



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Instruksjoner (Oppgave 1)

- Oppgaveteksten til oppgave 1 er på 10 sider inkludert svararkene, nummerert 1-10.
- Du har 15 minutter til å lese dette heftet før du begynner med eksperimentene.
- Du har **2 timer og 15 minutter** på å fullføre oppgave 1.
- Ikke begynn å jobbe før du får beskjeden **START**. Du må slutte å arbeide med en gang du får beskjeden **STOP**. Hvis du bruker mer enn 5 minutter etter beskjeden, vil du ikke få poeng på den praktiske delen. Etter **STOP-beskjeden**, må du **vente på labplassen din**. En veileder vil komme og sjekke labplassen. La følgende være igjen **på arbeidsbenken din**:
 - Oppgaveheftet med svararkene (dette heftet)
- Du må følge **sikkerhetsreglene** som gjelder for IChO. Så lenge du er på laboratoriet, må du ha på deg **vernebriller**. Du kan bruke **hansker** når du jobber med kjemikalier.
- Du vil få **ÉN ADVARSEL** fra labveilederen hvis du bryter sikkerhetsreglene. Hvis du bryter reglene på nytt, vil du få null poeng på den praktiske delen.
- Ikke vær redd for å spørre labveilederen hvis du har spørsmål om sikkerhetsreglene, eller hvis du trenger å forlate rommet.
- Du har bare lov til å arbeide på den plassen som er satt av til deg.
- Når du skriver svarene, må du bruke pennen du har fått. Ikke bruk blyanten.
- Bruk kalkulatoren du har fått utdelt.
- Alle resultater og svar må skrives på de riktige stedene på svararket. Ingenting du skriver andre steder vil bli rettet. Bruk baksiden av arkene hvis du trenger kladdemark.
- Bruk boksen merket "**Used Vials**" når du kaster reagensglassene med lokk fylt med reaksjonsblandingen.
- Bruk boksen merket "**Liquid Waste**" når du kaster løsninger du ikke trenger.
- Bruk boksen merket "**Broken Glass Disposal**" når du kaster den brukte ampullen.
- Du kan få **ekstra kjemikalier eller labutstyr** én gang uten å bli straffet. Ytterligere ganger du får utdelt nye kjemikalier eller nytt utstyr blir du **trukket 1 poeng** fra de totalt 40 poengene på den praktiske oppgaven.
- Den offisielle engelske versjonen av denne oppgaveteksten er tilgjengelig, men bare for klargjøring av spørsmål.

Kjemikalier og utstyr (Oppgave 1)

Kjemikalier (teksten i fet skrift viser hva kjemikaliene og utstyret er merket med)

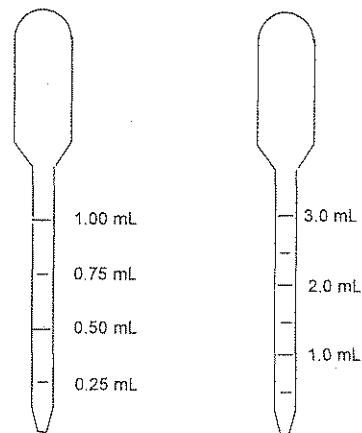
	Risikosetning ⁺	Sikkerhetssetning ⁺
~2 M HCl ,* løsnings i vann, 50 mL i en flaske	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI₃ ,* løsnings i vann, 10 mL i en flaske, merket "I ₂ ".		
Aceton , (CH ₃) ₂ CO, M = 58,08 g mol ⁻¹ , tetthet = 0,791 g mL ⁻¹ , 10,0 mL i et prøveglass	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Aceton-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64,12 g mol ⁻¹ , tetthet = 0,872 g mL ⁻¹ , 3,0 mL i en forseglet ampulle	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Se side 3 for Risiko- og Sikkerhetssetninger.

* Den eksakte konsentrasjonen er skrevet på merkelappen.

Utstyr - Kit #1

- En glassflaske fylt med destillert vann.
- Femten 20 mL prøveglass med teflonbelagte skrukorker.
- Ti 1 mL pipetter av polyetylen, gradert for hver 0,25 mL (se tegningen).
- Ti 3 mL pipetter av polyetylen, gradert for hver 0,50 mL (se tegningen).
- En digital stoppeklokke.



Risiko- og Sikkerhetssetninger (Oppgave 1)

R11 Veldig brennbar

R34 Forårsaker etseskader

R36 Irriterer øynene

R37 Irriterer åndedrettssystemet

R66 Jevnlig bruk kan forårsake tørr hud

R67 Kjemikaliedampen kan forårsake tretthet og svimmelhet

S9 Oppbevar beholderen på et godt ventilert sted

S16 Hold unna antennelseskilder

S26 Hvis du får stoffet i øynene, må du straks skylle med masse vann og oppsøke lege

S45 Oppsøk lege umiddelbart dersom du har et uhell eller føler deg dårlig

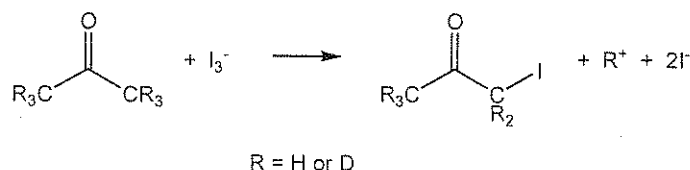
Oppgave 1**18% av totalen**

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

Kinetikk, isotopeffekt og mekanisme for jodering av aceton

Undersøkelser rundt mekanismen til kjemiske reaksjoner er en viktig måte for å gjøre nye oppdagelser i katalyse og syntese. Kinetikkstudier er et av de kraftigste verktøyene man har for å undersøke reaksjonsmekanismer fordi måten reaksjonshastigheten avhenger av reaksjonsbetingelsene på følger direkte av reaksjonsmekanismen. Et annet kraftig verktøy er å studere isotopmerkede molekyler. Selv om isotopene reagerer på samme måte, vil det være forskjeller i reaksjonshastigheten som følge av forskjellige atommasser.

I denne oppgaven skal du bruke både kinetikk og isotopeffekt til å samle informasjon om jodering av aceton i sur, vandig løsning:



Denne reaksjonen følger hastighetsloven

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

hvor du skal finne hastighetskonstanten k og de heltallige reaksjonsordnene m , n og p . Du skal også sammenlikne reaktiviteten til aceton med reaktiviteten til aceton- d_6 , hvor de seks protiumatomene (^1H) har blitt byttet ut med deuterium (^2H , D), slik at du kan bestemme isotopeffekten ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) til denne reaksjonen. Fra disse dataene skal du trekke konklusjoner om reaksjonsmekanismen.

Du bør lese hele oppgaveteksten til denne oppgaven og planlegge arbeidet ditt før du begynner.

Fremgangsmåte

Reaksjonshastigheter er avhengige av temperaturen. Notér temperaturen i rommet du arbeider (spør labveileder):

°C

Bruksanvisning for stoppeklokken

- (1) Trykk på [MODE]-knappen til displayet viser **COUNT UP**-ikonet.
- (2) For å starte tidtagningen, trykk på [START/STOP]-knappen.
- (3) For å stoppe tidtagningen, trykk på [START/STOP]-knappen igjen.
- (4) For å nullstille displayet, trykk på [CLEAR]-knappen.

Fremgangsmåte

Beregn og mål deretter ut i prøverør de volumene med saltsyre, destillert vann og kaliumtrijodid-løsning (merket "I₂") som du skal bruke til reaksjonen. Startkonsentrasjonene i reaksjonsblandingen skal være innenfor intervallene nedenfor. (Du behøver ikke undersøke hele intervallet for alle reaktantene, men du skal ikke bruke verdier utenfor intervallene):

[H⁺]: Mellom 0,2 og 1,0 M

[I₃⁻]: Mellom 0,0005 og 0,002 M

[aceton]: Mellom 0,5 og 1,5 M

For å starte reaksjonen tilsetter du det valgte volumet av aceton til blandingen av de andre reaktantene. Sett på lokket umiddelbart, start stoppeklokken og rist prøveglasset kraftig en gang. Så setter du prøveglasset på en hvit bakgrunn. Skriv inn volumene du har brukt av de forskjellige reaktantene i tabellen i (a). Når du blander kjemikaliene, og mens reaksjonen foregår, må du ikke holde eller berøre prøverøret under væsknivået. Du kan følge reaksjonsforløpet ved å se når den gulbrune fargen til trijodidionet forsvinner. Skriv inn tiden det tok for fargen å forsvinne i tabellen. Når reaksjonen er ferdig setter du bort prøverøret, men la korken sitte på slik at du ikke blir utsatt for damper av jodaceton.

Navn:

Kode: NOR

Gjenta forsøket så mange ganger som du trenger med forskjellige startkonsentrasjoner. Skriv inn konsentrasjonene til reaktantene i tabell (c) nedenfor. *Hint: Du bør endre konsentrasjonen til kun ett stoff av gangen.*

Når du har undersøkt reaksjonshastigheten til reaksjonen med aceton, skal du undersøke reaksjonshastigheten til aceton- d_6 . Vær oppmerksom på at selv om du har rikelig med aceton til dette forsøket, har du bare 3,0 mL aceton- d_6 fordi isotopmerkete kjemikalier er veldig dyre. Hvis du spør om ekstra aceton- d_6 , vil du derfor blir trukket ett poeng. **Når du skal bruke aceton- d_6 , rekker du opp hånden, så vil labveilederen åpne den forseglede ampullen for deg.** Reaksjoner med deutererte forbindelser er ofte tregere enn for den tilsvarende protiske forbindelsen. Derfor må du bruke noen av reaksjonsbetingelsene som gikk hurtig med vanlig aceton når du gjør forsøket med $(CD_3)_2CO$.

Når du er ferdig med å jobbe:

- a) Tøm vannflasken og sett den tilbake i boksen merket "Kit #1" sammen med annet utstyr du eventuelt ikke har brukt;
- b) Plasser de brukte pipettene og prøverørene med kork i de riktige beholderne i avtrekksskapet;
- c) Kast den tomme ampullen i beholderen merket **Broken Glass Disposal**.

Du får lov til å rydde på plassen din etter at STOP-beskjeden er gitt.

Navn:

Kode: NOR.

a. Skriv inn volumvalgene dine og resultatene for aceton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, i tabellen nedenfor. *Du trenger ikke å fylle hele tabellen.*

Forsøk nr.	Volum HCl-løsning, mL	Volum H_2O , mL	Volum I_3^- løsning, mL	Volum $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	Tid inntil I_3^- forsvinner, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Skriv inn volumvalgene dine og resultatene for aceton- d_6 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, i tabellen nedenfor. *Du trenger ikke å fylle hele tabellen.*

Forsøk nr.	Volum HCl-løsning, mL	Volum H_2O , mL	Volum I_3^- løsning, mL	Volum $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	Tid inntil I_3^- forsvinner, s
1d					
2d					
3d					
4d					

c. Bruk tabellene nedenfor for å beregne konsentrasjoner og gjennomsnittlige reaksjonshastigheter for reaksjonene du har studert. Anta at volumet av hver enkelt reaksjonsblanding er lik summen av enkeltvolumene av løsningene som inngår. **Du trenger ikke å bruke alle enkeltforsøkene når du beregner k (delspørsmål e og f), men du må indikere hvilke(t) enkeltforsøk du har brukt i dine beregninger ved å krysse av i boksene i kolonnen lengst til høyre.**

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

Forsøk nr.	Startkons. $[\text{H}^+]$, M	Startkons. $[\text{I}_3^-]$, M	Startkons. $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	Gjennomsnittlig reaksjonshastighet for forbruk av I_3^- , M s^{-1}	Er forsøket benyttet i beregning av k_{H} ?	
					Ja	Nei
1					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

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

Forsøk nr.	Startkons. $[\text{H}^+]$, M	Startkons. $[\text{I}_3^-]$, M	Startkons. $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	Gjennomsnittlig reaksjonshastighet for forbruk av I_3^- , M s^{-1}	Er forsøket benyttet i beregning av k_{D} ?	
					Ja	Nei
1d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Navn:

Kode: NOR

d. Oppgi de heltallige reaksjonsordnene til aceton, trijodid og hydrogenion i hastighetsloven.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Beregn reaksjonshastigheten k_H for reaksjonen med aceton, $(CH_3)_2CO$, og oppgi riktig enhet.

$k_H =$

f. Beregn reaksjonshastigheten k_D for reaksjonen med aceton- d_6 , $(CD_3)_2CO$, og beregn verdien av k_H/k_D (reaksjonens isotopeffekt).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Navn:

Kode: NOR

g. Ut fra kinetikk- og isotopeffektdataene kan du trekke enkelte konklusjoner om reaksjonsmekanismen. Nedenfor er det oppgitt en rimelig reaksjonsmekanisme for jodering av aceton. En av delreaksjonene utgjør det hastighetsbestemmende trinnet (H.B.T.), mens alle delreaksjoner før denne delreaksjonen raskt oppnår en likevekt som er sterkt forskjøvet mot reaktanter.

I boksen i første kolonne til høyre for hver delreaksjon skal du merke av med en ✓ hvis din eksperimentelt bestemte hastighetslov (delspørsmål d) er i **overensstemmelse med** at denne delreaksjonen er hastighetsbestemmende og med en X hvis din eksperimentelt bestemte hastighetslov **ikke er i overensstemmelse med** at denne delreaksjonen er hastighetsbestemmende. I boksen i andre kolonne til høyre for hver reaksjon skal du merke av med en ✓ hvis din eksperimentelt bestemte isotopeffekt (delspørsmål f) er i **overensstemmelse med** at denne delreaksjonen er hastighetsbestemmende og med en X hvis din eksperimentelt bestemte isotopeffekt **ikke er i overensstemmelse med** at dette steget er hastighetsbestemmende.

	Kan være H.B.T. utfra hastighetsloven	Kan være H.B.T. utfra isotopeffekten
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

Instruksjoner (Oppgave 2)

- Prøven er på **13** sider, fordelt på oppgavetekst, svarark og periodesystem, nummerert 11-23.
- Du har 15 minutter på deg til å lese dette heftet før du starter eksperimentene.
- Du har **2 timer og 45 minutter** på deg til å gjøre **oppgave 2**. Når du planlegger arbeidet ditt, vær oppmerksom på at ett av trinnene tar 30 minutter.
- Ikke begynn før **START**-signalet blir gitt. Du må stoppe umiddelbart når **STOP**-signalet blir gitt. Dersom du ikke stopper innen 5 minutter etter at signalet har blitt gitt, vil du bli diskvalifisert. **Vent på labplassen din** etter at **STOP**-signalet har blitt gitt. En labansvarlig skal sjekke labplassen din. Følgende ting skal **legges igjen på labplassen din**:
 - Oppgave-/svarheftet (dette heftet)
 - En TLC plate i en lynlåspose (zipper storage bag) med deltagerkoden din
 - Prøveglasset merket "Product"
- Det forventes at du følger **sikkerhetsreglene** som er gitt i IChO reglene. Mens du er på laben må du ha på deg labbriller eller eventuelt dine egne sikkerhetsbriller dersom disse har blitt godkjent. Bruk **peleusballongen** du har fått utlevert. Du bør bruke **hansker** når du håndterer kjemikalier.
- Du vil bare få **ÉN ADVARSEL** fra labansvarlig dersom du bryter sikkerhetsreglene. Dersom du bryter reglene for andre gang vil du bli bortvist fra laben og få null poeng på den praktiske prøven.
- Nøl ikke med å spørre assistenten/labansvarlig dersom du lurer på noe angående sikkerhetsspørsmål eller dersom du har behov for å forlate rommet.
- Du har kun lov til å arbeide på området som er avsatt til deg.
- Bruk kun pennen du har fått utlevert, ikke en blyant, til å føre inn svarene.
- Bruk kalkulatoren du har fått utlevert.
- Alle resultater og svar må skrives innenfor de angitte rubrikkene på svararkene. Dersom du skriver noe et annet sted vil det ikke bli vurdert. Bruk baksiden av arkene dersom du trenger å kladde.
- Kast brukte prøveglass i **beholderen** merket "**Broken Glass Disposal**".
- Kast alle avfallsløsninger i **beholderen** merket "**Liquid Waste**".
- Dersom du har behov for å få **etterfylt eller erstattet** kjemikalier og labutstyr kan du be om det én gang uten å bli straffet. Neste gang du ber om å få etterfylt eller erstattet kjemikalier eller labutstyr vil du **miste 1 poeng** av de 40 poengene du kan få på den praktiske prøven.
- Du kan få se den offisielle engelske versjonen dersom du har behov for det.

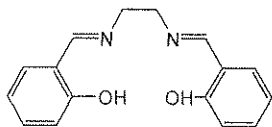
Kjemikalier og utstyr (oppgave 2)

Kjemikalier og utstyr (teksten i fet skrift viser hva kjemikaliene og utstyret er merket med)

	Risikosetning ⁺	Sikkerhetssetning ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1,0 g ^b i et prøveglass	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1,9 g ^b i et prøveglass	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1 M løsning i etanol, 12 mL i en flaske	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 mL i en flaske	R11	S7 S16
Aceton, (CH₃)₂CO , 100 mL i en flaske	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 mL av en ~3,5 mg/mL ^b løsning i en flaske		
KI ₃ , ~0,010 M løsning i vann, ^b 50 mL i en flaske merket "I ₂ ".		
Ascorbic Acid (askorbinsyre), ~0,030 M løsning i vann, ^b 20 mL i en flaske		
1% Starch (stivelsesløsning), løsning i vann, 2 mL i en flaske		
TLC plate – en 5 cm × 10 cm silica gel plate i en lynlåspose (plastic zipper bag)		

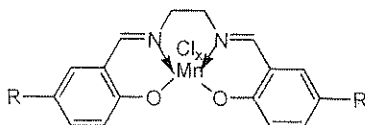
⁺ Se side 15 for risiko- og sikkerhetssetningene.

^a (salen)H₂:



^b Den nøyaktige verdien er angitt på merkelappen.

^c (salen*)MnCl_x (de to R-gruppene er like, og kan være enten H, COOH eller SO₃H):



Utstyr**Til felles bruk: Vekt**

- To **stativer** med **klemmer** i avtrekksskapet merket med din kode
- En **varmeplate med røreverk**
- En **300 mm linjal**
- En **blyant**

Kit #2:

- To **250 mL Erlenmeyerkolber** (en til syntese og en til krystallisering)
- En **målesylinder, 50 mL**
- En **20 mm lang eggformet magnet**
- En **Hirsch-trakt**
- Runde **filterpapir** til Hirsch-trakten (små) og TLC-kammeret (store)
- En **125 mL sugekolbe til vakuumfiltrering**
- **Gummiovergang** til sugekolben
- Et **0,5 L isbad i plast**
- En **glasstav**
- To **1 mL plastpipetter** (se tegningen til høyre)
- En **plastspatel**
- Et tomt **4 mL prøveglass** merket "Product" til reaksjonsproduktet

**Kit #3:**

- Tre tomme **prøveglass med skrukork** (til TLC løsninger)
- Ti **korte kapillærrør (100 mm)** til å avsette flekker på TLC-platene
- Et **urglass** (til TLC kammeret)
- Et **250 mL begerglass** som TLC kammer

Kit #4:

- En ferdig sammensatt **25 mL byrette** som er klar til å brukes
- En liten **plasttrakt**
- Fire **125 mL Erlenmeyerkolber**
- En **peleusballong**
- En **10 mL målepipette**
- En **5 mL målepipette**

Risiko- og sikkerhetssetninger (oppgave 2)

R11 Svært brannfarlig

R36/37/38 Irriterer øynene, luftveiene og huden

R62 Mulig risiko for nedsatt fruktbarhet

R63 Mulig risiko for fosterskade

R66 Gjentatt eksponering kan gi tørr og oppsprukken hud

R67 Dampene kan gjøre deg trøtt og svimmel

S7 Hold beholderen ordentlig lukket

S9 Oppbevar beholderen på et godt ventilert sted

S16 Hold unna antennelseskilder

S26 Dersom du får noe i øynene, skylt øynene umiddelbart med mye vann og oppsøk lege.

S28A Ved hudkontakt skylt umiddelbart med mye vann.

S37 Bruk egnede hansker.

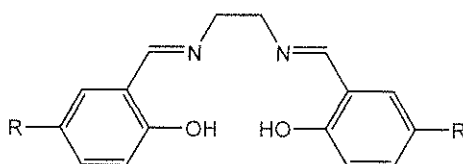
S37/39 Bruk egnede hansker og beskytt øynene/ansiktet.

S45 Oppsøk lege umiddelbart dersom et uhell skulle inntreffe eller du ikke føler deg bra.

Oppgave 2**22% av poengene****Syntese av et salen-mangan kompleks og bestemmelse av molekylformelen til produktet**

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

Overgangsmetallkomplekser av grunnstoffene i 3d-blokken og bis(salisyliden)etylendiamin (salen) baserte ligander har vist seg å være effektive katalysatorer for forskjellige redoksreaksjoner i organisk syntese.



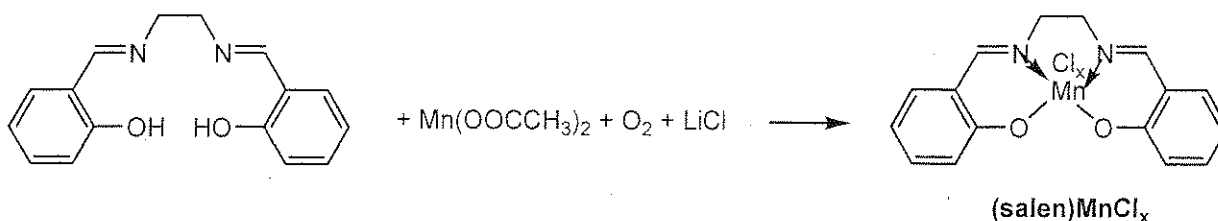
(salen)H₂, R = H

(salen*)H₂, R = H, COOH, eller SO₃H

Evnen salen-liganden har til å stabilisere de høye oksidasjonstilstandene til grunnstoffene i 3d-blokken spiller en viktig rolle i denne kjemien. Avhengig av reaksjonsbetingelsene når man lager mangan-salen kompleks kan en syntetisere manganforbindelser med oksidasjonstall for mangan fra +2 til +5. I denne oppgaven skal du syntetisere et mangan-salen kompleks ved å reagere (salen)H₂ med Mn(II) acetat i etanol i nærvær av luft og litiumklorid. Under disse betingelsene kan du få et kompleks med formelen (salen)MnCl_x, der x = 0, 1, 2, eller 3.

I denne oppgaven skal du: i) bestemme massen av produktet, ii) undersøke renheten av produktet ved hjelp av tynnsljikt-kromatografi (TLC), og iii) bestemme oksidasjonstallet til metallet i komplekset ved å gjøre en jodometrisk redokstitrering. Du har fått utlevert en løsning som inneholder en analog forbindelse, (salen*)MnCl_x, av forbindelsen du har syntetisert. I denne forbindelsen har mangan samme oksidasjonstall som i det syntetiserte produktet ditt, men R-gruppene kan enten være H, COOH eller SO₃H. Det er denne løsningen du skal bruke i redokstitreringen.

Vennligst les gjennom oppgaven og planlegg arbeidet ditt før du begynner. Noen ting må gjøres parallelt for å klare å bli ferdig i tide.

Fremgangsmåte:**A. Syntese av (salen)MnCl_x**

- 1) Plasser 2-3 krystaller av (salen)H₂ i et lite prøveglass for å ha til TLC-analysen senere i oppgaven.
- 2) Overfør den utdelte og forhåndsveide prøven på omtrent 1,0 g av (salen)H₂ til en 250 mL Erlenmeyerkolbe sammen med magneten. Tilsett 35 mL med absolutt etanol.
- 3) Sett kolben på varmeplaten med røring. Varm innholdet til det faste stoffet er løst (vanligvis er alt løst når etanolen nesten koker). Så senker du temperaturen slik at den hele tiden er nærme, men noe under, kokepunktet. Ikke la blandingen koke; halsen på kolben skal hele tiden være kald. Hvis kolben blir for varm å holde, kan du bruke et tørkepapir for å holde den.
- 4) Ta kolben vekk fra varmeplaten og tilsett den forhåndsveide prøven av omtrent 1,9 g Mn(OAc)₂·4H₂O. Løsningen vil bli mørk brun. Sett kolben tilbake på varmeplaten med en gang; fortsett å varme og røre i 15 minutter. Ikke la blandingen koke; halsen på kolben skal hele tiden være kald.
- 5) Ta kolben vekk fra varmeplaten og til den forhåndsoppmålte løsningen av 1 M LiCl i etanol (12 mL, overskudd). Sett kolben tilbake på varmeplaten; fortsett å varme og røre i 10 minutter. Ikke la blandingen koke; halsen på kolben skal hele tiden være kald.
- 6) Ta kolben vekk fra varmeplaten og plasser den i isbadet i 30 minutter for å utkrystallisere produktet. Hvert 5. minutt kan du skrape forsiktig med en glasstav langs veggen i kolben for å påskynde utkrystalliseringen av (salen)MnCl_x. De første krystallene kan komme med en gang du setter kolben i isbadet eller etter 10-15 minutter.
- 7) Bruk vakuumbuttaket i avtrekket. (Det åpnes/stenges med en skrukran/ventil merket "Vacuum") og gjør en sugefiltrering av krystallene ved å bruke Hirsch-trakten og sugeflasken. Bruk en plastpipette til å vaske krystallene med noen dråper acetone uten å koble kolben fra vakuumbuttaket. La krystallene ligge på filteret (med vakuumbuttaket på) i 10-15 minutter for å tørke.
- 8) Vei det tomme prøveglasset merket "Product". Overfør det faste produktet til prøveglasset. Bestem massen til produktet, m_p , og skriv den inn i boksen nedenfor. Skriv også ned massen av følgende reagenser i syntesen: (salen)H₂, m_S , og Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} .
- 9) Plasser det merkede prøveglasset i lynlåsposen (zipper bag).

Navn:

Kode: NOR

Massen til det tomme prøveglasset: _____ g

Massen til prøveglasset med det tørkede produktet: _____ g

Massen til produktet, m_p : _____ g

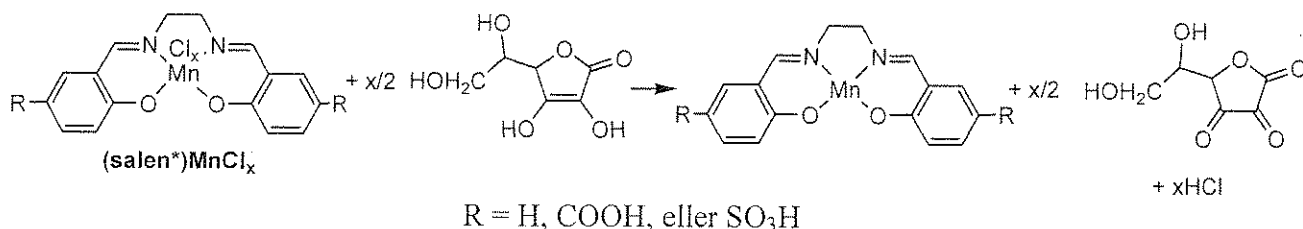
Massen til (salen) H_2 fra merkelappen på glasset (kopier fra merkelappen), m_S :
_____ g

Massen til $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ fra merkelappen på glasset
(kopier fra merkelappen), m_{Mn} :
_____ g

Navn:

Kode: NOR

B. Volumetrisk analyse av den utdelte prøven med (salen*)MnCl_x



Bruk av pelesballong

- 1) Fest ballongen på pipetten.
- 2) Klem på gummiballongen.
- 3) Klem på knappen med pil oppover for å suge opp løsning i pipetten.
- 4) Klem på knappen med pil nedover for å slippe ut løsningen i den kolben du vil ha den.

Merk: Pipettene og byretten er klare til å brukes og behøver ikke å vaskes eller liknende.

- 1) Overfør 10,00 mL av den utdelte løsningen med (salen*)MnCl_x til en 125 mL Erlenmeyerkolbe ved hjelp av pipetten.
- 2) Tilsett 5,00 mL av løsningen med askorbinsyre til denne løsningen og bland godt. La løsningen stå i 3-4 minutter.
- 3) For å unngå at askorbinsyren blir oksidert av O₂ må du med en gang reaksjonen er ferdig titrere den med KI₃-løsningen. Bruk 5 dråper 1% stivelsesløsning som indikator. Det blå eller blågrønne endepunktet skal vare i minst 30 sekunder.
- 4) Hvis du har tid, kan du gjenta forsøket 1-2 ganger for å få bedre nøyaktighet i svaret ditt. Skriv inn avlesningene og resultatene dine i tabellen nedenfor:

Forsøk nr.	Avlesning av startvolumet i byretten av KI ₃ -løsning i mL	Avlesning av sluttvolumet i byretten av KI ₃ -løsning i mL	Volum av KI ₃ -løsning som ble brukt i titreringen i mL
1			
2			
3			

Navn:

Kode: NOR

i. Skriv inn det volumet (enten én utvalgt verdi eller et gjennomsnitt av flere) av KI_3 -løsning som du velger å bruke videre i beregningene dine for å bestemme den molare massen til $(\text{salen}^*)MnCl_x$:

Volumet av KI_3 -løsning brukt i beregninger: _____ mL

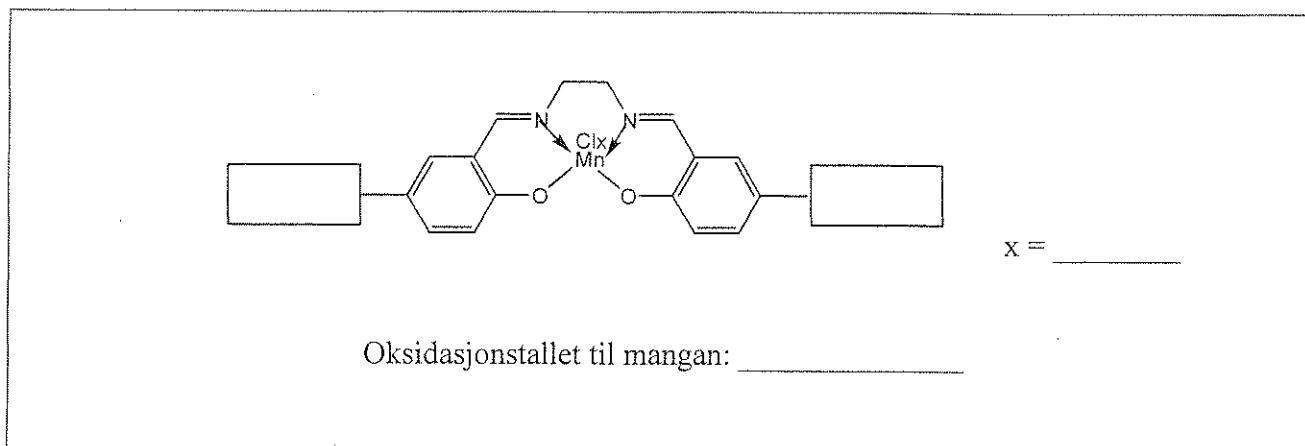
Konsentrasjonen av $(\text{salen}^*)MnCl_x$ (fra merkelappen på flasken): _____ mg/mL

Konsentrasjonen av askorbinsyre (fra merkelappen på flasken): _____ M

Navn:

Kode: NOR

ii. Ved hjelp av resultatene fra titreringen og ved å bruke tabellen nedenfor, skal du bestemme verdien til x , oksidasjonstallet til mangan og hvilken substituent som sitter på salen-liganden ($R = H, COOH$ eller SO_3H). Skriv inn svarene på riktig plass nedenfor:



R	x	(Teoretisk molar masse)/x Målt i 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

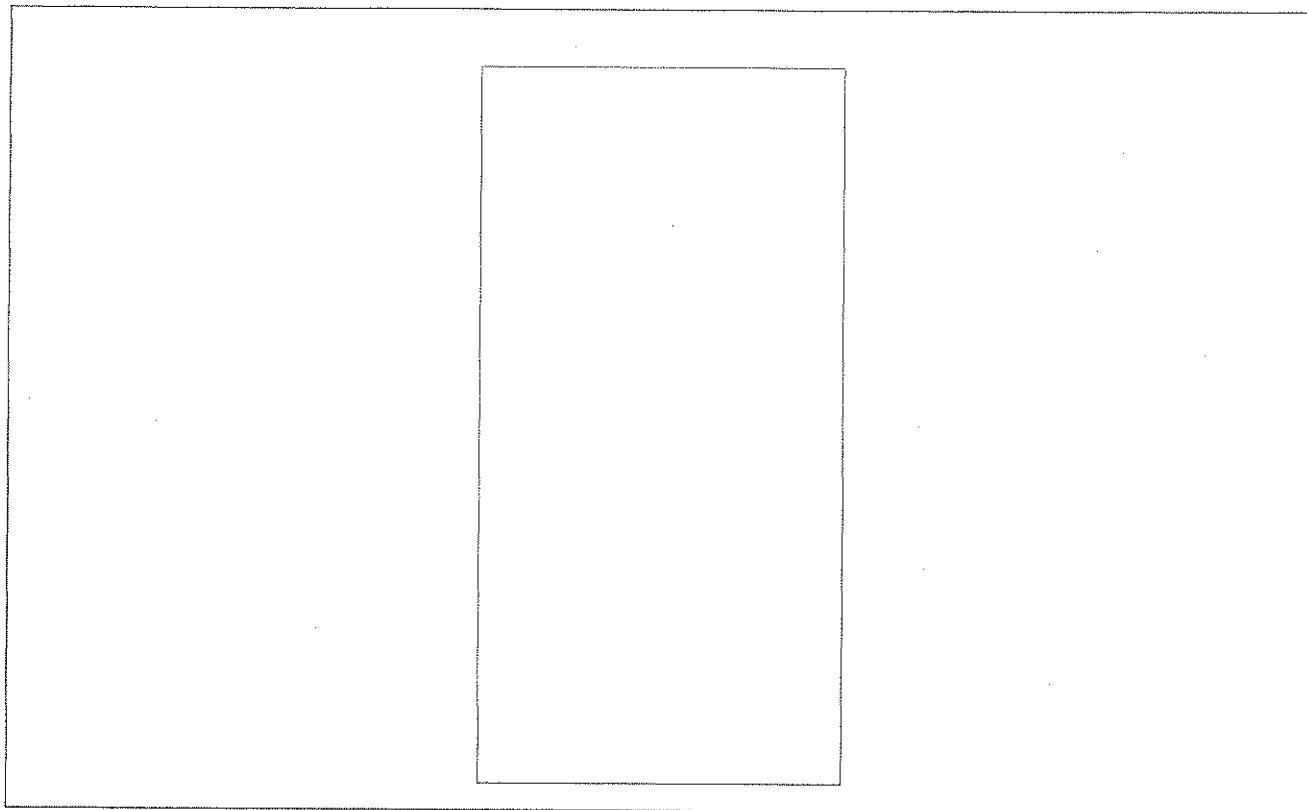
C. Undersøkelse av (salen) MnCl_x ved hjelp av TLC

- 1) Løs opp noen få av (salen) MnCl_x -krystallene du har syntetisert i noen få dråper absolutt etanol i et lite prøveglass. Bruk en plastpipette til etanolen.
- 2) Løs opp noen få (salen) H_2 -krystaller i noen få dråper absolutt etanol i et annet lite prøveglass.
- 3) Hvis nødvendig, bruk en saks (tilgjengelig fra labveileder på forespørsel) for å tilpasse TLC-platen slik at den er passelig høy for TLC-kammeret.
- 4) Tilpass det store, runde filterpapiret til høyden på begerglasset, og plasser det langs innsiden av begerglasset. Dette er nødvendig for å mette kammeret med etanoldamp. Ha etanol i begerglasset til en høyde på 3-4 mm for å fukte filteret. Dekk til begerglasset med et urglass.
- 5) Marker startpunktet på TLC-platen forsiktig med blyant.
- 6) Bruk de utdelte kapillærrørene til å avsette en flekk av hver de to løsningene på TLC-platen.
- 7) Gjennomfør TLC-analysen i begerglasset tildekt med urglasset (typisk 10-15 min).
- 8) Marker hvor langt løsningsmiddelfronten har trukket opp, samt de fargede flekkene på TLC-platen forsiktig med en blyant.
- 9) Tørk TLC-platen i luft, og putt den tilbake i lynlåsposen (zipper bag).
- 10) Beregn R_f for både (salen) H_2 og (salen) MnCl_x .

Navn:

Kode: NOR

i. Skisser TLC-platen på svararket



ii. Bestem og noter R_f -verdiene for $(\text{salen})\text{H}_2$ og $(\text{salen})\text{MnCl}_x$

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

Når du er ferdig med arbeidet:

- Hell avfallsløsningene i beholderen merket "**Liquid Waste**".
- Sett brukte prøveglass i beholderen merket "**Broken Glass Disposal**".
- Plasser brukt glassutstyr tilbake i de riktige boksene merket "Kit #2", "Kit #3" og "Kit #4".