



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Instrucțiuni (Problema 1)

- Enunțul acestei probe are 10 pagini, incluzând foile de răspunsuri.
- Ai 15 minute pentru a citi această broșura înainte de a începe experimentele.
- Ai la dispoziție **2 ore și 15 minute** pentru a realiza această problemă practică.
- Începe numai după ce s-a dat comanda **START**. Trebuie să oprești lucrul imediat ce s-a dat comanda **STOP**. O prelungire a lucrului cu 5 minute va determina anularea acestei probe practice. După ce s-a dat **comanda STOP** așteaptă **la locul tău în laborator**. Un supraveghetor va verifica locul tău de lucru.

Această broșura trebuie să rămână la locul tău de lucru.

- Trebuie să respecti regulile de protecția muncii, așa cum sunt ele formulate de regulamentul IChO. În laborator trebuie să porți ochelari de protecție sau ochelarii tăi de protecție care ti-au fost prescrisi dacă au fost aprobați în prealabil. Trebuie să utilizezi mănuși de protecție atunci când manipulezi substanțe chimice.
- Vei primi numai **O SINGURĂ AVERTIZARE** de la supraveghetor dacă încalci regulile de protecție. La a doua ocazie vei fi eliminat din proba practică cu un rezultat de zero puncte la întreaga probă practică.
- Nu ezita să întrebi asistentul din laborator dacă ai întrebări referitoare la regulile de protecție sau dacă ai nevoie să ieși din sală.
- Ai voie să lucrezi numai în spațiul care ti-a fost alocat.
- Utilizează numai instrumentul de scris care ti-a fost dat și nu altceva pentru a scrie răspunsurile.
- Utilizează calculatorul care ti-a fost dat.
- Toate rezultatele trebuie scrise în spațiile alocate în foaia de răspunsuri. Orice altceva scris în alta parte nu va fi punctat. Utilizează spatele foilor pe post de ciorna.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Used Vials**" pentru a colecta fiolele cu soluții închise.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Liquid Waste**" pentru a colecta deșeurile lichide.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Broken Glass Disposal**" pentru a colecta fiolele sparte.
- Chimicalele și materialele de laborator vor fi **reincarcate sau înlocuite** fără penalizare numai după primul incident. Fiecare alt incident va fi penalizat cu câte **un punct** din cele 40 alocate probei practice.
- O versiune oficială în limba engleză este disponibilă la cerere numai pentru clarificări.

Chemicals and Equipment (Task 1)

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

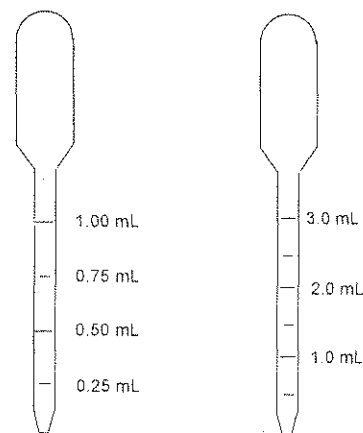
	Risk Phrase ⁺	Safety Phrase ⁺
~ 2 M HCl , [*] solution in water, 50 mL in a bottle	R34,R37	S26,S45
~ 0.01 M KI₃ , [*] solution in water, 10 mL in a bottle, labeled " I₂ ".		
Acetone, (CH₃)₂CO , M = 58.08 g mol ⁻¹ , density = 0.791 g mL ⁻¹ , 10.0 mL in a vial	R11,R36,R66,R67	S9, S16, S26
Acetone-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64.12 g mol ⁻¹ , density = 0.872 g mL ⁻¹ , 3.0 mL in a pre-scored ampule	R11,R36,R66,R67	S9, S16, S26

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

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

Equipment - Kit #1

- One glass bottle filled with distilled water
- Fifteen 20-mL screw-cap glass vials with Teflon-lined screw-caps
- Ten 1-mL polyethylene transfer pipettes graduated in 0.25 mL increments (see drawing in the right).
- Ten 3-mL polyethylene transfer pipettes graduated in 0.50 mL increments (see drawing in the right).
- One digital timer (stopwatch)



Name:

Code: ROU

Risk and Safety Phrases (Task 1)

R11 Highly flammable

R34 Causes burns

R36 Irritating to eyes

R37 Irritating to respiratory system

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

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

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

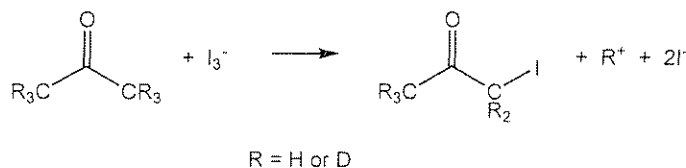
Problema 1**18% din total**

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

Cinetica, efectul isotopic si mecanismul de iodurare a acetonei

Descoperirile privind mecanismele reactiilor chimice determina progrese importante in cataliza si sinteza. Una dintre cele mai utile cai pentru demonstrarea mecanismelor de reactie il constituie studiul cinetic, intrucat modurile in care variaza viteza de reactie in functie de conditiile de reactie urmeaza direct mecanismul reactiei respective. O a doua cale utila pentru intelegerea mecanismelor de reactie o constituie studiul moleculelor substituie izotopic. In timp ce izotopii au aceeasi reactivitate, exista mici diferente ale vitezelor de reactie, functie de masa nucleului.

In acest experiment vei utiliza atat efectul cinetic cat si cel izotopic pentru a obtine informatii asupra iodurarii acetonei in solutie apoasa acida:



Reactia are loc cu viteza de reactie data de legea:

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

unde constanta de viteza, k , si ordinele de reactie (numere intregi) m , n si p , va trebui sa le determini. Vei compara, de asemenea, reactivitatea acetonei cu aceea a d_6 -acetonei, in care cei sase atomi ^1H au fost substituiti prin atomi de deuteriu (^2H , D), pentru a determina efectul izotopic al reactiei ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$). Din aceste date vei obtine informatii asupra mecanismului de reactie.

Citeste cu atentie intreaga descriere a sarcinilor experimentale si planifica-ti timpul inainte de a incepe lucrul propriu-zis.

Name:

Code: ROU

Modul de lucru

Vitezele de reactie sunt dependente de temperatura. Noteaza temperatura incaperii in care lucrezi (intreaba asistentul din laborator).

°C

Instructiuni pentru utilizarea cronometrului digital (stopwatch):

- (1) Apasa butonul [MODE] pana cand apare COUNT UP.
- (2) Pentru a incepe masurarea timpului, apasa butonul [START/STOP].
- (3) Pentru a opri masuratoarea, apasa din nou butonul [START/STOP].
- (4) Pentru a sterge ce este scris pe ecran, apasa butonul [CLEAR].

Procedeu general

Masoara volumele solutiilor de acid clorhidric, apa distilata, triiodura de potasiu (etichetata "I₂") pe care le alegi pentru a le introduce in vasul de reactie. Concentratiile initiale ale reactantilor in amestecurile de reactie trebuie sa fie in intervalele de mai jos (nu trebuie sa iei toate valorile din acest interval, dar valorile tale nu trebuie sa se abata semnificativ in afara acestor intervale:

[H⁺]: intre 0,2 si 1,0 M

[I₃⁻]: intre 0,0005 si 0,002 M

[acetona]: intre 0,5 si 1,5 M

Pentru a initia reactia, adauga volumul ales de acetona peste solutia continand ceilalti reactanti, acopera rapid vasul de reactie, porneste cronometrul si agita puternic o data, apoi pune vasul de reactie pe un fundal alb. Noteaza volumele reactantilor pe care i-ai utilizat in Tabelul (a). Atunci cand pui la punct experimentul si cand acesta se desfasoara, nu atinge vasul de reactie sub nivelul lichidului din el. Avansarea reactiei poate fi urmarita vizual observand disparitia culorii galben-brun a ionului triiodura. Inregistreaza si noteaza timpul necesar pentru disparitia culorii. Cand reactia s-a terminat, pune vasul de reactie deoparte si lasa-l inchis, pentru a nu te expune vaporilor de iod-acetona.

Repete experimentul de cate ori este nevoie cu diferite concentratii ale reactantilor. Noteaza concentratiile reactantilor utilizate in Tabelul (c) de mai jos. *Indicatie: vei schimba de fiecare data numai o concentratie.*

Name:

Code: ROU

Dupa ce ai studiat viteza de reactie pentru cazul acetonei, vei studia viteza de reactie pentru d_6 -acetona. Observa ca, daca pentru acetona normala nu esti limitat la o anumita cantitate, in cazul acetonei deuterate vei primi numai 3,0 mL, intrucat este foarte scumpa. De aceea, orice cerere suplimentara de d_6 -acetona va fi penalizata cu un punct. **Atunci cand ai nevoie sa utilizezi acest reactiv, ridica mana si supraveghetorul din laborator va deschide o fiola pentru tine.** Reactiile derivatilor deuterati sunt, de regula, mai lente decat cele continand ^1H . Esti astfel avertizat ca va trebui sa folosesti conditii de reactie care sa conduca la reactii mai rapide atunci cand se lucreaza cu $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$.

Atunci cand termini experimentul:

- a) Goleste sticla de apa si aseaz-o impreuna cu alte echipamente neutilizate in cutia cu eticheta "Kit #1";
- b) Pune pipetele uzate si fiolele inchise in containerele speciale aflate la nisa;
- c) Utilizeaza containerul cu eticheta **Broken Glass Disposal** pentru a colecta fiolele utilizate.

Ai voie sa cureti locul de lucru dupa ce s-a dat comanda STOP.

Name:

Code: ROU

a. Noteaza datele pentru acetona $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, in tabelul de mai jos. *Nu e necesar sa completezi intregul tabel.*

Run #	Volum solutie HCl, mL	Volum H_2O , mL	Volum solutie I_3^- , mL	Volum $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, mL	Timp pentru disparitia I_3^- , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Noteaza rezultatele pentru experimentul cu d_6 -acetona, $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, in tabelul de mai jos. *Nu e necesar sa completezi intregul tabel.*

Run #	Volum solutie HCl, mL	Volum H_2O , mL	Volum solutie I_3^- , mL	Volum $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, mL	Timp pentru disparitia I_3^- , s
1d					
2d					
3d					
4d					

Name:

Code: ROU

c. Utilizează tabelele următoare pentru a calcula concentrațiile și vitezele medii pentru reacțiile pe care le-ai studiat. Se presupune că volumul pentru fiecare amestec de reacție este egal cu suma volumelor soluțiilor reactanților. **Nu este necesar să utilizezi toate experimentele tale în calcule, dar trebuie să indici care experiment sau experimente au fost utilizate în calcule prin bifarea casutei corespunzătoare din coloana din dreapta a tabelului.**

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

Nr. experiment	$[\text{H}^+]_{\text{initial}}$, M	$[\text{I}_3^-]_{\text{initial}}$, M	$[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]_{\text{initial}}$, M	Viteza medie de dispariție a I_3^- , M s^{-1}	Experiment utilizat în determinarea k_{H} ?	
					Da	Nu
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"/>

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

Nr. experiment	$[\text{H}^+]_{\text{initial}}$, M	$[\text{I}_3^-]_{\text{initial}}$, M	$[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]_{\text{initial}}$, M	Viteza medie de dispariție a I_3^- , M s^{-1}	Experiment utilizat în determinarea k_{D} ?	
					Da	Nu
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: ROU

d. Indica ordinul de reactie (numere intregi) in acetona, triiodura si ioni de hidrogen.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Calculeaza constanta de viteza, k_H , pentru reactia acetonei, $(CH_3)_2CO$, si indica unitatile in care se exprima.

$k_H =$

f. Calculeaza constanta de viteza, k_D , pentru reactia d_6 -acetonei, $(CD_3)_2CO$, si calculeaza valoarea raportului k_H/k_D (efectul izotopic al reactiei).

$k_D =$


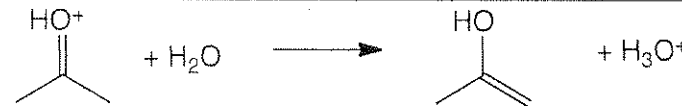

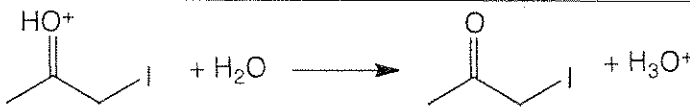
$k_H/k_D =$

Name:

Code: ROU

g. Din datele cinetice si ale efectului izotopic poti trage anumite concluzii privind mecanismul de reactie. Mai jos este prezentat un mecanism rezonabil pentru reactia de iodurare a acetonei. Una dintre etape este determinanta de viteza (*rate-determining step* (R.D.S.), cu toate celelalte etape precedente atingand rapid echilibrul care favorizeaza puternic reactantii.

In casuta din prima coloana din dreptul fiecarei etape marcheaza prin bifa (✓) daca ecuatia de viteza determinata experimental (rezultat d) este **in acord** cu acea etapa considerate ca fiind determinanta de viteza, si cu **X** daca ecuatia de viteza **nu este in acord** cu acea etapa determinanta de viteza. In casuta din a doua coloana marcheaza cu bifa (✓) daca *efectul izotopic* pe care l-ai *determinat experimental* (rezultat f) este **in acord** cu acea etapa considerata ca determinanta de viteza si cu **X** daca efectul izotopic determinat **nu este in acord** cu acea etapa considerata ca etapa determinanta de viteza.

	R.D.S. in acord cu ecuatia de viteza?	R.D.S. in acord cu efectul izotopic?
		
		
		
		

Instrucțiuni (Problema 2)

- Enunțul acestei probe are 13 pagini, incluzând foile de răspunsuri.
- Ai 15 minute pentru a citi aceasta broșura înainte de a începe experimentele.
- Ai la dispoziție **2 ore și 45 minute** pentru a realiza această problemă practică.
- Începe numai după ce s-a dat comanda **START**. Trebuie să oprești lucrul imediat ce s-a dat comanda **STOP**. O prelungire a lucrului cu 5 minute va determina anularea acestei probe practice. După ce s-a dat **comanda STOP** așteaptă **la locul tău în laborator**. Un supraveghetor va verifica locul tău de lucru. Pe masa ta de lucru, vei lăsa următoarele:
 - această broșură
 - o plăcuță TLC în punga de plastic cu fermoar, menționând codul tău
 - o fiolă cu eticheta "Product"

Această broșură trebuie să rămână la locul tău de lucru.

- Trebuie să respecti regulile de protecția muncii, așa cum sunt ele formulate de regulamentul IChO. În laborator trebuie să porți ochelari de protecție sau ochelarii tăi de protecție care ți-au fost prescrisi dacă au fost aprobate în prealabil. Trebuie să utilizezi mănuși de protecție atunci când manipulezi substanțe chimice.
- Vei primi numai **O SINGURĂ AVERTIZARE** de la supraveghetor dacă încalci regulile de protecție. La a doua ocazie vei fi eliminat din proba practică cu un rezultat de zero puncte la întreaga probă practică.
- Nu ezită să întrebi asistentul din laborator dacă ai întrebări referitoare la regulile de protecție sau dacă ai nevoie să ieși din sală.
- Ai voie să lucrezi numai în spațiul care ți-a fost alocat.
- Utilizează numai instrumentul de scris care ți-a fost dat și nu altceva pentru a scrie răspunsurile.
- Utilizează calculatorul care ți-a fost dat.
- Toate rezultatele trebuie scrise în spațiile alocate în foaia de răspunsuri. Orice altceva scris în alta parte nu va fi punctat. Utilizează spatele foilor pe post de ciorna.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Used Vials**" pentru a colecta fiolele cu soluții închise.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Liquid Waste**" pentru a colecta deșeurile lichide.
- Utilizează containerul cu eticheta "**Broken Glass Disposal**" pentru a colecta fiolele sparte.
- Chimicalele și materialele de laborator vor fi **reincarcate sau înlocuite** fără penalizare numai după primul incident. Fiecare alt incident va fi penalizat cu câte **un punct** din cele 40 de puncte alocate probei practice.
- O versiune oficială în limba engleză este disponibilă, la cerere, numai pentru clarificări.

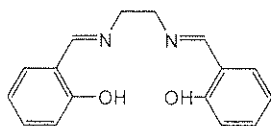
Chemicals and Equipment (Task 2)

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

	Risk Phrase ⁺	Safety Phrase ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1.0 g ^b in a vial	R36/37/38	S26S28AS37S37/39S45
Mn(OOCCH₃)₂ · 4H₂O , ~1.9 g ^b in a vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution , LiCl, 1M solution in ethanol, 12 mL in a bottle	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol , 70 mL in a bottle	R11	S7 S16
Acetone, (CH₃)₂CO , 100 mL in a bottle	R11R36R66R67	S9S16S26
(salen*)MnCl_x , ^c ~32 mL of a ~3.5 mg/mL ^b solution in a bottle		
KI ₃ , ~0.010 M solution in water, ^b 50 mL in a bottle, labeled "I ₂ ".		
Ascorbic Acid , ~0.030 M solution in water, ^b 20 mL in a bottle		
1% Starch , solution in water, 2 mL in a bottle		
TLC plate – one 5 cm × 10 cm silica gel strip in a plastic zipper bag		

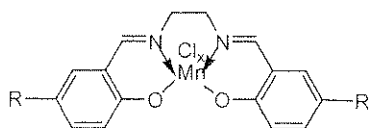
⁺ See page 15 for definition of Risk and Safety Phrases.

^a(salen)H₂:



^b The exact values indicated on the label.

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



Equipment**Common Use:** Balance

- Two **stands** with **clamps** located under hood labeled with your code
- One **hotplate stirrer**
- One **300 mm ruler**
- One **pencil**

Kit #2:

- Two **250 mL Erlenmeyer flasks** (one for synthesis, one for crystallization)
- One **graduated cylinder**, 50 mL
- One **20 mm long egg-shaped magnetic stirring bar**
- One **Hirsch funnel**
- **Filter paper** circles for Hirsch funnel and for TLC chamber
- One **125 mL suction flask for vacuum filtration**
- **Rubber adapter** for suction flask
- One **0.5 L plastic ice bath**
- One **glass rod**
- Two **1 mL plastic transfer pipettes** (see drawing in the right)
- One **plastic spatula**
- One empty **4 mL snap-cap vial** labeled "Product" for reaction product

**Kit #3:**

- Three empty **small screw-cap vials** (for TLC solutions)
- Ten **short capillary tubes (100 mm)** for TLC spotters
- One **watch glass** (for the TLC chamber)
- One **250 mL beaker** for TLC chamber

Kit #4:

- One assembled and ready to used **25 mL burette**
- One small **plastic funnel**
- Four **125 mL Erlenmeyer flasks**
- One **rubber bulb for pipettes**
- One **10 mL volumetric pipette**
- One **5 mL volumetric pipette**

Risk and Safety Phrases (Task 2)

R11 Highly flammable

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

R62 Possible risk of impaired fertility

R63 Possible risk of harm to the unborn child

R66 Repeated exposure may cause skin dryness or cracking

R67 Vapors may cause drowsiness and dizziness

S7 Keep container tightly closed

S9 Keep container in a well-ventilated place

S16 Keep away from sources of ignition

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

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

S37 Wear suitable gloves.

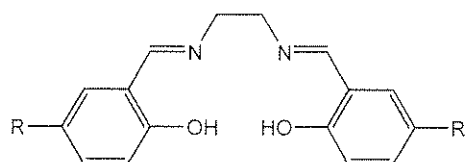
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

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

Problema 2**22% din Total****Sinteza unui complex mangan-salen și determinarea formulei produsului**

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

Complecșii metalelor tranzitionale din blocul de elemente $3d$ derivați de la bis-(saliciliden)-etilendiamină (salen) au fost dovediți a fi catalizatori eficienți pentru diferite reacții redox în sinteze organice.



(salen) H_2 , R = H

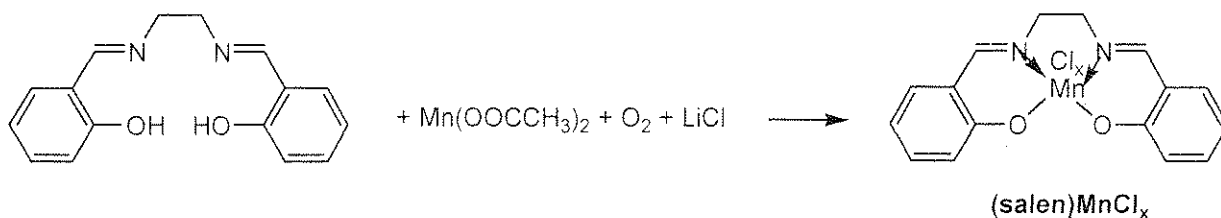
(salen*) H_2 , R = H, COOH, or SO_3H

Abilitatea ligandului salen de a stabiliza stări de oxidare înalte ale elementelor din blocul $3d$, este importantă în această chimie. În particular, compușii manganului în stări de oxidare de la +2 la +5 ar putea fi generați în funcție de condițiile de reacție când este preparat complexul mangan-salen. În această problemă ți se cere să prepari complexul mangan-salen prin reacția (salen) H_2 cu acetat de Mn(II) în etanol, în prezența aerului și a clorurii de litiu. În aceste condiții, trebuie să obții un complex cu formula (salen)MnCl $_x$, unde $x = 0, 1, 2$ sau 3.

Va trebui: i) să determini masa produsului, ii) să caracterizezi puritatea materialului preparat utilizând cromatografia în strat subțire (TLC) și iii) să determini starea de oxidare a metalului din complex utilizând o titrare redox iodometrică.

Pentru titrarea redox, vei primi o soluție a compusului tău, (salen*)MnCl $_x$, preparat analog, înainte, unde manganul are aceeași stare de oxidare ca în produs și în care substituentul R pe nucleul benzenic poate fi H, COOH, sau SO_3H .

Te rog, citește întreaga descriere a problemei și fă-ți un plan de lucru înainte de a începe. Unele operații trebuie să le realizezi în paralel astfel încât să termini la timp.

Mod de lucru:**A. Sinteza (salen)MnCl_x**

- 1) Pune de-o parte 2-3 cristale de (salen)H₂, într-un flacon mic, pentru a le folosi mai târziu în experientul de TLC.
- 2) Transferă proba primită precântărită de ~1,0 g de (salen)H₂ într-un pahar Erlenmeyer de 250 mL în care se află și bara de agitare. Combină reactivul cu 35 mL de etanol absolut.
- 3) Plasează paharul pe o plită de încălzire/agitare. Încălzește conținutul sub agitare constantă până la dizolvarea solidului (de obicei dizolvarea este completă când etanolul este aproape de punctul de fierbere). Apoi micșorează temperatura, menținând amestecul aproape, dar sub punctul de fierbere. Încălzește amestecul de reacție având grijă ca gâtul paharului să rămână rece. Dacă paharul este prea fierbinte pentru a-l ține cu mâinile, utilizează hârtie împăturită.
- 4) Îndepărtează paharul de pe plita încălzită și adaugă proba precântărită de ~1,9 g de Mn(OAc)₂·4H₂O. Va apărea o culoare brun închis. Introdu imediat paharul pe plită; continuă agitarea și încălzirea timp de 15 min. Încălzește amestecul de reacție având grijă ca gâtul paharului să rămână rece.
- 5) Îndepărtează paharul de pe plita încălzită și adaugă soluția 1 M de LiCl în etanol (12 mL, în exces). Reintrodu paharul pe plita încălzită; continuă încălzirea și agitarea încă 10 minute. Încălzește amestecul de reacție având grijă ca gâtul paharului să rămână rece.
- 6) După trecerea acestui timp scoate paharul de pe plită și introdu-l într-o baie de gheață pentru cristalizare, timp de 30 min. La fiecare 5 min, freacă ușor pereții paharului, în interior, cu bagheta de sticlă, sub nivelul lichidului, pentru a accelera cristalizarea (salen)MnCl_x. Primele cristale pot apărea imediat după răcire sau după o perioadă de 10-15 minute de la începerea răcirii.
- 7) Utilizează linia de vid aflată la nișă (robinetul corespunzător este etichetat "Vacuum") și filtrează la vid solidul cristalin format, utilizând o pâlnie mică Hirsch și o fiolă de filtrare. Utilizează o pipetă de transfer pentru a spăla solidul cu câteva picături de acetonă, fără a deconecta fiola de filtrare de la linia de vid, și lasă produsul obținut pe filtru (menținând vidul) pentru a se usca la aer 10-15 min.
- 8) Transferă produsul solid în flaconul precântărit și etichetat "Product", apoi determină-i și notează-i masa, m_p , în căsuța de mai jos. Notează, de asemenea, masa următorilor reactivi utilizați în sinteză: (salen)H₂, m_S , și Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} .
- 9) Introdu flaconul etichetat cu produsul obținut într-o pungă cu fermoar.

Name:

Code: ROU

Masa flaconului gol pentru produs: _____ g

Masa flaconului cu produsul uscat : _____ g

Masa produsului, m_p : _____ g

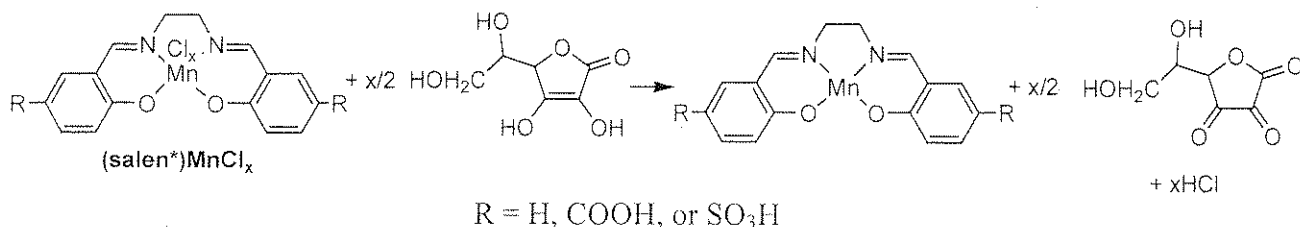
Masa $(\text{salen})\text{H}_2$ de pe eticheta flaconului (copiază de pe etichetă), m_S :
_____ g

Masa $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ de pe eticheta flaconului (copiază de pe etichetă), m_{Mn} :
_____ g

Name:

Code: ROU

B. Analiza volumetrică a unei probe primită de (salen*)MnCl_x



Utilizarea pereii de cauciuc

- 1) Atașază para de cauciuc la o pipetă
- 2) Strânge cu fermitate para de cauciuc
- 3) Apasă pe butonul cu săgeata orientată în sus pentru a trage soluție în pipeta atașată
- 4) Apasă pe butonul cu săgeata orientată în jos pentru a trece soluția din pipetă în paharul dorit

Notă: Pipetele și biureta sunt pregătite pentru utilizare și nu este necesar să fie conditionate.

- 1) Introdu 10,00 mL de soluție de (salen*)MnCl_x primită în paharul Erlenmeyer de 125 mL, utilizând pipeta volumetrică.
- 2) Adaugă, peste această soluție, 5,00 mL de soluție de acid ascorbic și amestecă bine. Lasă soluția în repaus 3-4 minute.
- 3) Pentru a evita oxidarea acidului ascorbic cu O₂ nu întârzia și titrează soluția imediat cu soluție de KI₃, utilizând 5 picături de soluție de amidon 1%, ca indicator. Punctul de echivalență albastru sau albastru-verzui trebuie să persiste cel puțin 30 de secunde.
- 4) Dacă ai timp, refă titrarea de 1-2 ori pentru a fi sigur(ă) de acuratețea titrării tale.

Scrie rezultatele experimentale ale titrării în tabelul de mai jos:

#	Volumul inițial de soluție de KI ₃ , citit pe biuretă, mL	Volumul final de soluție de KI ₃ , citit pe biuretă, mL	Volumul de soluție de KI ₃ consumat, mL
1			
2			
3			

Name:

Code: ROU

i. Indică volumul (selectat sau media) de soluție de KI_3 consumat, în mL, pe care l-ai utilizat pentru calcularea masei molare a (salen*) MnCl_x :

Volumul de soluție de KI_3 utilizat în calcule: _____ mL

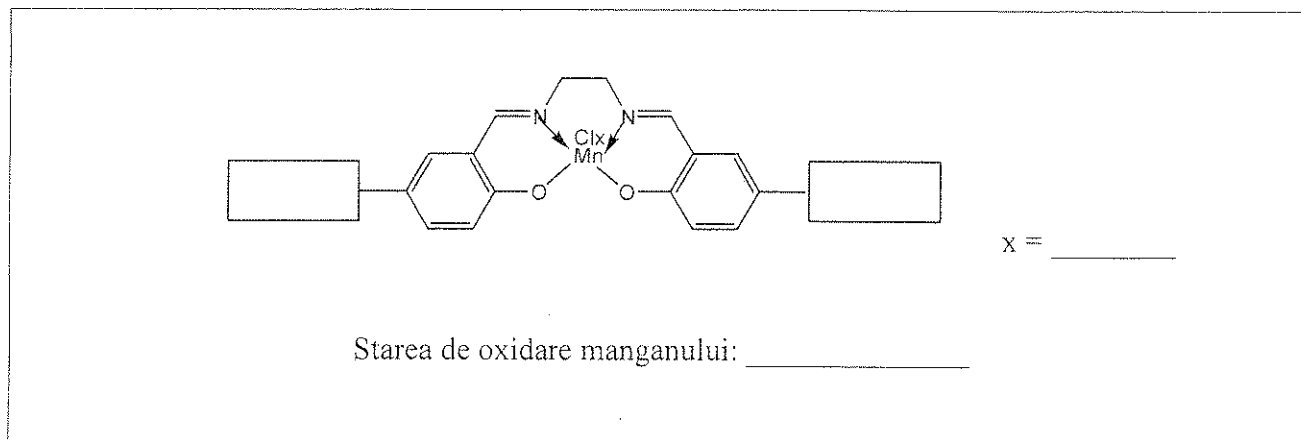
Concentrația de (salen*) MnCl_x (de pe eticheta sticlei): _____ mg/mL

Concentrația acidului ascorbic (de pe eticheta sticlei): _____ M

Name:

Code: ROU

ii. Plecând de la datele tale de titrare și folosind tabelul de mai jos, dedu starea de oxidare a manganului și identitatea substituentului din ligandul salen (R = H, COOH, SO₃H). Scrie-l în schema din tabelul de mai jos:



R	x	(Masa molară teoretică)/x, g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196

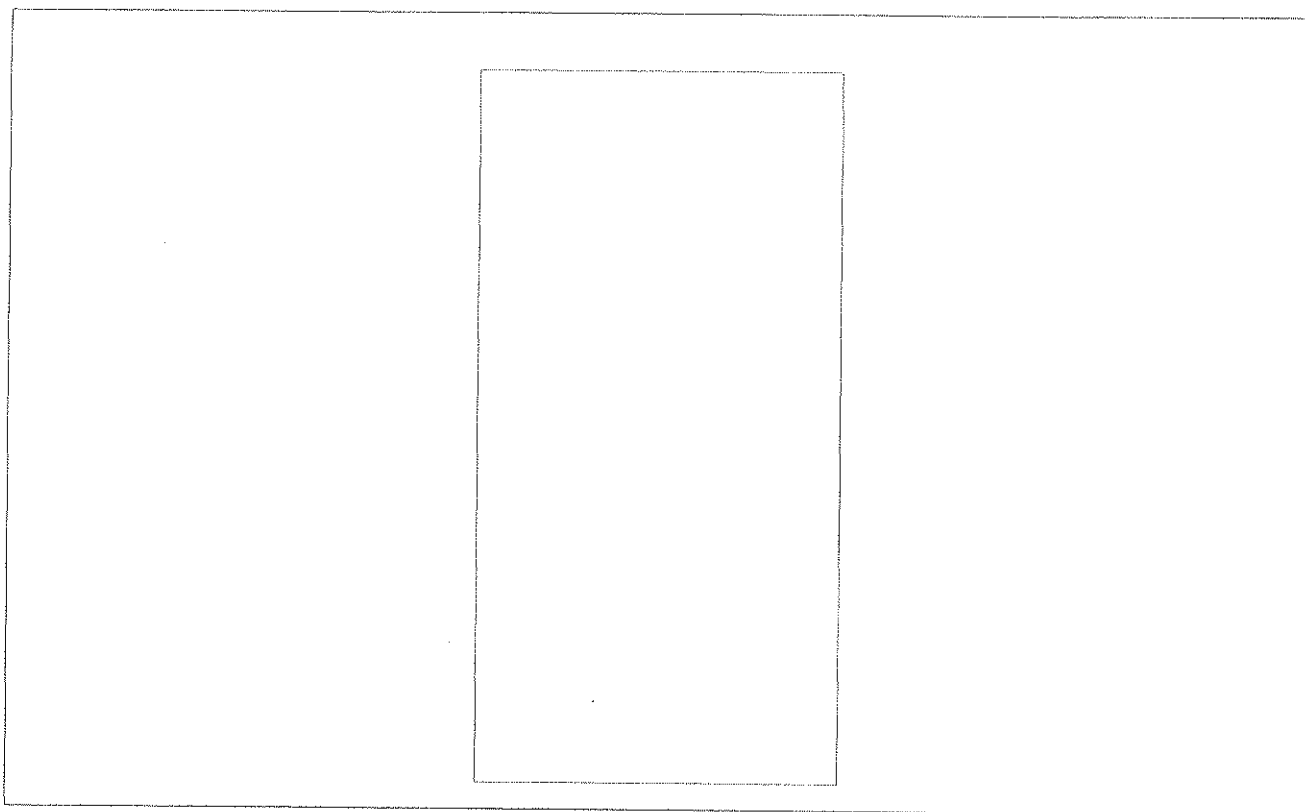
C. Caracterizarea (salen)MnCl_x prin TLC

- 1) Dizolvă câteva cristale de (salen)MnCl_x, preparat de tine, în câteva picături de etanol absolute, transferate cu ajutorul pipetei de plastic, utilizând un flacon mic.
- 2) Dizolvă câteva cristale de (salen)H₂ în câteva picături de etanol absolut, utilizând un alt flacon mic.
- 3) Dacă este necesar, utilizează foarfeca (disponibilă la asistentul de laborator, la cerere) pentru a ajusta plăcuța de TLC astfel încât să aibă o mărime potrivită pentru a intra în camera de dezvoltare.
- 4) Împătorește sau ajustează o hîrtie de filtru circulară și plasează-o în pahar astfel încât să acopere aproape în întregime înălțimea paharului. Aceasta este necesară pentru a satura camera de dezvoltare cu vapori de etanol. Adaugă etanol în pahar pentru a umezi filtrul și acoperă fundul vasului cu un strat de 3-4 mm de solvent. Acoperă paharul cu sticla de ceas.
- 5) Marchează linia de start.
- 6) Utilizând capilarele primite, spotulează plăcuța TLC, cu ambele soluții.
- 7) Lasă plăcuța TLC, în paharul acoperit cu sticla de ceas, 10-15 min.
- 8) Marchează frontul solventului, și de asemenea spoturile colorate de pe plăcuța TLC, utilizând un creion.
- 9) Usucă plăcuța TLC în aer și introdu-o înapoi în plăcuța cu fermoar.
- 10) Calculează R_f atât pentru (salen)H₂ cât și pentru (salen)MnCl_x.

Name:

Code: ROU

i. Desenează plăcuța TLC pe foaia de răspuns



ii. Determină și înregistrează valorile R_f pentru $(\text{salen})\text{H}_2$ și $(\text{salen})\text{MnCl}_x$

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

Când ai terminat de lucrat:

- Varsă reziduurile lichide în containerul marcat **Liquid Waste**.
- Introdu flacoanele utilizate în dispozitivul etichetat **Broken Glass Disposal**.
- Introdu sticlăria utilizată în cutiile etichetate "Kit #2", "Kit #3" and "Kit #4".