{s}^{-1}$	$k_{\text{D}}$ aprēķinos izmantots vai neizmantots?	
					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: LVA

d. Acetona, trijodīda un ūdeņraža jonu reakcijas ātruma pakāpes.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Jāaprēķina acetona,  $(CH_3)_2CO$  reakcijas ātruma konstante  $k_H$ , norādot mērvienības.

$k_H =$

f. Jāaprēķina acetona- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , reakcijas ātruma konstante  $k_D$  un  $k_H/k_D$  vērtība (izotopa efekts uz reakciju).

$k_D =$

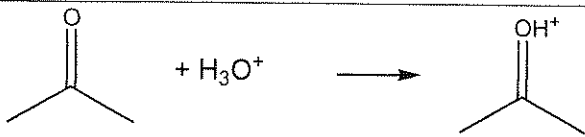

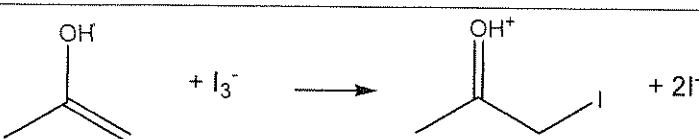

$k_H/k_D =$

Name:

Code: LVA

g. No kinētikas un izotopa efekta datiem var izdarīt secinājumus par reakcijas mehānismu. Zemāk parādīts acetona jodēšanas mehānisms. Viena no reakcijas stadijām ir reakcijas ātrumu noteicošā (R.D.S.), visas stadijas pirms R.D.S. ātri sasniedz līdzsvaru kurš stipri nobīdīts reaģentu virzienā.

Tabulas pirmajā kolonā no labās puses pie atbilstošās reakcijas stadijas jāieliek atzīme (✓), ja eksperimentāli noteiktais ātrums (d daļā) **atbilst** ātrumu nosakošajai stadijai un **X**, ja tas **neatbilst** ātrumu nosakošajai stadijai. Otrajā kolonā pie atbilstošās reakcijas stadijas jāieliek atzīme (✓), ja eksperimentāli noteiktais izotopa efekts (f daļā), **atbilst** ātrumu nosakošajai stadijai un **X**, ja **neatbilst** ātrumu nosakošajai stadijai.

	R.D.S. atbilstība ar ātrumu?	R.D.S. atbilstība ar izotopa efektu?
 <chem>CC(=O)C.[H3O+]&gt;&gt;CC(=O)[OH+]C</chem>		
 <chem>CC(=O)[OH+]C.O&gt;&gt;CC(=O)C.[H3O+]</chem>		
 <chem>CC(=O)C.I3-&gt;&gt;CC(=O)[OH+]CI.[I-].[I-]</chem>		
 <chem>CC(=O)[OH+]CI.O&gt;&gt;CC(=O)CI.[H3O+]</chem>		

# Instrukcija 2.uzdevumam

- Praktiskā darba 2.uzdevuma apraksts un atbildes ir uz **13** lapām.
- Pirms darba sākšanas dotas 15 minūtes uzdevumu lasīšanai
- **1.uzdevums** jāpabeidz **2 stundās un 45 minūtēs**. Plānojot darbu jāņem vērā, ka vienam solim nepieciešamas 30 minūtes.
- Darbu var uzsākt tikai pēc komandas „**START**”. Darbs nekavējoties jābeidz pēc „**STOP**” komandas. Aizkavēšanās par 5 minūtēm, novedīs pie praktiskā darba anulēšanas. Pēc **STOP** komandas, **jāpaliek darba vietā un jāgaida**, kamēr laboratorijas asistents pārbaudīs darba vietu. **Daba vietā jābūt:**

darba aprakstam ar atbildēm  
hromatogrāfijas plāksnītei noslēgtā plastmasas maisiņā  
pudelītei ar uzrakstu “Product”

- Jāievēro IChO **drošības noteikumi**. Visu laiku, kamēr atrodaties laboratorijā, jābūt **aizsargbrillēm**. Jālieto dotais pipešu uzpildītājs. Strādājot ar reaģentiem var uzvilkt **cimdus**.
- Laboratorijas galvenais asistents brīdinās **TIKAI VIENREIZ**, ja neievēros drošības noteikumus. Otrajam pārkāpumam sekos aizliegums turpināt praktisko darbu, būs jāatstāj laboratorija, un par praktisko darbu nesaņems nevienu punktu.
- Nekautrējaties uzdot jautājumus laboratorijas asistentam par drošības noteikumiem, vai ir nepieciešams iziet.
- Atļauts strādāt tikai savā darba vietā.
- Atbildes jāraksta tikai ar izsniegto pildspalvu nevis ar zīmuli.
- Jālieto izsniegtais kalkulators.
- Visiem rezultātiem jābūt ierakstītiem atbilžu lapās norādītajās vietās. Citur rakstītie rezultāti netiks vērtēti. Lapu otro pusi var izmantot melnrakstam.
- Izlietotajām pudelītēm jāizmanto konteiners ar uzrakstu “**Broken Glass Disposal**”
- Izlietotajiem šķīdumiem jāizmanto konteiners ar uzrakstu “**Liquid Waste**”
- Reaģentus un laboratorijas piederumus papildinās vai aizvietos bez soda punktiem tikai vienreiz. Katra nākamajā gadījumā zaudēs 1 punktu no kopējiem 40 punktiem par praktisko darbu.
- Ir pieejama darba oficiālā angļu valodas versija, ja tā būs nepieciešama precizēšanai.

Name: \_\_\_\_\_

Code: LVA

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	18	2	4.00260 He	
1	3	6.941 Li	3	11	22.9898 Na	12	10	20.1797 Ne
2	4	9.01218 Be	5	12	24.3050 Mg	13	16	15.9994 O
3	11	22.9898 Na	6	20	40.078 Ca	14	17	18.9984 F
4	19	39.0983 K	7	38	87.62 Sr	15	18	35.4527 Cl
5	37	85.4678 Rb	8	56	137.327 Ba	16	36	79.904 Br
6	55	132.905 Cs	9	88	(226.03) Ra	17	86	(209.99) At
7	87	(223.02) Fr	10	138	226 Ac	18	118	(294) Uus



13	5	10.811 B	6	12.011 C	7	14.0067 N	8	15.9994 O	9	18.9984 F
13	13	26.9815 Al	14	28.0855 Si	15	30.9738 P	16	32.066 S	17	35.4527 Cl
13	31	69.723 Ga	32	72.61 Ge	33	74.9216 As	34	78.96 Se	35	79.904 Br
13	49	114.818 In	50	118.710 Sn	51	121.760 Sb	52	127.60 Te	53	126.904 I
13	81	204.383 Tl	82	207.2 Pb	83	208.980 Bi	84	208.98 Po	85	(209.99) At
13	113	(284) Uut	114	(289) Fl	115	(288) Uup	116	(292) Lv	117	(294) Uus
13	67	164.930 Ho	68	167.26 Er	69	168.934 Tm	70	173.04 Yb	71	174.04 Lu
13	99	(252.08) Es	100	(257.10) Fm	101	(258.10) Md	102	(259.1) No	103	(260.1) Lr
13	112	(285) Cn	113	(284) Uut	114	(289) Fl	115	(288) Uup	116	(292) Lv
13	110	(271) Ds	111	(272) Rg	112	(271) Ds	113	(266) Mt	114	(265) Hs
13	109	(266) Mt	110	(271) Ds	111	(272) Rg	112	(285) Cn	113	(284) Uut
13	108	(265) Hs	109	(266) Mt	110	(271) Ds	111	(272) Rg	112	(285) Cn
13	107	(262.12) Bh	108	(265) Hs	109	(266) Mt	110	(271) Ds	111	(272) Rg
13	106	(263.12) Sg	107	(262.12) Bh	108	(265) Hs	109	(266) Mt	110	(271) Ds
13	105	(262.11) Db	106	(263.12) Sg	107	(262.12) Bh	108	(265) Hs	109	(266) Mt
13	104	(261.11) Rf	105	(262.11) Db	106	(263.12) Sg	107	(262.12) Bh	108	(265) Hs
13	103	(261.11) Ac-Lr	104	(261.11) Rf	105	(262.11) Db	106	(263.12) Sg	107	(262.12) Bh
13	102	(261.11) Ac-Lr	103	(261.11) Ac-Lr	104	(261.11) Rf	105	(262.11) Db	106	(263.12) Sg
13	101	(261.11) Ac-Lr	102	(261.11) Ac-Lr	103	(261.11) Ac-Lr	104	(261.11) Rf	105	(262.11) Db
13	100	(261.11) Ac-Lr	101	(261.11) Ac-Lr	102	(261.11) Ac-Lr	103	(261.11) Ac-Lr	104	(261.11) Rf
13	99	(261.11) Ac-Lr	100	(261.11) Ac-Lr	101	(261.11) Ac-Lr	102	(261.11) Ac-Lr	103	(261.11) Ac-Lr
13	98	(261.11) Ac-Lr	99	(261.11) Ac-Lr	100	(261.11) Ac-Lr	101	(261.11) Ac-Lr	102	(261.11) Ac-Lr
13	97	(261.11) Ac-Lr	98	(261.11) Ac-Lr	99	(261.11) Ac-Lr	100	(261.11) Ac-Lr	101	(261.11) Ac-Lr
13	96	(261.11) Ac-Lr	97	(261.11) Ac-Lr	98	(261.11) Ac-Lr	99	(261.11) Ac-Lr	100	(261.11) Ac-Lr
13	95	(261.11) Ac-Lr	96	(261.11) Ac-Lr	97	(261.11) Ac-Lr	98	(261.11) Ac-Lr	99	(261.11) Ac-Lr
13	94	(261.11) Ac-Lr	95	(261.11) Ac-Lr	96	(261.11) Ac-Lr	97	(261.11) Ac-Lr	98	(261.11) Ac-Lr
13	93	(261.11) Ac-Lr	94	(261.11) Ac-Lr	95	(261.11) Ac-Lr	96	(261.11) Ac-Lr	97	(261.11) Ac-Lr
13	92	(261.11) Ac-Lr	93	(261.11) Ac-Lr	94	(261.11) Ac-Lr	95	(261.11) Ac-Lr	96	(261.11) Ac-Lr
13	91	(261.11) Ac-Lr	92	(261.11) Ac-Lr	93	(261.11) Ac-Lr	94	(261.11) Ac-Lr	95	(261.11) Ac-Lr
13	90	(261.11) Ac-Lr	91	(261.11) Ac-Lr	92	(261.11) Ac-Lr	93	(261.11) Ac-Lr	94	(261.11) Ac-Lr
13	89	(261.11) Ac-Lr	90	(261.11) Ac-Lr	91	(261.11) Ac-Lr	92	(261.11) Ac-Lr	93	(261.11) Ac-Lr
13	88	(261.11) Ac-Lr	89	(261.11) Ac-Lr	90	(261.11) Ac-Lr	91	(261.11) Ac-Lr	92	(261.11) Ac-Lr
13	87	(261.11) Ac-Lr	88	(261.11) Ac-Lr	89	(261.11) Ac-Lr	90	(261.11) Ac-Lr	91	(261.11) Ac-Lr
13	86	(261.11) Ac-Lr	87	(261.11) Ac-Lr	88	(261.11) Ac-Lr	89	(261.11) Ac-Lr	90	(261.11) Ac-Lr
13	85	(261.11) Ac-Lr	86	(261.11) Ac-Lr	87	(261.11) Ac-Lr	88	(261.11) Ac-Lr	89	(261.11) Ac-Lr
13	84	(261.11) Ac-Lr	85	(261.11) Ac-Lr	86	(261.11) Ac-Lr	87	(261.11) Ac-Lr	88	(261.11) Ac-Lr
13	83	(261.11) Ac-Lr	84	(261.11) Ac-Lr	85	(261.11) Ac-Lr	86	(261.11) Ac-Lr	87	(261.11) Ac-Lr
13	82	(261.11) Ac-Lr	83	(261.11) Ac-Lr	84	(261.11) Ac-Lr	85	(261.11) Ac-Lr	86	(261.11) Ac-Lr
13	81	(261.11) Ac-Lr	82	(261.11) Ac-Lr	83	(261.11) Ac-Lr	84	(261.11) Ac-Lr	85	(261.11) Ac-Lr
13	80	(261.11) Ac-Lr	81	(261.11) Ac-Lr	82	(261.11) Ac-Lr	83	(261.11) Ac-Lr	84	(261.11) Ac-Lr
13	79	(261.11) Ac-Lr	80	(261.11) Ac-Lr	81	(261.11) Ac-Lr	82	(261.11) Ac-Lr	83	(261.11) Ac-Lr
13	78	(261.11) Ac-Lr	79	(261.11) Ac-Lr	80	(261.11) Ac-Lr	81	(261.11) Ac-Lr	82	(261.11) Ac-Lr
13	77	(261.11) Ac-Lr	78	(261.11) Ac-Lr	79	(261.11) Ac-Lr	80	(261.11) Ac-Lr	81	(261.11) Ac-Lr
13	76	(261.11) Ac-Lr	77	(261.11) Ac-Lr	78	(261.11) Ac-Lr	79	(261.11) Ac-Lr	80	(261.11) Ac-Lr
13	75	(261.11) Ac-Lr	76	(261.11) Ac-Lr	77	(261.11) Ac-Lr	78	(261.11) Ac-Lr	79	(261.11) Ac-Lr
13	74	(261.11) Ac-Lr	75	(261.11) Ac-Lr	76	(261.11) Ac-Lr	77	(261.11) Ac-Lr	78	(261.11) Ac-Lr
13	73	(261.11) Ac-Lr	74	(261.11) Ac-Lr	75	(261.11) Ac-Lr	76	(261.11) Ac-Lr	77	(261.11) Ac-Lr
13	72	(261.11) Ac-Lr	73	(261.11) Ac-Lr	74	(261.11) Ac-Lr	75	(261.11) Ac-Lr	76	(261.11) Ac-Lr
13	71	(261.11) Ac-Lr	72	(261.11) Ac-Lr	73	(261.11) Ac-Lr	74	(261.11) Ac-Lr	75	(261.11) Ac-Lr
13	70	(261.11) Ac-Lr	71	(261.11) Ac-Lr	72	(261.11) Ac-Lr	73	(261.11) Ac-Lr	74	(261.11) Ac-Lr
13	69	(261.11) Ac-Lr	70	(261.11) Ac-Lr	71	(261.11) Ac-Lr	72	(261.11) Ac-Lr	73	(261.11) Ac-Lr
13	68	(261.11) Ac-Lr	69	(261.11) Ac-Lr	70	(261.11) Ac-Lr	71	(261.11) Ac-Lr	72	(261.11) Ac-Lr
13	67	(261.11) Ac-Lr	68	(261.11) Ac-Lr	69	(261.11) Ac-Lr	70	(261.11) Ac-Lr	71	(261.11) Ac-Lr
13	66	(261.11) Ac-Lr	67	(261.11) Ac-Lr	68	(261.11) Ac-Lr	69	(261.11) Ac-Lr	70	(261.11) Ac-Lr
13	65	(261.11) Ac-Lr	66	(261.11) Ac-Lr	67	(261.11) Ac-Lr	68	(261.11) Ac-Lr	69	(261.11) Ac-Lr
13	64	(261.11) Ac-Lr	65	(261.11) Ac-Lr	66	(261.11) Ac-Lr	67	(261.11) Ac-Lr	68	(261.11) Ac-Lr
13	63	(261.11) Ac-Lr	64	(261.11) Ac-Lr	65	(261.11) Ac-Lr	66	(261.11) Ac-Lr	67	(261.11) Ac-Lr
13	62	(261.11) Ac-Lr	63	(261.11) Ac-Lr	64	(261.11) Ac-Lr	65	(261.11) Ac-Lr	66	(261.11) Ac-Lr
13	61	(261.11) Ac-Lr	62	(261.11) Ac-Lr	63	(261.11) Ac-Lr	64	(261.11) Ac-Lr	65	(261.11) Ac-Lr
13	60	(261.11) Ac-Lr	61	(261.11) Ac-Lr	62	(261.11) Ac-Lr	63	(261.11) Ac-Lr	64	(261.11) Ac-Lr
13	59	(261.11) Ac-Lr	60	(261.11) Ac-Lr	61	(261.11) Ac-Lr	62	(261.11) Ac-Lr	63	(261.11) Ac-Lr
13	58	(261.11) Ac-Lr	59	(261.11) Ac-Lr	60	(261.11) Ac-Lr	61	(261.11) Ac-Lr	62	(261.11) Ac-Lr
13	57	(261.11) Ac-Lr	58	(261.11) Ac-Lr	59	(261.11) Ac-Lr	60	(261.11) Ac-Lr	61	(261.11) Ac-Lr

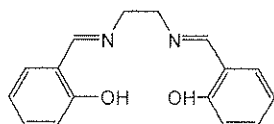
## Reāģenti un piederumi 2.uzdevumam

### Reāģenti (uz katra iepakojuma ir dots nosaukums)

	Risk Phrase <sup>+</sup>	Safety Phrase <sup>+</sup>
(salen)H <sub>2</sub> , <sup>a</sup> ~1.0 g <sup>b</sup> pudelītē	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> pudelītē	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution, LiCl, 1M etanola šķīdums, 12 mL pudelē	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol, 70 mL pudelē	R11	S7 S16
Acetons, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, 100 mL pudelē	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl <sub>x</sub> , <sup>c</sup> ~32 mL ~3.5 mg/mL <sup>b</sup> šķīdums pudelē		
KI <sub>3</sub> , ~0.010 M ūdens šķīdums, <sup>b</sup> 50 mL pudelē, apzīmēta "I <sub>2</sub> ".		
Ascorbic Acid, ~0.030 M ūdens šķīdums, <sup>b</sup> 20 mL pudelē		
1% Starch, ūdens šķīdums, 2 mL pudelē		
TLC plate – viena 5 cm × 10 cm silikagēla plāksne plastmasas maisiņā		

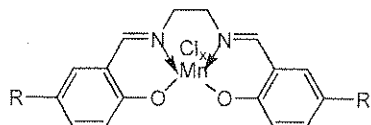
<sup>+</sup> Skatīties 15. lapu riska un drošības skaidrojumiem.

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



<sup>b</sup> Precīzs lielums ir norādīts uz etiķetes.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (abas R grupas ir vienādas un tās var būt H, COOH vai SO<sub>3</sub>H):



**Piederumi****Koplietošanā: Sviri**

- Divi statīvi ar ķepām, atrodas velkmes skapī, apzīmēti ar kodu
- Viena plītiņa
- Viens 300 mm lineāls
- Viens zīmulis

**Kit #2:**

- Divas 250 mL plakankolbas (viena sintēzei, viena kristalizācijai)
- Viens mērcilindrs, 50 mL
- Viens 20 mm magnētiņš
- Viena Hirša piltuve
- Filtrpapīrs Hirša piltuvei un PSH vārglāzei
- Viena 125 mL kolba filtrēšanai pazeminātā spiedienā
- Gumijas ieliktnis filtrēšanas kolbai
- Viena 0.5 L plastmasas ledus vanna
- Viens stikla nūjiņa
- Divas 1 mL plastmasas pipetes (skatīt zīmējumu labajā pusē)
- Viena plastmasas lāpstiņa
- Viena tukša 4 mL pudelīte reakcijas produktam ar apzīmējumu "Product"

**Kit #3:**

- Trīs tukšas pudelītes (PSH šķīdumiem)
- Desmit kapilāri (100 mm) PSH šķīdumu uznešanai
- Viens pulksteņstikls (PSH vārglāzei)
- Viena 250 mL vārglāze PSH analīzei

**Kit #4:**

- Viena 25 mL bīrete
- Viena maza plastmasas piltuve
- Četras 125 mL plakankolbas
- Viens gumijas pipešu uzpildītājs
- Viena 10 mL tilpuma pipete
- Viena 5 mL tilpuma pipete

## **Riska un drošības apzīmējumi 2. uzdevumam**

R11 Highly flammable

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

R62 Possible risk of impaired fertility

R63 Possible risk of harm to the unborn child

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S7 Keep container tightly closed

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

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

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

S37 Wear suitable gloves.

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

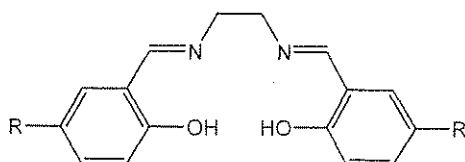
S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately



**2. Uzdevums****22% no kopēja****Salena mangāna kompleksa sintēze un produkta formulas noteikšana**

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

Pārejas metālu kompleksi, kurus iegūst no 3d-bloka elementiem un bis(salicilidēn)etilēndiamīna (salen) ligandiem, ir labi katalizatori dažādās redoks reakcijās organiskajā sintēzē.



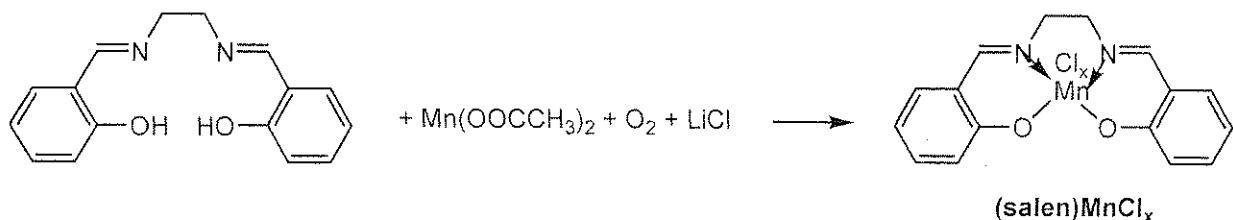
(salen)H<sub>2</sub>, R = H

(salen\*)H<sub>2</sub>, R = H, COOH, or SO<sub>3</sub>H

Salen ligandu spēja stabilizēt 3d-bloka elementu augstas oksidēšanas pakāpes ir svarīga īpašība redoks reakcijās. Piemēram, ir iespējams sintezēt mangāna savienojumus ar oksidēšanas pakāpēm no +2 līdz +5 atkarībā no mangāna salēna kompleksa veidošanās reakcijas apstākļiem. Šajā uzdevumā jā sintezē mangāna salēna kompleksu no (salen)H<sub>2</sub> un Mn(II) acetāta etanolā, gaisa un litija hlorīda klātbūtnē. Šajos apstākļos, var veidoties komplekss ar formulu (salen)MnCl<sub>x</sub>, kur x = 0, 1, 2, jeb 3.

Nepieciešams : i) noteikt produkta masu, ii) novērtēt iegūta produkta tīrību izmantojot plānslāņa hromatogrāfiju (PSH), un iii) noteikt metāla oksidēšanas pakāpi kompleksā, izmantojot jodometriskuredoks titrēšanu. Titrēšanai jāizmanto jūsu produktam līdzīgu iepriekš pagatavota salen kompleksa šķīdumu. Šī salen analoga (salen\*)MnCl<sub>x</sub> mangāna oksidēšanas pakāpe ir tāda pati kā jūsu produktā un R-aizvietotājs ir H, COOH, vai SO<sub>3</sub>H.

*Lūdzu izlasiet visu darba aprakstu un atbilstoši izplānojiet savu darbu. Dažas darbības ir jāveic paralēli, pretējā gadījumā darbu nepabeigsiet atvēlētajā laikā.*

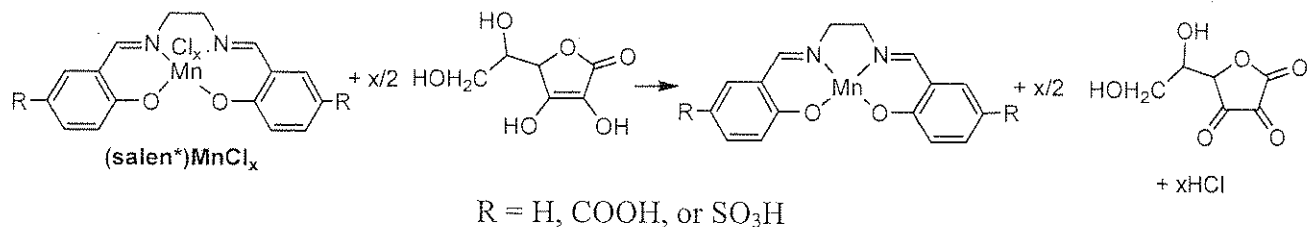
**Gaita:****A. (salen)MnCl<sub>x</sub> sintēze**

- 1) Ievieto 2-3 (salen)H<sub>2</sub> kristālus mazā pudelītē, vielu izmantosi PSH analīzē.
- 2) Pārnes iepriekš nosvērtu (~ 1.0 g) (salen)H<sub>2</sub> paraugu 250 mL plakankolbā. Kolbā ievieto magnētisko maisītāju. Pievieno 35 mL absolūtā etanola.
- 3) Novieto kolbu uz plītiņas. Saturu sildi ar konstantu maisīšanu līdz vielas pilnīgai izšķīšanai. (parasti, viela izšķīst tuvu pie etanola viršanas). Tad samazini plītiņas temperatūras uzstādījumu tā, lai šķīduma temperatūra būtu nedaudz zem viršanas temperatūras. Šķīdums nedrīkst stipri vārīties, kolbas kaklam ir jāpaliek aukstam. Ja kolba ir pārāk karsta, lai turētu ar plikam rokām, vari izmantot papīra dvieli.
- 4) Noņem kolbu no plītiņas un pievieno iepriekš nosvērtu (~ 1.9 g) Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O paraugu. Veidojās tumši brūni krāsa. Nekavējoties uzliec kolbu uz plītiņas; turpini sildīt un maisīt vēl 15 min. Šķīdums nedrīkst stipri vārīties, kolbas kaklam ir jāpaliek aukstam.
- 5) Noņem kolbu no plītiņas un pievieno 1M LiCl etanola šķīdumu (12 mL, pārākums). Atkal novieto kolbu uz plītiņas; turpini sildīt un maisīt vēl 10 min. Šķīdums nedrīkst stipri vārīties, kolbas kaklam ir jāpaliek aukstam.
- 6) Noņem kolbu no plītiņas un ievieto ledus vannā kristalizācijai (30 min). Katras 5 min ar stikla nūjiņu uzmanīgi pakasi kolbas sienīņas zem šķīduma līmeņa, lai veicinātu (salen)MnCl<sub>x</sub> kristalizāciju. Pirmie kristāli var parādīties uzreiz pēc dzesēšanas vai arī tikai pēc 10-15 minūtēm.
- 7) Izmanto vakuuma sūkni (atrodas velkmē, krāns ir apzīmēts "Vacuum"), mazu Hirša piltuvi un filtrēšanas kolbu, lai nofiltrētu kristālisko produktu. Izmanto pipeti, lai noskalotu nogulsnes ar dažiem acetona pilieniem (neatvieno kolbu no vakuuma) un atstāj produktu žāvēties gaisā ar izslēgtu vakuumu uz 10-15 min.
- 8) Pārnes produktu iepriekš nosvērtā traukā ar apzīmējumu "Product", tad nosver un pieraksti produkta masu,  $m_p$ , atbildes lapā. Pieraksti arī masas sekojošiem reaģentiem: (salen)H<sub>2</sub>,  $m_S$ , un Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O,  $m_{Mn}$ .
- 9) Ievieto trauku ar produktu maisīnā.

Name:

Code: LVA

Tukša produkta trauka masa:	_____ g
Trauka masa ar produktu:	_____ g
Produkta masa, $m_p$ :	_____ g
(salen)H <sub>2</sub> masa, nolasi no etiķetes, $m_S$ :	_____ g
Mn(OOCCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O masa, nolasi no etiķetes, $m_{Mn}$ :	_____ g

**B. (salen\*)MnCl<sub>x</sub> parauga analīze****Pipešu uzpildītāja lietošana**

- 1) Pievieno uzpildītāju pipetei
- 2) Saspied to stingri, lai izspiestu gaisu
- 3) Piespied uzpildīšanas bultiņu, lai šķīdums ieplūstu pipetē
- 4) Piespiežot iztecēšanas bultu, šķīdumu ielej atbilstošā traukā

**Piezīme:** Pipetes un biretes ir gatavas lietošanai.

- 1) Ievieto 10.00 mL (salen\*)MnCl<sub>x</sub> šķīduma 125 mL plakankolbā, izmantojot tilpumapipeti.
- 2) Pievieno 5.00 mL askorbīnskābes šķīduma un labi sajauc. Ļauj šķīdumam pastāvēt 3-4 minūtes.
- 3) Lai novērstu askorbīnskābes oksidēšanu ar gaisa skābekli, nekavējoties turpini titrēšanu ar KI<sub>3</sub> šķīdumu, izmanto 5 pilienus 1% cietes šķīduma kā indikatoru. Titrē līdz noturīgai (vismaz 30 sek) zilai vai zilizaļai krāsai.
- 4) Ja tev ir vēl laiks, titrēšanu atkārti vēl 1-2 reizes.

Titrēšanas eksperimenta (-u) rezultātus ieraksti tabulā:

#	Sākotnējais KI <sub>3</sub> šķīduma tilpuma nolasījums, mL	Titrēšanas beigu punkta KI <sub>3</sub> šķīduma tilpuma nolasījums, mL	KI <sub>3</sub> šķīduma iztērētais tilpums, mL
1			
2			
3			

Name:

Code: LVA

i. Pieraksti iztērēta  $KI_3$  šķīduma tilpumu (mL) (vidējais jeb vienas titrēšanas), kuru izmantosi (salen\*)  $MnCl_x$  molmasasaprēķinam:

$KI_3$  šķīduma tilpums, kas ir ņemts aprēķiniem: \_\_\_\_\_ mL

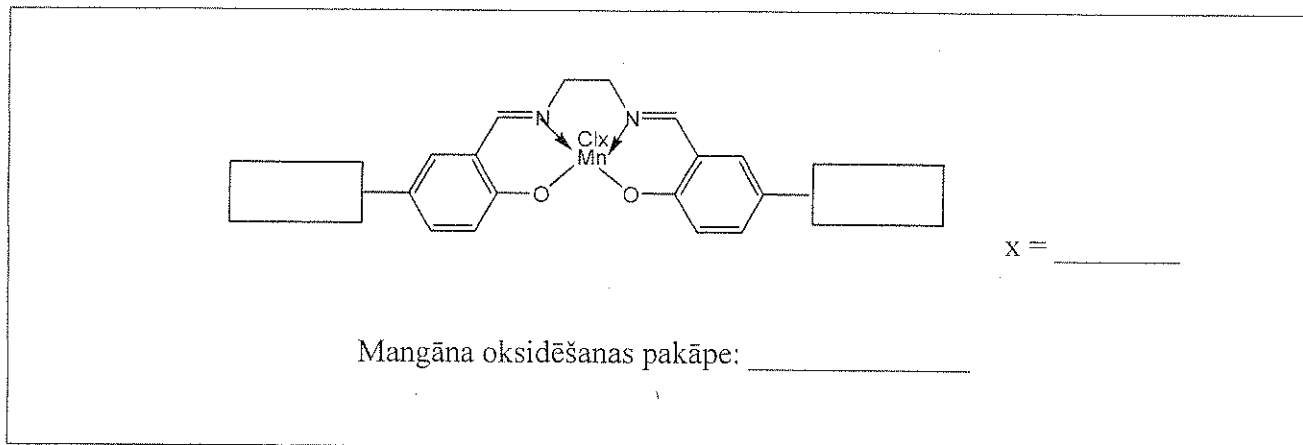
(salen\*)  $MnCl_x$  koncentrācija (no pudeles etiķetes): \_\_\_\_\_ mg/mL

Askorbīnskābes koncentrācija (no pudeles etiķetes): \_\_\_\_\_ M

Name:

Code: LVA

ii. Izmantojot titrēšanas rezultātus un zemāk esošo tabulu, nosaki  $x$  vērtību, mangāna oksidēšanas pakāpi un salenliganda aizvietotāju R (R = H, COOH, SO<sub>3</sub>H). Rezultātus ieraksti zemāk esošā vietā:



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

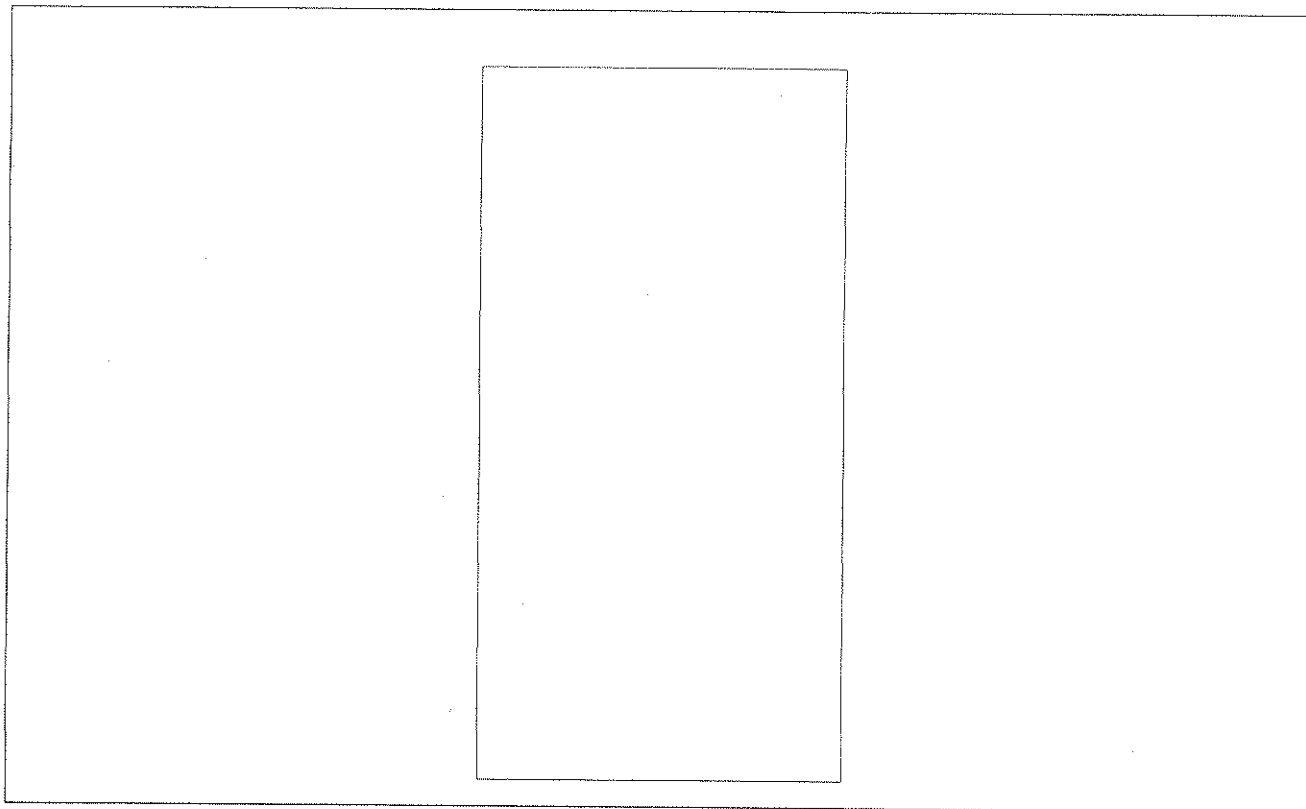
**C. (salen)MnCl<sub>x</sub> PSH analīze**

- 1) Mazā pudelītē izšķīdini dažus kristālus sintezēta (salen)MnCl<sub>x</sub>, izmantojot dažus pilienus absolūta metanola, kuru pārnes ar pipeti.
- 2) Citā mazā pudelītē dažos absolūta etanola pilienos izšķīdina dažus (salen)H<sub>2</sub>kristālus.
- 3) Ja nepieciešams, izmanto šķēres (jautā laborantam)piemērota augstuma PSH plāksnes izgriešanai.
- 4) Saliec filtrpapīra apli un ievieto vārglāzē, tā lai papīrs nosedz vārglāzi visā augstumā. Tas ir nepieciešams vārglāzes piesātināšanai ar etanola tvaikiem. Pievieno etanolu filtrpapīra samitrināšanai un tā, lai vārglāzē ir 3-4 mm biezs etanola slānis. Vārglāzi noslēdz ar pulksteņstiklu.
- 5) Uz PSH plāksnes atzīmē starta līniju.
- 6) Ar kapilāru uznes abus šķīdumus.
- 7) Ievieto PSH plāksni vārglāzē, noslēdz ar pulksteņstiklu un ļauj šķīdumam celties.
- 8) Atzīmē ar zīmuli eluenta fronti un krāsainus plankumus uz PSH plāksnes.
- 9) Izžāvē PSH plāksni gaisā un ievieto atpakaļ maisiņā.
- 10) Aprēķini  $R_f$  abiem savienojumiem: (salen)H<sub>2</sub>un (salen)MnCl<sub>x</sub>.

Name:

Code: LVA

i. Uzskicē PSH plāksni:



ii. Aprēķini un pieraksti  $R_f$  vērtības (salen) $H_2$  un (salen) $MnCl_x$

$R_f$ (salen) $H_2$ :	_____
$R_f$ (salen) $MnCl_x$ :	_____

Kad beidzi strādāt:

- Šķidrus atkritumus ievieto tvertnē „**LiquidWaste**”.
- Izmantotas pudelītes ievieto tvertnē „**BrokenGlassDisposal**”.
- Izmantotus stikla traukus saliec atpakaļ attiecīgajās kastēs “Kit #2”, “Kit #3” and “Kit #4”.



# Инструкции (Задача 1)

- Буклет «Задача 1» включает задания с полями для ответов на 10 листах.
- У Вас есть 15 минут до начала экспериментальной работы, чтобы полностью прочитать буклет «Задача 1».
- На выполнение **Задачи 1** Вам дается **2 часа 15 минут**.
- Начинайте работу только после того, как прозвучит команда **START**. Вы должны немедленно прекратить работу после команды **STOP**. Если Вы продолжите работу в течение 5 минут после этого, Вы будете дисквалифицированы с нулевым результатом за весь экспериментальный тур. Вы должны оставаться **на своем рабочем месте** после команды **STOP**. Преподаватель подойдет к Вам и проверит рабочий стол. Вы должны **оставить на столе** буклет «Задача 1» с ответами.
- Вы обязаны соблюдать **правила техники безопасности**, принятые на МХО. Находясь в лаборатории, Вы должны постоянно носить защитные или Ваши собственные **очки**. Вы можете работать в **перчатках**.
- При нарушении правил техники безопасности Вы получите только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. При повторном нарушении Вы будете выдворены из лаборатории с нулевым результатом за весь практический тур.
- Если у Вас возникли вопросы по технике безопасности или Вам нужно выйти из практикума, обратитесь к Вашему преподавателю.
- Вы можете использовать только Ваше рабочее место.
- Заполняйте листы ответов только выданной Вам ручкой. Не пишите карандашом.
- Используйте только выданный Вам калькулятор.
- Записывайте результаты только в отведенные для этого места в буклете. Любые записи, сделанные в других местах, оцениваться не будут. Используйте оборотную сторону листов буклета в качестве черновика.
- Выбрасывайте закрытые пузырьки с остатками растворов в контейнер подписанный “**Used Vials**” («Использованные пузырьки»).
- Выливайте не нужные более растворы в контейнер, подписанный “**Liquid Waste**” («Жидкие отходы»).
- Выбрасывайте осколки ампулы в контейнер, подписанный “**Broken Glass Disposal**” («Битое стекло»).
- Вы можете заменить посуду или получить дополнительные реактивы (за исключением ацетона- $d_6$ ) **без штрафа только один раз**. За каждую последующую замену Вы будете оштрафованы 1 баллом из 40.
- В любой момент Вы можете попросить у преподавателя официальную английскую версию для уточнения непонятных формулировок.

## Реактивы и оборудование (Задача 1)

**Реактивы (жирным шрифтом в таблице выделены подписи на этикетках)**

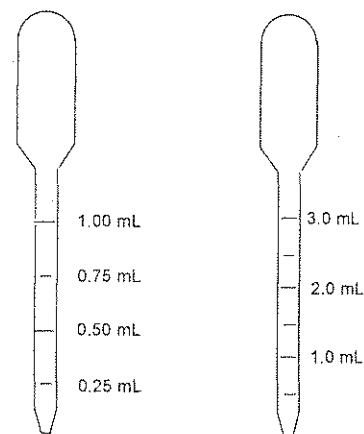
	R-фразы <sup>†</sup>	S-фразы <sup>†</sup>
~2 М HCl, * водный раствор, 50 мл в бутылочке	R34, R37	S26, S45
~0.01 М KI <sub>3</sub> , * водный раствор, 10 мл в пузырьке, подписанном "I <sub>2</sub> "		
Ацетон, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 58.08 г/моль, плотность = 0.791 г/мл, 10.0 мл в пузырьке	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Ацетон-d <sub>6</sub> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 64.12 г/моль, плотность = 0.872 г/мл, 3.0 мл в ампуле	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>†</sup> Расшифровку R- и S-фраз смотрите на странице 3.

\* Точная концентрации приведена на этикетках.

### Оборудование - Kit #1

- Одна стеклянная бутылочка с дистиллированной водой
- 15 стеклянных пузырьков на 20 мл с завинчивающимися крышками
- 10 пластиковых пипеток на 1 мл с делениями по 0.25 мл (mL) для перенесения жидкости (см. рис.).
- 10 пластиковых пипеток на 3 мл с делениями по 0.50 мл (mL) для перенесения жидкости (см. рис.).
- Цифровой секундомер



## **R- и S-фразы (Задача 1)**

R11 Легковоспламеняющийся

R34 Вызывает ожоги

R36 Вызывает раздражение глаз

R37 Вызывает раздражение органов дыхания

R66 Постоянный контакт может вызвать растрескивание кожи

R67 Пары вызывают сонливость и головокружение

S9 Хранить в хорошо проветриваемом помещении

S16 Хранить в стороне от источников воспламенения

S26 В случае попадания в глаза немедленно промойте большим количеством воды и обратитесь к врачу

S45 При несчастном случае и/или плохом самочувствии немедленно обратитесь к врачу

## Задача 1

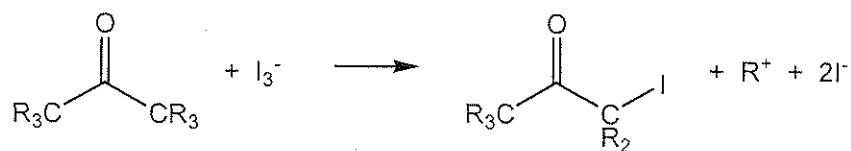
18 баллов

a	b	c	d	e	f	g	Очки	баллы
10	2	10	12	16	12	8	70	18

### Кинетика, изотопный эффект и механизм реакции иодирования ацетона

Для изучения механизмов реакций часто используют кинетические данные в сочетании с изотопным эффектом. Хотя изотопно-замещенные молекулы проявляют схожие химические свойства, скорости реакций могут различаться.

В этой задаче вы изучите кинетику и изотопный эффект в реакции иодирования ацетона в кислой среде:



R = H or D

Кинетическое уравнение для данной реакции имеет вид:

$$r = k[\text{ацетон}]^m[\text{I}_3^-]^n[\text{H}^+]^p.$$

В этом уравнении вы должны определить константу скорости  $k$  и целочисленные порядки реакции по веществам  $m$ ,  $n$  и  $p$ . Вам также будет необходимо сравнить скорости реакций с участием обычного ацетона и дейтерозамещенного ацетона- $d_6$ , в котором все 6 атомов  $^1\text{H}$  замещены на дейтерий D, и определить величину изотопного эффекта реакции  $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ . Все эти данные будут использованы для уточнения механизма реакции.

**Важно: прежде, чем начать работу, прочитайте все задание целиком и составьте план работы.**

## Методика

Скорости реакций зависят от температуры. Узнайте у лаборанта температуру воздуха на вашем рабочем месте и запишите ниже:

°C
----

### **Инструкции по использованию цифрового секундомера**

- (1) Нажимайте кнопку [MODE], пока не появится надпись COUNT UP.
- (2) Для запуска секундомера нажмите кнопку [START/STOP].
- (3) Для остановки секундомера снова нажмите кнопку [START/STOP].
- (4) Для сброса данных и очистки дисплея нажмите кнопку [CLEAR].

### **Порядок работы**

Отберите выбранные вами объемы соляной кислоты, дистиллированной воды и раствора триодида калия (обозначенного "I<sub>2</sub>") и поместите их в реакционный сосуд (пузырек с крышкой). В полученной реакционной смеси начальные концентрации реагентов должны находиться в следующем диапазоне (необязательно исследовать весь диапазон):

[H<sup>+</sup>]: между 0.2 и 1.0 М

[I<sub>3</sub><sup>-</sup>]: между 0.0005 и 0.002 М

[ацетон]: между 0.5 и 1.5 М

Для того, чтобы начать реакцию, добавьте выбранный вами объем ацетона к приготовленной ранее смеси остальных реагентов, сразу закройте реакционный сосуд, включите секундомер, энергично встряхните сосуд один раз, и поставьте на белый фон. Запишите использованные объемы реагентов в таблицу в п. (а). Пока идет реакция, не прикасайтесь к сосуду ниже уровня жидкости. Об окончании реакции свидетельствует исчезновение коричневой окраски триодид-иона. Запишите время, которое прошло до момента исчезновения окраски. Когда реакция закончится, отставьте в сторону сосуд, не открывая его, чтобы не дышать парами иодацетона.

Повторите описанную выше процедуру с различными концентрациями реагентов необходимое число раз. Рассчитайте концентрации реагентов в каждом опыте и запишите их в таблицу в п. (с).

*Указание: в каждом опыте меняйте только одну концентрацию по сравнению с предыдущим опытом.*

После того, как вы исследовали скорость иодирования обычного ацетона, необходимо измерить скорость реакции с участием дейтерозамещенного ацетона- $d_6$ . Обратите внимание, что ввиду высокой стоимости вещества Вам выдано только 3.0 мл ацетона- $d_6$ . Вы можете попросить дополнительное количество вещества, но за это с вас снимут 1 балл из 40.

**Когда вы захотите начать работу с дейтерированным ацетоном, поднимите руку и старший преподаватель откроет для вас ампулу.** Реакции с дейтерозамещенными веществами, как правило, протекают медленнее, чем с обычными, поэтому рекомендуем вам при работе с  $(CD_3)_2CO$  использовать такие концентрации, при которых реакция протекает достаточно быстро.

После окончания работы:

- a) вылейте всю воду из бутылки и положите бутылку вместе со всем неиспользованным оборудованием в коробку с надписью "Kit #1";
- b) использованные пипетки и закрытые реакционные сосуды выбросите в контейнеры под тягой;
- c) остатки ампулы из-под дейтероацетона выбросьте в контейнер с надписью «**Broken Glass Disposal**».

Привести в порядок рабочее место можно и после команды STOP.

а. Запишите объемы жидкостей, использованных при изучении кинетики иодирования обычного ацетона  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , в таблицу.

*Необязательно заполнять все строки таблицы.*

Номер опыта	Объем раствора $\text{HCl}$ , мл	Объем дистил. $\text{H}_2\text{O}$ , мл	Объем раствора $\text{I}_3^-$ , мл	Объем $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , мл	Время исчезновения окраски $\text{I}_3^-$ , с
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

б. Запишите объемы, использованные при работе с ацетоном- $d_6$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , в таблицу.

*Необязательно заполнять все строки таблицы.*

Номер опыта	Объем раствора $\text{HCl}$ , мл	Объем дистил. $\text{H}_2\text{O}$ , мл	Объем раствора $\text{I}_3^-$ , мл	Объем $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , мл	Время исчезновения окраски $\text{I}_3^-$ , с
1d					
2d					
3d					
4d					

с. В таблицах ниже запишите результаты расчета концентраций реагентов и соответствующих скоростей реакций. Считайте, что объем реакционной смеси равен сумме объемов смешанных жидкостей. Для последующего расчета констант скорости  $k_H$  и  $k_D$  (в пунктах е и f) вам необязательно использовать данные всех опытов, но вы должны указать в последнем столбце, использовали вы данный опыт при расчете или нет.

$(CH_3)_2CO$ :

Номер опыта	Начальная $[H^+]$ , М	Начальная $[I_3^-]$ , М	Начальная $[(CH_3)_2CO]$ , М	Средняя скорость расщедования $I_3^-$ , М с <sup>-1</sup>	Использовали ли вы данный опыт при расчете $k_H$ ?	
					Да	Нет
1					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

$(CD_3)_2CO$ :

Номер опыта	Начальная $[H^+]$ , М	Начальная $[I_3^-]$ , М	Начальная $[(CD_3)_2CO]$ , М	Средняя скорость расщедования $I_3^-$ , М с <sup>-1</sup>	Использовали ли вы данный опыт при расчете $k_D$ ?	
					Да	Нет
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"/>



d. Запишите целочисленные порядки по ацетону, триодид-иону и иону водорода в кинетическом уравнении

$$r = -\frac{\Delta[\text{I}_3^-]}{\Delta t} = k[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]^m [\text{I}_3^-]^n [\text{H}^+]^p$$

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

e. Рассчитайте константу скорости  $k_{\text{H}}$  для реакции с участием обычного ацетона  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , укажите ее размерность.

 $k_{\text{H}} =$ 

f. Рассчитайте константу скорости  $k_{\text{D}}$  для реакции с участием ацетона- $d_6$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , и найдите величину изотопного эффекта реакции,  $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ .

 $k_{\text{D}} =$  $k_{\text{H}}/k_{\text{D}} =$

g. Полученные вами кинетические и изотопные данные позволяют выяснить механизм реакции. Ниже приведены возможные элементарные стадии. Одна из стадий является лимитирующей (R.D.S.), тогда как во всех предшествующих ей стадиях быстро устанавливается квазиравновесие, смещенное в сторону реагентов.

Приведенную ниже таблицу заполните на основе *полученных вами экспериментальных данных*: кинетического уравнения (пункт d) и величины изотопного эффекта (пункт f). Для каждой стадии определите, **согласуется** ли предположение о том, что она является лимитирующей, с вашим *кинетическим уравнением*. Если да, то в первой свободной клетке для данной стадии поставьте галочку (✓), если нет – знак X. Аналогичным образом укажите для каждой стадии, **согласуется** ли предположение о том, что она является лимитирующей, с определенной вами величиной *изотопного эффекта*.

	R.D.S. согласуется (✓) с вашим кинетическим уравнением или нет (X)	R.D.S. согласуется (✓) с вашей величиной изотопного эффекта или нет (X)
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

## Инструкции (Задача 2)

- Буклет «Задача 2» с листами ответов и периодической таблицей включает 14 листов.
- У Вас есть 15 минут до начала экспериментальной работы, чтобы полностью прочитать буклет «Задача 2».
- На выполнение **Задачи 2** Вам дается **2 часа 45 минут**. Планируя свою работу, учтите, что одна из стадий занимает 30 минут.
- Начинайте работу только после того, как прозвучит команда **START**. Вы должны немедленно прекратить работу после команды **STOP**. Если Вы продолжите работу в течение 5 минут после этого, Вы будете дисквалифицированы с нулевым результатом за весь экспериментальный тур. Вы должны оставаться **на своем рабочем месте** после команды **STOP**. Преподаватель подойдет к Вам и проверит рабочий стол. Вы должны **оставить на столе**:
  - буклет «Задача 2» с заданиями и листами ответов
  - 1 пластинку ТСХ в пакетике с молнией, подписанном Вашим кодом
  - Пузырек, подписанный **“Product”** («Продукт»)
- Вы обязаны соблюдать **правила техники безопасности**, принятые на МХО. Находясь в лаборатории, Вы должны постоянно носить защитные или Ваши собственные **очки**. Для заполнения стеклянных пипеток обязательно используйте резиновую грушу. Вы можете использовать **перчатки** при работе с реактивами.
- При нарушении правил техники безопасности Вы получите только **ОДНО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ**. При повторном нарушении Вы будете выдворены из лаборатории с нулевым результатом за весь практический тур.
- Если у Вас возникли вопросы по технике безопасности или Вам нужно покинуть практикум, обратитесь к Вашему преподавателю.
- Вы можете использовать только Ваше рабочее место.
- Заполняйте листы ответов только выданной Вам ручкой. Не пишите карандашом.
- Используйте только выданный Вам калькулятор.
- Записывайте результаты только в отведенные для этого места в листах ответов. Любые записи, сделанные в других местах, оцениваться не будут. Используйте обратную сторону листов ответов в качестве черновика.
- Выбрасывайте использованные пузырьки в контейнер, подписанный **“Broken Glass Disposal”** («Битое стекло»).
- Выливайте ненужные более растворы в контейнер, подписанный **“Liquid Waste”** («Жидкие отходы»).
- Вы можете заменить посуду или получить дополнительные реактивы **без штрафа только один раз**. За каждую последующую замену Вы будете оштрафованы 1 баллом из 40.
- Вы можете попросить у преподавателя официальную английскую версию для уточнения непонятных формулировок в любой момент.

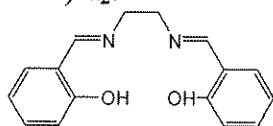


## Реактивы и оборудование (Задача 2)

**Реактивы и материалы (соответствующие надписи на упаковках выделены жирным шрифтом в кавычках)**

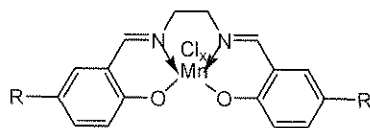
	R-фраза	S-фраза
«(salen)H <sub>2</sub> », <sup>a</sup> ~1.0 г <sup>b</sup> в пузырьке	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
«Mn(OOCCH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 4H <sub>2</sub> O», ~1.9 г <sup>b</sup> в пузырьке	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
1М раствор хлорида лития (LiCl) в этаноле, «Lithium chloride solution», 12 мл в пузырьке	R11 R36/38	S9 S16 S26
Этанол, «Ethanol», 70 мл в пузырьке	R11	S7 S16
Ацетон, «(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO», 100 мл в пузырьке	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
«(salen*)MnCl <sub>x</sub> », <sup>c</sup> ~32 мл раствора с концентрацией ~3.5 мг/мл <sup>b</sup> , в пузырьке		
KI <sub>3</sub> , ~0.010 М раствор в воде, <sup>b</sup> 50 мл в пузырьке, обозначенном «I <sub>2</sub> ».		
«Ascorbic Acid», ~0.030 М раствор аскорбиновой кислоты в воде, <sup>b</sup> 20 мл в пузырьке		
«1% Starch», раствор крахмала в воде, 2 мл в пузырьке		
«TLC plate» – одна пластинка для ТСХ (силикагель) 5 см × 10 см в закрытом пластиковом пакете		

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



<sup>b</sup> Точное значение указано на этикетке.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (обе группы R одинаковые и могут быть H, или COOH, или SO<sub>3</sub>H):



**Оборудование**

Для общего использования: Весы

Для индивидуального использования:

- Два штатива с лапками, расположенных под тягой и подписанных вашим кодом
- Одна магнитная мешалка с подогревом
- Одна линейка (300 мм)
- Один карандаш

Набор оборудования «Kit #2»:

- Две колбы Эрленмейера на 250 мл
- Один градуированный цилиндр объемом 50 мл
- Один овальный якорь (20 мм) для перемешивания
- Одна воронка Хирша для фильтрации
- Бумажные фильтры для воронки Хирша и камеры для ТСХ
- Одна колба Бунзена (125 мл) для вакуумного фильтрации
- Резиновый адаптер конической формы для вакуумного фильтрации
- Одна пластиковая ледяная баня (0,5 л)
- Одна стеклянная палочка
- Две пластиковые пипетки (1 мл) для переноса жидкостей (смотри рисунок справа)
- Один пластиковый шпатель
- Один пустой пузырек с крышкой (4 мл) подписанный «Product» для синтезированного вещества



Набор оборудования «Kit #3»:

- Три пустых маленьких пузырька с завинчивающимися крышками (для ТСХ)
- Десять капилляров (100 мм) для ТСХ
- Одно часовое стекло (для закрывания камеры для ТСХ)
- Один стаканчик (250 мл), используемый как камера для ТСХ

Набор оборудования «Kit #4»:

- Одна собранная и готовая для использования бюретка (25 мл), расположена под тягой

Фамилия: \_\_\_\_\_

Код: \_\_\_\_\_

LVA

- Одна маленькая пластиковая воронка
- Четыре колбы Эрленмейера (125 мл)
- Одна резиновая груша с клапанами для заполнения пипеток
- Одна стеклянная пипетка на 10 мл
- Одна стеклянная пипетка на 5 мл

## R- и S-фразы (Задача 2)

R11 Легковоспламеняющийся

R36/37/38 Вызывает раздражение глаз, органов дыхания и кожи

R62 Возможный риск дисфункции половых органов

R63 Возможный риск при беременности

R66 Постоянный контакт может вызвать растрескивание кожи

R67 Пары вызывают сонливость и головокружение

S7 Хранить плотно закрытым

S9 Хранить в хорошо проветриваемом помещении

S16 Хранить в стороне от источников воспламенения

S26 В случае попадания в глаза немедленно промойте большим количеством воды и обратитесь к врачу

S28A При попадании на кожу промойте большим количеством воды

S37 Работайте в перчатках

S37/39 Работайте в перчатках и защитных очках/маске

S45 При несчастном случае и/или плохом самочувствии немедленно обратитесь к врачу

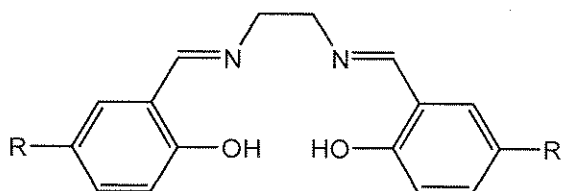


**Задача 2****22 балла**

А	В-i	В-ii	С-i	С-ii	Очки	Баллы
10	15	4	4	2	35	22

## Синтез комплекса марганца с лигандом salen и определение формулы продукта

Комплексы ионов  $3d$ -металлов с лигандом бис(салицилиден)этилендиамином (salen) используются в органическом синтезе как эффективные катализаторы разнообразных окислительно-восстановительных реакций.



(salen) $H_2$ : R = H

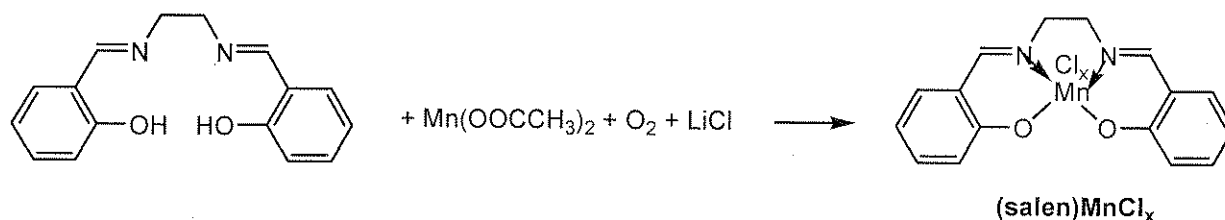
(salen\*) $H_2$ : R = H или COOH или SO<sub>3</sub>H

В комплексах с salen стабилизируются различные степени окисления  $3d$ -элементов. Так, в зависимости от условий реакции, марганец может иметь степени окисления от +2 до +5.

В этой задаче вы должны синтезировать комплекс ионов марганца с salen по реакции ацетата Mn(II) с (salen) $H_2$  в этаноле на воздухе в присутствии LiCl. В таких условиях вы можете получить комплекс состава (salen)MnCl<sub>x</sub>, где x может принимать значения 1, 2 или 3.

Вам потребуется: i) определить массу полученного продукта, ii) с помощью ТСХ охарактеризовать его чистоту и iii) определить степень окисления марганца в комплексе с использованием иодометрического окислительно-восстановительного титрования. Для титрования вы будете использовать выданный Вам раствор комплекса, являющегося аналогом Вашего продукта, (salen\*)MnCl<sub>x</sub>, в котором марганец имеет такую же степень окисления, что и в вашем продукте, а заместителем R в бензольных кольцах может быть H, COOH или SO<sub>3</sub>H.

*Перед тем, как приступить к работе, внимательно прочитайте условие задачи до конца и правильно спланируйте свою работу. Учтите, что некоторые операции лучше выполнять параллельно.*

**Методика синтеза:****А. Синтез комплекса (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Отложите 2-3 кристаллика (salen)H<sub>2</sub> в маленький пузырек для последующего использования в ТСХ анализе.
- 2) Перенесите всю выданную Вам навеску (~1.0 г) (salen)H<sub>2</sub> в 250 мл колбу Эрленмейера. Положите в колбу якорь для перемешивания и прилейте 35 мл абсолютного этанола.
- 3) Поставьте колбу на мешалку с подогревом. Нагревайте содержимое колбы при постоянном перемешивании до полного растворения лиганда (обычно растворение наступает тогда, когда этанол нагревается почти до кипения). Затем снизьте температуру нагрева реакционной смеси для поддержания последней в состоянии близком к кипению. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим. Если горлышко колбы окажется горячим для удерживания рукой, используйте свернутое бумажную салфетку.
- 4) Снимите колбу с плитки и добавьте в нее весь выданный вам образец Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O (~1.9 г). Смесь должна окраситься в темно-коричневый цвет. Сразу же верните колбу на плитку и продолжайте нагрев с перемешиванием в течение 15 минут. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим.
- 5) Снимите колбу с плитки и перелейте в нее выданный 1 М раствор LiCl в этаноле (12 мл, избыток). Верните колбу на плитку и продолжайте нагрев с перемешиванием в течение 10 минут. Не допускайте кипения, горлышко колбы не должно быть горячим.
- 6) После этого снимите колбу с плитки и поставьте в баню со льдом для кристаллизации на 30 минут. Каждые 5 минут аккуратно потирайте стенки внутри колбы ниже уровня жидкости стеклянной палочкой для ускорения кристаллизации комплекса (salen)MnCl<sub>x</sub>. Первые кристаллы могут появиться сразу после начала охлаждения или через 10-15 минут.
- 7) Используя вакуумную линию под тягой (соответствующий кран помечен как "Vacuum"), фильтровальную бумагу, маленькую воронку Хирша и колбу Бунзена отфильтруйте образовавшийся осадок. С помощью пипетки промойте осадок на фильтре несколькими каплями ацетона, не отсоединяя вакуум. Оставьте осадок на фильтре (не отсоединяя вакуум) на 10-15 минут для высушивания.
- 8) Взвесьте пустой пузырек "Product", запишите его массу в соответствующее поле. Перенесите в пузырек продукт с фильтра, запишите массу. Определите и запишите массу продукта,  $m_p$ , в лист ответов. Также запишите в лист ответов массу использованных реактивов в синтезе: (salen)H<sub>2</sub>,  $m_S$ , и Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O,  $m_{Mn}$ .

9) Положите пузырек с продуктом в пакетик с застежкой.

Масса пустого пузырька для продукта: \_\_\_\_\_ г

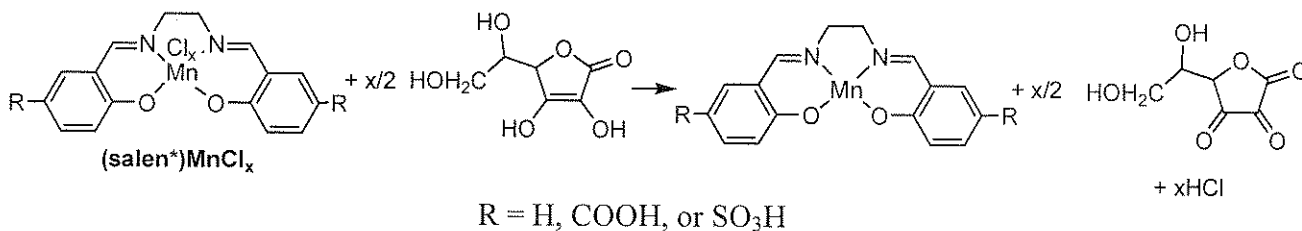
Масса пузырька с высушенным продуктом: \_\_\_\_\_ г

Масса продукта,  $m_p$ : \_\_\_\_\_ г

Масса образца (salen) $H_2$  (перепишите с этикетки пузырька),  $m_S$ :  
\_\_\_\_\_ г

Масса  $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$  (перепишите с этикетки пузырька),  $m_{Mn}$ :  
\_\_\_\_\_ г

### В. Титриметрический анализ выданного образца $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$



#### Работа с резиновой грушей, предназначенной для заполнения пипеток

- 1) Наденьте грушу на пипетку.
- 2) Сильно сожмите резиновую грушу.
- 3) Для того, чтобы набрать жидкость в пипетку, нажмите клапан со стрелкой, направленной вверх
- 4) Для того, чтобы слить жидкость из пипетки, нажмите клапан со стрелкой, направленной вниз.

**Примечание:** Пипетки и бюретку можно использовать без дополнительной подготовки.

- 1) С помощью мерной пипетки перенесите 10.00 мл выданного вам раствора  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$  в колбу Эрленмейера (объемом 125 мл).
- 2) К этому раствору с помощью мерной пипетки добавьте 5.00 мл раствора аскорбиновой кислоты и тщательно перемешайте. Дайте полученному раствору постоять 3-4 минуты, не более.
- 3) После этого сразу же (чтобы не допустить окисление аскорбиновой кислоты кислородом) оттитруйте реакционную смесь раствором  $\text{KI}_3$ , добавив в качестве индикатора 5 капель 1%-ного раствора крахмала («1% Starch»). В конечной точке титрования голубая или зелено-голубая окраска раствора должна сохраняться как минимум 30 секунд.
- 4) Проведите 1-2 повторных титрования для повышения точности ваших результатов. Запишите результаты работы в таблицу:

Фамилия: \_\_\_\_\_

Код: \_\_\_\_\_

LVA

№ титрования	Начальные показания бюретки, мл	Конечные показания бюретки, мл	Объем $KI_3$ , израсходованный на титрование, мл
1			
2			
3			

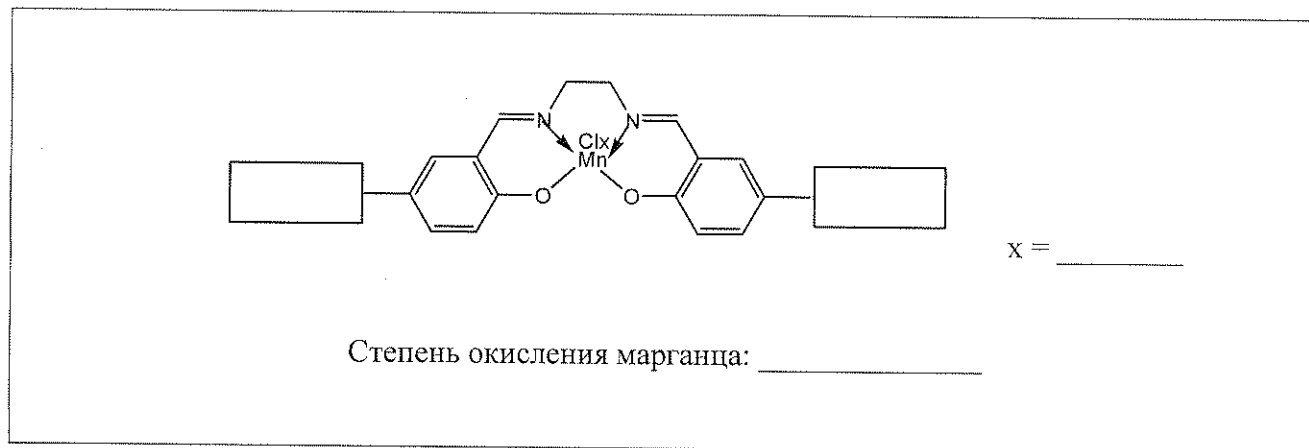
i. Укажите объем раствора  $KI_3$  (по данным одного из титрований по вашему выбору или средний), который вы будете использовать для вычисления молярной массы  $(salen^*)MnCl_x$  :

Объем раствора  $KI_3$ : \_\_\_\_\_ мл

Концентрация  $(salen^*)MnCl_x$  (указана на этикетке пузырька): \_\_\_\_\_ мг/мл

Концентрация аскорбиновой кислоты (указана на этикетке пузырька): \_\_\_\_\_ М

ii. Используя результаты титрования и дополнительные данные из таблицы, приведенной ниже, определите величину  $x$ , степень окисления марганца и группу-заместитель R в salen (R = H, COOH, SO<sub>3</sub>H). Запишите ответы в соответствующих местах ниже:

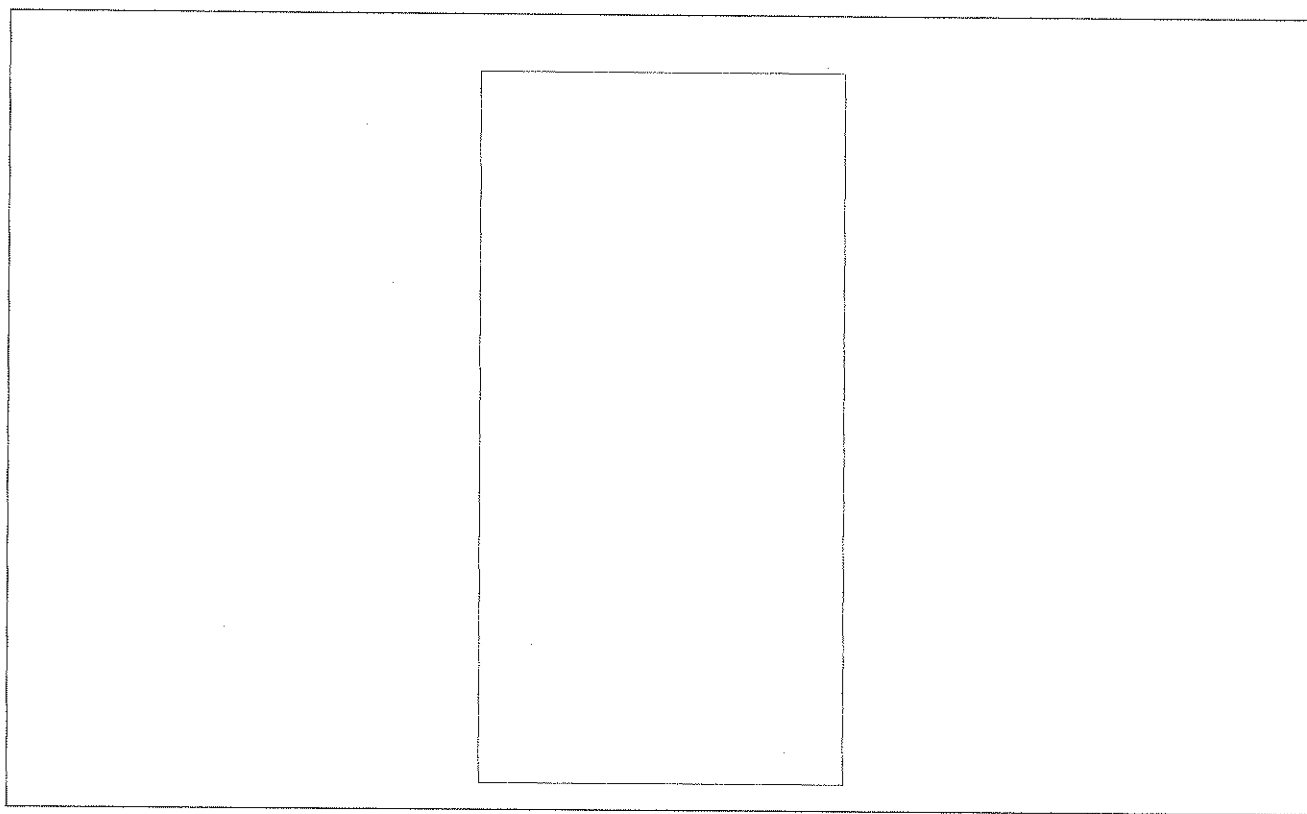


R	$x$	Теоретическое значение величины $M/x$ , г/моль
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO <sub>3</sub> H	1	517
SO <sub>3</sub> H	2	276
SO <sub>3</sub> H	3	196

**С. Тонкослойная хроматография (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) В маленький пузырек поместите несколько кристаллов синтезированного вами (salen)MnCl<sub>x</sub>, с помощью пластиковой пипетки добавьте несколько капель абсолютного этанола.
- 2) Таким же образом добавьте несколько капель этанола в пузырек с кристаллами (salen)H<sub>2</sub> отобранными в начале эксперимента.
- 3) При необходимости ножницами (попросите у лаборанта) обрежьте пластинку для ТСХ так, чтобы она соответствовала по высоте стакану ТСХ.
- 4) Сверните бумажный фильтр и поместите его вертикально в стакан для ТСХ (если бумага выступает по высоте, подогните ее или обрежьте ножницами). Бумага понадобится для насыщения камеры парами этанола. Налейте в камеру этанол так, чтобы он смочил бумагу и образовал на дне слой высотой 3-4 мм. Накройте стакан часовым стеклом.
- 5) На пластинке для ТСХ нанесите линию старта.
- 6) С помощью капилляров нанесите образцы обоих растворов.
- 7) Поместите пластинку ТСХ в стакан и накройте стакан часовым стеклом. Проводите хроматографию 10-15 мин.
- 8) После окончания отметьте карандашом на пластинке ТСХ положения фронта растворителя и окрашенных пятен.
- 9) Высушите пластинку ТСХ на воздухе и поместите ее в полиэтиленовый пакет с застежкой.
- 10) Рассчитайте значения  $R_f$  для (salen)H<sub>2</sub> и для (salen)MnCl<sub>x</sub>.

i. Нарисуйте схему своей пластинки для ТСХ в листе ответов



ii. Рассчитайте и запишите значения  $R_f$  для лиганда  $(salen)H_2$  и комплекса  $(salen)MnCl_x$

$R_f, (salen)H_2:$	_____
$R_f, (salen)MnCl_x:$	_____

После окончания работы:

- a) Слейте все жидкие отходы в емкость, подписанную «**Liquid Waste**».
- b) Положите использованные пузырьки в емкость, подписанную «**Broken Glass Disposal**».
- c) Положите использованное стеклянное оборудование в соответствующие коробки, подписанные «**Kit #2**», «**Kit #3**» и «**Kit #4**».