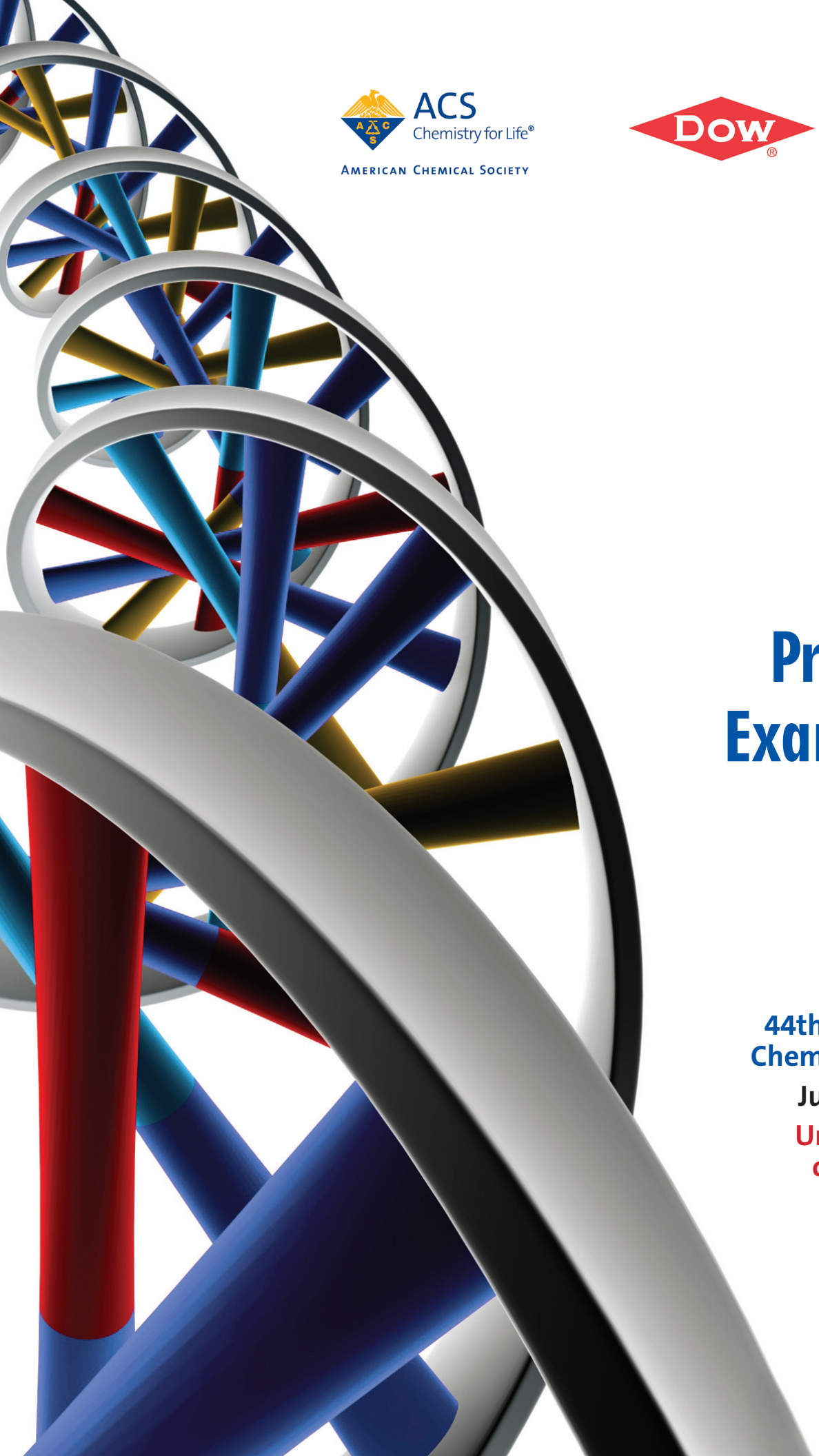


ACS Chemistry for Life®
American Chemical Society

DOW®

University of Maryland 1856

Washington, D.C. • USA
IChO 44
2012 International Chemistry Olympiad

Practical Examination

44th International Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States of America

Instructions (Task 1) التعليمات (التجربة 1)

- عدد صفحات اختبار التجربة العملية رقم 1 مع صفحات الإجابة (10) صفحات.
- لديك 15 دقيقة لقراءة هذه الصفحات قبل البدء بالتجارب.
- لديك **ساعتان وخمس عشرة دقيقة** لإنهاء **التجربة العملية رقم 1**.
- لاتبدأ العمل بالتجارب حتى تُعطى الأمر بالبدأ **START** . يجب التوقف فورا عند إعطاء إشارة **STOP** . أي تأخير عن التوقف بعد خمس دقائق يؤدي إلى إلغاء الاختبار العملي. بعد سماع إشارة **STOP** انتظر في مكانك في المختبر. سيقوم المشرف بفحص مكانك في المختبر. ويجب أن **تترك ما يلي على طاولتك المخبرية** :

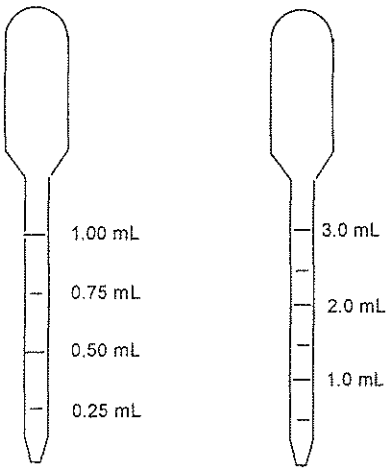
  كتيب الأسئلة والإجابات (أي هذه الأوراق).
- يُتوقع منك اتباع **قواعد الأمان المعملية** المعطاة ضمن تنظيم الأولمبياد الدولي للكيمياء. يجب عليك **وضع النظارات الواقية** في المختبر أو نظاراتك الطبية الخاصة إذا كانت معتمدة. ويمكنك استخدام **القفازات** عند تعاملك مع المواد الكيميائية.
- سوف تتلقى **تحذيرا واحداً** فقط من المشرف على المخبر عند مخالفتك لقواعد الأمان. وفي حال تكرار ذلك سيتم طردك من المختبر وستكون درجة الاختبار العملي الكلية صفراً .
- لا تتردد في سؤال المشرف إذا احتجت أي سؤال يتعلق بمبادئ الأمان أو إذا أردت مغادرة المختبر.
- يُسمح لك بالعمل في المكان المخصص لك فقط.
- استخدم القلم الذي تم تزويدك به فقط لكتابة الإجابة، ولا تستخدم قلم الرصاص .
- استخدم الآلة الحاسبة التي تم تزويدك بها فقط.
- يجب تدوين جميع النتائج في المساحة المخصصة لذلك في صفحات الإجابة. وأي إجابة مكتوبة في غير مكانها لن يتم تصحيحها. يمكن استخدام ظهر أوراق الإجابة كمسودة اذا احتجت لذلك.
- استعمل الحاوية المسماة " العبوات المستعملة" "**Used Vials**" للتخلص من العبوات الزجاجية الحاوية على بقايا محاليل التفاعل بعد غلقها بإحكام.
- استخدم الوعاء المدون عليه "**المخلفات السائلة**" "**Liquid waste**" للتخلص من نفايات المحاليل.
- استخدم الوعاء المدون عليه "**مخلفات الزجاج المكسور**" "**Broken glass disposal**" للتخلص من أجزاء الأنابيب في حال كسرها.
- سيجري إعادة تزويدك ببعض المواد الكيميائية والأدوات المخبرية بدون عقوبة عند حاجتك إليها عند أول طارئ فقط. وأي تكرار آخر لذلك سوف يؤدي إلى **حسم علامة واحدة** من علامات الامتحان العملي 40 .
- النسخة الانجليزية المعتمدة لهذا الامتحان متوفرة تحت الطلب إذا أردت أي توضيح أثناء الامتحان.

Chemicals and Equipment (Task 1)

الأدوات والمواد الكيميائية (التجربة 1):

الكيماويات (التسمية الفعلية لكل عبوة مكتوبة بخط غامق)

	عبارة الخطورة+	عبارة الأمان+
~2 M HCl,* solution in water, 50 mL in a bottle محلول مائي من **~2 M HCl**,* ، 50 mL في عبوة زجاجية	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI_3,* solution in water, 10 mL in a bottle, labeled "**I_2**". محلول مائي **~0.01 M** KI_3,* ، 10 mL في عبوة زجاجية مكتوب عليها "**I_2**".		
Acetone أسيتون, **$(CH_3)_2CO$**, M = 58.08 g mol^{-1}, density الكثافة= 0.791 g mL^{-1}, 10.0 mL in a vial الحجم في العبوة الزجاجية	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d_6, $(CD_3)_2CO$, M = 64.12 g mol^{-1}, الأسيتون المحتوي على النظير الديتيريوم Density الكثافة = 0.872 g mL^{-1}, 3.0 mL in a pre-scored ampule حجم المادة في العبوة المغلقة المغلفة 3.0 mL	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26



+انظر الصفحة 3 المتضمنه تعاريف الخطورة وعبارات الأمان

*القيمة الدقيقة للمولارية موضحة على العبوة، التركيز مكتوب قبل اسم المادة.

Equipment - Kit #1

الأدوات- تجهيزات # 1

- زجاجة مملوءة بالماء المقطر
- 15 عبوة سعة 20 mL ذات غطاء أخضر مبطن بالتفلون.
- 10 ممصات من البولي إيثيلن بسعة 1mL مدرجة بتدريجات دقيقة من 0.25 mL
- 10 ممصات من البولي إيثيلن بسعة 3mL مدرجة بتدريجات دقيقة من 0.5 mL
- ساعة ايقاف رقمية

Risk and Safety Phrases (Task 1)

عبارات الخطورة والأمان (تجربة 1):

R11 شديد الاشتعال
R34 يسبّب الحروق
R36 تتحسس العيون
R37 يسبب تحسس للجهاز التنفسي
R66 يمكن أن يحدث التعرض المتكرر لها جفاف أو تشقق للجلد
R67 الأبخرة قد تسبب إغماء ودوخة.

S9 احفظ الحاوية في مكان جيد التهوية
S16 احفظ بعيداً عن أي مصدر للاشتعال
S26 في حال التماس مع العيون، اغسل فوراً بكمية كبيرة من الماء واطلب استشارة طبية
S45 في حالة حصول حادث أو شعرت بأنك غير مرتاح، اطلب استشارة طبية فوراً.

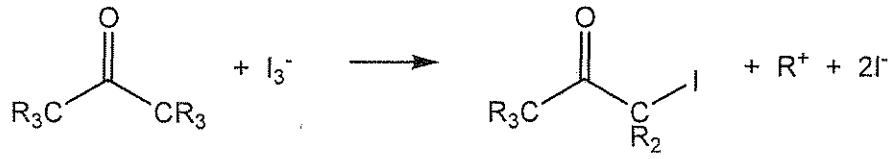
تجربة 1 18% من مجموع الدرجات

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

Kinetics, Isotope Effect, and Mechanism of Iodination of Acetone

حركية وتأثير النظير وميكانيكية تفاعل اليود مع الأسيتون (أيدنة الأسيتون)

تعتبر اكتشافات ميكانيكة التفاعلات الكيميائية ناتجة نتيجة التطورات في الحفز والتحضيرات. دراسة حركية التفاعل تعتبر أحدى أقوى وسائل التنبؤ بميكانيكة التفاعل, لأن الطرق التي يتغير بها معدل التفاعل تختلف بإختلاف ظروف التفاعل, وهذا التغير له ارتباط مباشر بميكانيكة التفاعل.الوسيلة القعالة الأخرى هي دراسة مستبدلات النظير في الجزيئات تظهر النظائر فعالية متماثلة, وهناك فرق بسيط في معدلات التفاعل كدالة في الكتلة النووية.
في هذه التجربة ستستخدم كلا الطريقتين, الحركية وتأثير النظير لتوفير معلومات عن تفاعل أيدنة الأسيتون في محلول مائي حمضي:



R = H or D

وقانون المعدل لهذا التفاعل:

$$\text{Rate} = k[\text{acetone}]^m[I_3^-]^n[H^+]^p$$

المطلوب منك تعيين ثابت سرعة التفاعل k ورتب التفاعل m, n, p ذات القيم العددية الصحيحة وليست كسرية. ستقارن أيضا فعالية الأسيتون (acetone) مع فعالية الأسيتون المستبدل به النظير الديتيريوم (acetone-d_6). حيث تم استبدال 6 ذرات البروتونيوم (^1H) بالديتيريوم (^2H, D) , لتحديد تأثير النظير (k_H/k_D) للتفاعل. من هذه المعلومات ستتمكن من الاستدلال على ميكانيكية هذا التفاعل.

فضلا إقرأ كامل الوصف لهذه التجربة وخطط لعملك قبل البدء

Procedure

الطريقة

معدلات التفاعل تعتمد على درجة الحرارة. سجل درجة حرارة المعمل (اسأل المشرف):

^oC

تعليمات استخدام ساعة الإيقاف الرقمية

1) اضغط زر [MODE] حتى تظهر علامة [COUNT UP]
2) لتبدأ حساب الزمن, اضغط زر[START/STOP]
3) لإيقاف حساب الزمن, اضغط مرة أخرى [START/STOP]
4) لمسح بيانات شاشة العرض والبدء من جديد, اضغط زر [CLEAR]

الطريقة العامة

قس حجم كل من حمض الهيدروكلوريك, الماء المقطر ومحلول ثالث يوديد البوتاسيوم (مكتوب على العبوة " I_2 ") الذي حددته لوضعه في وعاء التفاعل. التراكيز الإبتدائية للمواد في كل خليط التفاعل يجب ان تكون في المدى الموضح ادناه (لا تحتاج ان تعمل في كامل المدى الموضح, لكن قيمك يجب أن لا تتجاوز هذه الحدود):

$[H^+]$: بين 0.2 و 1.0 M

$[I_3^-]$: بين 0.0005 و 0.002 M

[acetone] : بين0.5 و 1.5 M

لبدء التفاعل, أضف الحجم المختار من الأسيتون للمحلول المحتوي على المواد الأخرى, وبسرعة أغلق أنبوبة التفاعل مع بدء ساعة الإيقاف فورا , ورج العبوة بقوة مرة واحدة, ثم ضعها جانبا على أرضية بيضاء. سجل حجوم المواد المستخدمة في الجدول المعطى في الجزء (a) عندما تجهز أو تبدأ التفاعل لا تمسك العبوة أدنى من مستوى المحلول الذي تحويه.

يمكن تتبع تقدم هذا التفاعل بملاحظة اختفاء اللون الأصفر-البني لأيون اليوديد الثلاثي. سجل الزمن اللازم لإختفاء اللون. عندما ينتهي التفاعل, ضع الأنبوبة جانبا, واتركها مغلقة حتى لا تعرض نفسك لأبخرة يوديد الأسيتون.

كرر التجربة عدة مرات كما ترغب بتراكيز مختلفة للمواد. سجل تراكيز المواد التي استخدمتها في الجدول الموضح في فقرة (c) أدناه. *ملاحظه هامة: غير تركيز مادة واحدة فقط في كل مرة.*

بإنتهائك من دراسة معدل تفاعل الأسيتون, يجب عليك الآن دراسة معدل تفاعل (acetone-d_6) . مع ملاحظة انه لديك حجم قدره 3mL فقط من (acetone-d_6) نظرا للتكلفه العالية للمادة (acetone-d_6). ولذلك عند طلبك للمزيد منه سيتم تزويدك به مع خصم درجة واحدة. **عندما تحتاج لإستخدام هذه المادة, ارفع يدك لمشرف المعمل ليفتح لك العبوة المغلقة التي تفتح وفق تعليمات خاصة.** عادة ما تكون سرعة تفاعلات المواد المستبدل بها البروتونيوم بالنظير الديتيريوم أبطأ من سرعة التفاعلات لنفس المادة المحتوية على البروتونيوم. ولذلك ننصحك بإختيار ظروف تزيد من سرعة التفاعل عندما تعمل بالمادة بالأسيتون المحتوي على النظير $(CD_3)_2CO$

عندما تنتهي من العمل:

a) افرغ قارورة الماء وضعها مع أي أدوات اخرى لم تستخدم في الصندوق المكتوب عليه (**Kit #1**)
b) ضع الماصات المستخدمة والعبوات المستخدمة مغلقة في الحاويات المخصصة أسفل خزائن الغازات.
c) استخدم الحاوية المكتوب عليها زجاج مكسور ونفايات (**Broken Glass Disposal**) للتخلص من اي أجزاء للأنابيب الفارغة.

يمكنك تنظيف مكانك بعد اعطاء اشارة التوقف عن العمل (STOP) .

a) سجل نتائجك بالنسبة للأسيتون (acetone, $(CH_3)_2CO$) في الجدول ادناه. *لا تحتاج لملئ كامل الجدول.*

رقم التجربة	حجم محلول HCl, mL	حجم H_2O, mL	حجم محلول I_3^-, mL	حجم $(CH_3)_2CO$, mL	زمن اختفاء I_3^-, S
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b) سجل نتائجك بالنسبة للأسيتون المحتوي على النظير (acetone-d_6, $(CD_3)_2CO$) في الجدول أدناه. *لا تحتاج لملئ كامل الجدول.*

رقم التجربة	حجم محلول HCl, mL	حجم H_2O, mL	حجم محلول I_3^-, mL	حجم $(CD_3)_2CO$, mL	زمن اختفاء I_3^-, S
1d					
2d					
3d					
4d					

c) استخدم الجداول التالية لحساب التراكيز ومتوسط معدلات التفاعلات التي قمت بدراستها. إفترض أن حجم كل خليط تفاعل مساو لمجموع حجوم المواد المستخدمة في نفس الخليط. **لا تحتاج أن تستخدم جميع تجاربك في حساباتك لإيجاد k (الأجزاء e و f) , لكن يجب عليك تحديد رقم أي تجربة أو تجارب (Run #) استخدمتها في حساباتك بوضع العلامة المناسبة في الخانة المخصصة في العمود الأيمن من الجدول أدناه**

$(CH_3)_2CO$:

رقم التجربة	التركيز الإبتدائي $[H^+]$, M	التركيز الإبتدائي $[I_3^-]$, M	التركيز الإبتدائي $[(CH_3)_2CO]$, M	متوسط معدل اختفاء I_3^-, $M\ s^{-1}$	التجربة المستخدمة في حساب k_H نعم Yes لا No
1					☐ ☐
2					☐ ☐
3					☐ ☐
4					☐ ☐
5					☐ ☐
6					☐ ☐
7					☐ ☐
8					☐ ☐

$(CD_3)_2CO$:

رقم التجربة	التركيز الإبتدائي $[H^+]$, M	التركيز الإبتدائي $[I_3^-]$, M	التركيز الإبتدائي $[(CD_3)_2CO]$, M	متوسط معدل اختفاء I_3^-, $M\ s^{-1}$	التجربة المستخدمة في حساب k_D نعم Yes لا No
1d					☐ ☐
2d					☐ ☐
3d					☐ ☐
4d					☐ ☐

d) اكتب رتبة التفاعل كعدد صحيح وليس كسر بالنسبة لكل من الأسيتون, اليوديد الثلاثي, وأيون الهيدروجين.

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

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

e) احسب ثابت سرعة التفاعل k_H لتفاعل الأسيتون, $(CH_3)_2CO$, مع توضيح الوحدات

k_H =

f) احسب ثابت سرعة التفاعل k_D لتفاعل الأسيتون المحتوي على النظير, acetone-d_6, $(CD_3)_2CO$, مع توضيح الوحدات واحسب قيمة k_H/k_D (تأثير النظير للتفاعل)

k_D =

k_H/k_D =

g) من البيانات الحركية وتأثير النظير يمكنك وضع تصور معين حول ميكانيكية التفاعل. موضح أدناه ميكانيكة مقترحة لأيدنة الأسيتون. أحد التفاعلات هو الخطوة المحددة لسرعة التفاعل (.R.D.S), وكل الخطوات أو التفاعلات السابقة لـ R.D.S تصل للتوازن بشكل سريع في اتجاه المتفاعلات.

في هذا الجدول وفي العمود الأول على يمين كل خطوة, وفي كل خانة ضع علامة (✔) اذا كان قانون سرعة التفاعل الذي استنتجته عمليا (الجزء **d**) **متوافق** مع كون هذه الخطوة محددة لسرعة التفاعل. وضع علامة (**X**) اذا كان قانون سرعة التفاعل الذي استنتجته عمليا **غير متوافق** مع كون هذه الخطوة محددة لسرعة التفاعل.

وفي العمود الثاني على يمين كل خطوة, وفي كل خانة ضع علامة (✔) اذا كان تأثير النظير المستنتج عمليا (الجزء **f**) **متوافق** مع كون هذه الخطوة محددة لسرعة التفاعل. وضع علامة (**X**) اذا كان تأثير النظير المستنتج عمليا **غير متوافق** مع كون هذه الخطوة محددة لسرعة التفاعل.

	(R.D.S) تتوافق مع قانون المعدل؟	(R.D.S) تتوافق مع تأثير النظير؟

التعليمات (تجربة 2)

- عدد صفحات اختبار التجربة العملية رقم 2 مع صفحات الإجابة وصفحة الجدول الدوري (13) صفحة.
- لديك 15 دقيقة لقراءة هذه الصفحات قبل البدء بالتجارب.
- لديك ساعتان وخمس وأربعون دقيقة لإنهاء التجربة العملية رقم 2. عند تخطيطك لإجراء هذه التجربة، خذ بعين الاعتبار أنّ إحدى المراحل تحتاج إلى 30 دقيقة.

- لاتبدأ العمل بالتجارب حتى تُعطى الأمر بالبدء **START** . يجب التوقف فورا عند إعطاء إشارة **STOP** . أي تأخير عن التوقف بعد خمس دقائق يؤدي إلى إلغاء الاختبار العملي. بعد سماع إشارة **STOP** انتظر في مكانك في المختبر. سيقوم المشرف بفحص مكانك في المختبر. ويجب أن **تترك ما يلي على طاولتك** :
  -كتيب الأسئلة والإجابات (أي هذه الأوراق).
  -شريحة TLC ضمن كيس مغلق
  -العبوة vial التي تحمل اسم "product" أي الناتج
- يُتوقع منك اتباع **قواعد الأمان المعملية** المعطاة ضمن تنظيم الأولمبياد الدولي للكيمياء. يجب عليك **وضع النظارات الواقية** في المختبر أو نظاراتك الطبية الخاصة إذا كانت معتمدة. ويمكنك استخدام **القفازات** عند تعاملك مع المواد الكيميائية.

- سوف تتلقى **تحذيرا واحداً** فقط من المشرف على المخبر عند مخالفتك لقواعد الأمان. وفي حال تكرار ذلك سيتم طردك من المختبر وستكون درجة الاختبار العملي الكلية صفراً .

- لا تتردد في سؤال المشرف إذا احتجت أي سؤال يتعلق بمبادئ الأمان أو إذا أردت مغادرة المختبر.

- يُسمح لك بالعمل في المكان المخصص لك فقط.

- استخدم القلم الذي تم تزويدك به فقط لكتابة الإجابة، ولا تستخدم قلم الرصاص .

- استخدم الآلة الحاسبة التي تم تزويدك بها فقط.

- يجب تدوين جميع النتائج في المساحة المخصصة لذلك في صفحات الإجابة. وأي إجابة مكتوبة في غير مكانها لن يتم تصحيحها. يمكن استخدام ظهر أوراق الإجابة كمسودة اذا احتجت لذلك.

- استخدم الوعاء المدون عليه "**المخلفات السائلة**" "**Liquid waste**" للتخلص من نفايات المحاليل.

- استخدم الوعاء المدون عليه "**مخلفات الزجاج المكسور**" **Broken glass disposal** للتخلص من أجزاء الأنابيب في حال كسرها.

- سيجري إعادة تزويدك ببعض المواد الكيميائية والأدوات المخبرية بدون عقوبة عند حاجتك إليها عند أول طارئ فقط. وأي تكرار آخر لذلك سوف يؤدي إلى **حسم علامة واحدة** من علامات الامتحان العملي 40 .
- النسخة الانجليزية المعتمدة لهذه التجربة متوفرة تحت الطلب إذا أردت أي توضيح .

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	1 1.00794 **H** 0.28																	2 4.00260 **He** 1.40
2	3 6.941 **Li**	4 9.01218 **Be**											5 10.811 **B** 0.89	6 12.011 **C** 0.77	7 14.0067 **N** 0.70	8 15.9994 **O** 0.66	9 18.9984 **F** 0.64	10 20.1797 **Ne** 1.50
3	11 22.9898 **Na**	12 24.3050 **Mg**											13 26.9815 **Al**	14 28.0855 **Si** 1.17	15 30.9738 **P** 1.10	16 32.066 **S** 1.04	17 35.4527 **Cl** 0.99	18 39.948 **Ar** 1.80
4	19 39.0983 **K**	20 40.078 **Ca**	21 44.9559 **Sc**	22 47.867 **Ti** 1.46	23 50.9415 **V** 1.33	24 51.9961 **Cr** 1.25	25 54.9381 **Mn** 1.37	26 55.845 **Fe** 1.24	27 58.9332 **Co** 1.25	28 58.6934 **Ni** 1.24	29 63.546 **Cu** 1.28	30 65.39 **Zn** 1.33	31 69.723 **Ga** 1.35	32 72.61 **Ge** 1.22	33 74.9216 **As** 1.20	34 78.96 **Se** 1.18	35 79.904 **Br** 1.14	36 83.80 **Kr** 1.90
5	37 85.4678 **Rb**	38 87.62 **Sr**	39 88.9059 **Y**	40 91.224 **Zr** 1.60	41 92.9064 **Nb** 1.43	42 95.94 **Mo** 1.37	43 (97.905) **Tc** 1.36	44 101.07 **Ru** 1.34	45 102.906 **Rh** 1.34	46 106.42 **Pd** 1.37	47 107.868 **Ag** 1.44	48 112.41 **Cd** 1.49	49 114.818 **In** 1.67	50 118.710 **Sn** 1.40	51 121.760 **Sb** 1.45	52 127.60 **Te** 1.37	53 126.904 **I** 1.33	54 131.29 **Xe** 2.10
6	55 132.905 **Cs**	56 137.327 **Ba**	57-71 **La-Lu**	72 178.49 **Hf** 1.59	73 180.948 **Ta** 1.43	74 183.84 **W** 1.37	75 186.207 **Re** 1.37	76 190.23 **Os** 1.35	77 192.217 **Ir** 1.36	78 195.08 **Pt** 1.38	79 196.967 **Au** 1.44	80 200.59 **Hg** 1.50	81 204.383 **Tl** 1.70	82 207.2 **Pb** 1.76	83 208.980 **Bi** 1.55	84 (208.98) **Po** 1.67	85 (209.99) **At**	86 (222.02) **Rn** 2.20
7	87 (223.02) **Fr**	88 (226.03) **Ra** 2.25	89-103 **Ac-Lr**	104 (261.11) **Rf**	105 (262.11) **Db**	106 (263.12) **Sg**	107 (262.12) **Bh**	108 (265) **Hs**	109 (266) **Mt**	110 (271) **Ds**	111 (272) **Rg**	112 (285) **Cn**	113 (284) **Uut**	114 (289) **Fl**	115 (288) **Uup**	116 (292) **Lv**	117 (294) **Uus**	118 (294) **UUo**

Atomic number → 1 1.00794 H 0.28 ← Atomic weight; Atomic symbol; Covalent radius, Å

57 138.906 **La** 1.87	58 140.115 **Ce** 1.83	59 140.908 **Pr** 1.82	60 144.24 **Nd** 1.81	61 (144.91) **Pm** 1.83	62 150.36 **Sm** 1.80	63 151.965 **Eu** 2.04	64 157.25 **Gd** 1.79	65 158.925 **Tb** 1.76	66 162.50 **Dy** 1.75	67 164.930 **Ho** 1.74	68 167.26 **Er** 1.73	69 168.934 **Tm** 1.72	70 173.04 **Yb** 1.94	71 174.04 **Lu** 1.72
89 (227.03) **Ac** 1.88	90 232.038 **Th** 1.80	91 231.036 **Pa** 1.56	92 238.029 **U** 1.38	93 (237.05) **Np** 1.55	94 (244.06) **Pu** 1.59	95 (243.06) **Am** 1.73	96 (247.07) **Cm** 1.74	97 (247.07) **Bk** 1.72	98 (251.08) **Cf** 1.99	99 (252.08) **Es** 2.03	100 (257.10) **Fm**	101 (258.10) **Md**	102 (259.1) **No**	103 (260.1) **Lr**

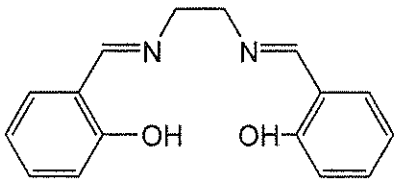
الأدوات والمواد الكيميائية (التجربة 2):

الكيماويات (التسمية الفعلية لكل عبوة مكتوبة بخط غامق)

	عبارة الخطورة[+]	عبارة الأمان[+]
(salen)H_2,[a] ~1.0 g[b] in a vial عبوة	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
$Mn(OOCCH_3)_2$ $4H_2O$, ~1.9 g[b] in a vial عبوة	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution, LiCl, 1M solution in ethanol, 12 mL in a bottle محلول من كلوريد الليثيوم في الإيثانول، بتركيز 1M في زجاجة 12mL	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol, 70 mL in a bottle ايثانول	R11	S7 S16
Acetone, **$(CH_3)_2CO$**, 100 mL in a bottle اسيتون	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)$MnCl_x$,[c] ~32 mL of a ~3.5 mg/mL[b] solution in a bottle محلول في زجاجة		
KI_3, ~0.010 M solution in water,[b] 50 mL in a bottle, labeled "**I_2**". "**I_2**". محلول KI_3 في زجاجة مكتوب عليها		
Ascorbic Acid, ~0.030 M solution in water,[b] 20 mL in a bottle حمض الأسكوربيك في زجاجة		
1% Starch, solution in water, 2 mL in a bottle 1% محلول النشا في الماء في زجاجة		
TLC plate – one 5 cm × 10 cm silica gel strip in a plastic zipper bag شريحة **TLC** في كيس مغلق		

[+]انظر إلى الصفحة 5 لتعريف عبارات الخطورة والأمان

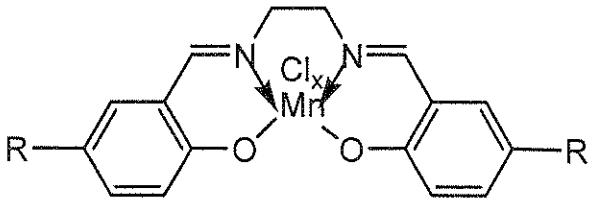
[a] (salen)H_2 سالين الهيدروجين:



[b] القيمة الدقيقة موضحة على التسمية الظاهرة على العبوة

(both R groups are equal and can be either H, or COOH or SO_3H):

[c] (salen*)$MnCl_x$ (كلا المجموعتين R متطابقتان ويمكن أن تكونا إما H ، أو COOH، أو SO_3H):



الأدوات

ميزان: استعمال مشترك

- حاملان مع ملاقط موجودان تحت خزانة للغازات وتحملان الرمز الخاص بك
- سخان كهربي ومحرك مغناطيسي
- مسطرة **300 mm**
- قلم رصاص واحد

Kit#2

- عدد 2 دورق مخروطي سعة 250mL (واحدة للتحضير والأخرى للتبلر)
- مخبار مدرج (50mL)
- محرك مغناطيس بيضوي بطول **20mm**
- قمع بوخنر (هيرش)
- أوراق ترشيح دائرية الشكل لاستخدامها في قمع بوخنر وفي حجرة الـ TLC
- دورق تفريغ للترشيح سعة 125mL
- وصلة مطاطية لوضعها على قمع بوخنر

- حمام بلاستيكي للثلج سعة 0.5L
- قضيب زجاجي
- ماصتان بلاستيكيتان طويلتان سعة **1mL**(انظر الشكل المرفق)
- ملعقة بلاستيكية
- عبوة vial ذات غطاء(يُسحب بالشد) سعة 4mL تحمل اسم "Product"

Kit#3

- ثلاث عبوات صغيرة فارغة (تُفتح بفتل الغطاء) وذلك لمحاليل الـ TLC
- عشر أنابيب شعرية قصيرة (100 mm) لتنقيط TLC
- زجاجة ساعة (للـ TLC)
- كأس سعة 250mL للـ TLC

Kit#4

- سحاحة سعة 25mL جاهزة للاستعمال موجودة في خزانة الغازات
- قمع بلاستيكي صغير
- 4 دوارق مخروطية سعة 125mL
- ضاغطة مطاطية لسحب المحاليل
- ماصة حجمية سعة 10mL
- ماصة حجمية سعة 5mL

عبارات الخطورة والأمان (التجربة الثانية):

R11 شديد الاشتعال
R36/37/38 يسبب تحسس العيون وجهاز التنفس والجلد
R62 خطورة محتملة لإعاقة الخصوبة
R63 خطورة محتملة لأذية الجنين
R66 التعرض المتكرر يمكن أن يؤدي إلى جفاف الجلد أو تشققه
R67 يمكن للأبخرة أن تسبب إغماء ودوخة.

S7 احفظ الحاوية مغلقة بإحكام
S9 احفظ الحاوية في مكان جيد التهوية
S16 احفظ بعيداً عن أي مصدر للاشتعال
S26 في حال التماس مع العيون، اغسل فوراً بكمية كبيرة من الماء واطلب استشارة طبية
S28 بعد التماس مع الجلد، اغسل مباشرة بكمية وافرة من الماء
S37 البس قفازات مناسبة
S37/39 البس قفازات مناسبة وقم بحماية العين والوجه
S45 في حالة حصول حادث أو شعرت بأنك غير مرتاح، اطلب استشارة طبية فوراً.

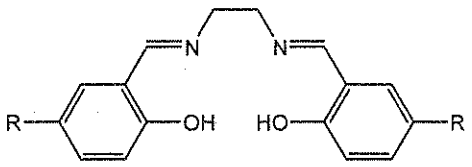
تجربة 2 22% من إجمالي الدرجة

Synthesis of a Salen Manganese Complex and Determining Formula of the Product

تحضير معقد سالين المنجنيز وتحديد صيغة الناتج

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

إن معقدات الفلزات الانتقالية لعناصر القطاع-3d المشتقة من متصلة (ligand) مثنى (سالسيليدين) اثيلين ثنائي امين (سالين) bis(salicylidene)ethylenediamine أثبتت أنها حوافز فعالة في تفاعلات الأكسدة والاختزال المختلفة في التحضيرات العضوية.



(salen)H_2, R = H

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

إن قابلية متصلة (ligand) السالين لتثبيت حالات الأكسدة المرتفعة لعناصر القطاع-3d تعتبر هامة في هذا المجال من الكيمياء. وبشكل خاص مركبات المنجنيز في حالات الأكسدة من 2+ إلى 5+ والتي يمكن توليدها اعتماداً على ظروف التفاعل عند تحضير معقد السالين. في هذه التجربة المطلوب منك تحضير معقد سالين عن طريق تفاعل (salen)H_2 مع خلات المنجنيز Mn(II) (Mn(II) acetate) في الإيثانول في الهواء بوجود كلوريد الليثيوم lithium chloride. تحت هذه الشروط يمكنك الحصول على معقد له الصيغة (salen)$MnCl_x$، حيث $x = 0, 1, 2, or 3$.

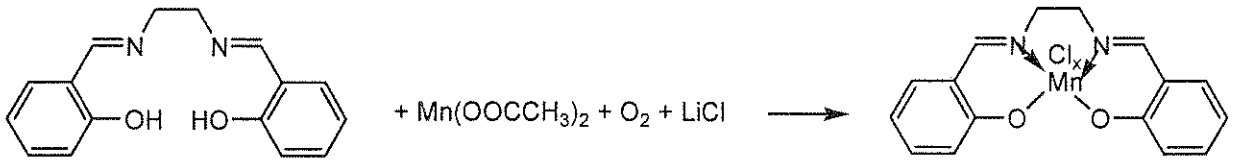
سوف تحتاج إلي : i) تحديد كتلة الناتج، ii) تقدير درجة نقاوة المادة المحضَرة باستخدام كروماتجرافي الطبقة- الرقيقة (TLC)، و iii) تعيين حالة الأكسدة للمعقد باستخدام معايرة الأكسدة والاختزال الأيوديومترية. لمعايرة الأكسدة والاختزال سوف يعطي لك محلول محضَر مسبقا مماثل للمركب الخاص بك، (salen*)$MnCl_x$ حيث قد يكون للمنجنيز نفس حالة الأكسدة للناتج ويكون المستبدل R على حلقة البنزن إما H أو COOH أوSO_3H.

فضلا إقرأ كامل الوصف لهذه التجربة وخطط لعملك قبل البدء. *حيث ان بعض العمليات يجب أن تنجز معا في نفس الوقت لإنهاء المطلوب منك في الوقت المحدّد للتجربة.*

Procedure:

طريقة العمل:

A. Synthesis of (salen)$MnCl_x$ أ . تحضير (salen)$MnCl_x$



(salen)$MnCl_x$

1) ضع 2-3 بلورات من (salen)H_2 في الأنبوبة الصغيرة لاستخدامها فيما بعد لتجربة TLC.
2) انقل العينة الموزونة مسبقاً □ 1.0-g من (salen)H_2 المعطاة لك الي دورق مخروطي (ارلنماير) سعة 250 mL مع وجود قضيب التحريك. اجمع الكاشف مع 35 mL من الايثانول المطلق.
3) ضع الدورق على جهاز التسخين ذو محرك مغناطيسي. سخن المحتويات مع تثبيت سرعة التحريك حتى يذوب الراسب (عادة، يكون الذوبان كاملاًعندما يكون الإيثانول قرب الغليان). بعد ذلك خفض مؤشر درجة الحرارة بحيث يكون الخليط قريب من درجة الغليان دون الوصول اليها. لاتقم بغلي المخلوط حتى يبقى عنق الدورق بارداً. في حال سخن الدورق ولاتستطيع امساكه بيدك، استخدم منشفة ورقية.
4) ارفع الدورق عن جهاز التسخين وأضف إلى محتوياته العينة الموزونة مسبقاً □ 1.9-g من $Mn(OAc)_2.4H_2O$. سيظهر لون بني غامق. أعد الدورق إلى جهاز التسخين فوراً، تابع التسخين والتحريك لمدة 15 دقيقة. لا تترك الخليط يغلي ليبقى عنق االدورق بارداً.
5) ارفع الدورق عن جهاز التسخين وأضف إلى محتوياته المحلول المعطى لك من 1M LiCl في الايثانول (12 mL، بكمية زائدة). أعد الدورق الى جهاز التسخين، تابع التسخين والتحريك لمدة 10 دقائق. لاتقم بغلي الخليط بحيث يبقى عنق الإناء بارداً.
6) بعد هذه الفترة الزمنية ارفع الدورق عن جهاز التسخين وضعه في حمام ثلجي لمدة 30 دقيقة لتتم عملية البلورة. قم بحك جدران الإناء من الداخل برفق وتحت مستوى السائل بقضيب زجاجي وذلك كل 5 دقائق لتسريع عملية تبلور السيلين. يمكن ان تبدأ البلورات في الظهور مباشرة أو بعد فترة زمنية تتراوح مابين 15-10 دقيقة.
7) استخدم خط التفريغ الهوائي الموجود داخل خزانة التهوية (مكتوب على الصمام "Vacuum") ورشح البلورات المتكونة بالتفريغ وذلك باستخدام القمع الصغير Hirsch funnel ودورق التفريغ. استخدم الماصة لغسل البلورات ببضع قطرات من الاسيتون دون فصل الدورق من خط التفريغ، واترك البلورات على قمع الترشيح (مع استمرار التفريغ) لمدة 15-10 دقيقة حتى يجف بالهواء.
8) انقل المادة الصلبة الناتجة في الأنبوبة الموزونة مسبقا والمكتوب عليها "Product"، ثم عيّن وسجل كتلتها، m_p في المربع أدناه. سجل أيضا كتلة المواد التالية المستخدمة في عملية التحضير (salen)H_2, m_S, و $Mn(OOCCH_3)_2{\cdot}4H_2O$, m_{Mn}.
9) ضع الأنبوبة المكتوب عليها product في الكيس المرفق وأغلقه بإحكام.

Mass of the empty vial for the product: _____ g
كتلة الزجاجة الفارغة للناتج

Mass of the vial with the dried product: _____ g
كتلة الزجاجة مع الناتج المجفف

Mass of the product, m_p: _____ g
m_p ،كتلة الناتج

Mass of (salen)H_2 from label on the vial (copy from the label), m_S:
m_s ،كتلة (salen)H_2 من الملصق الموجود على الزجاجة (انسخ الرقم من الملصق)

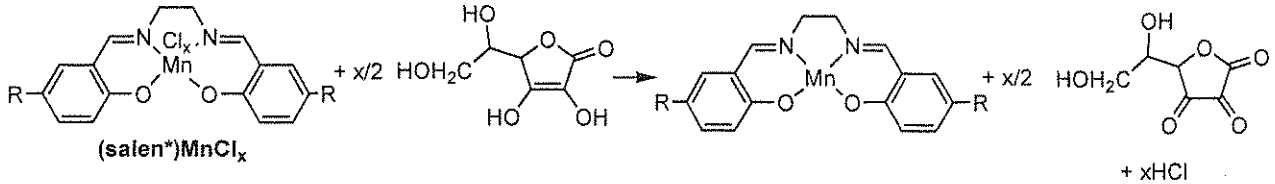
_____ g

Mass of $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ from label on the vial (copy from the label), m_{Mn}:
m_{Mn} ،كتلة $Mn(OOCCH_3)_2$ من الملصق الموجود على الزجاجة (انسخ الرقم من الملصق)

_____ g

B. Volumetric analysis of a sample of (salen*)$MnCl_x$ provided

ب. التحليل الحجمي للعينة المعطاة (salen*)$MnCl_x$.



R = H, COOH, or SO_3H

Using squeeze bulb

استخدام الضاغطة المطاطية

1) ضع الضاغطة المطاطية على الماصة
2) اضغط بقوة على الضاغطة المطاطية
3) اضغط على علامة السهم العلوي لسحب جزء من المحلول الى الماصة.
4) اضغط علامة السهم السفلي لإفراغ الماصة من المحلول.

ملاحظة: الماصات والسحاحة جاهزة للاستخدام ولا تحتاج لغسلها.

1) انقل 10.00 mL من محلول (salen*)$MnCl_x$ المعطى لك الى دورق مخروطي ارلنماير سعة 125 mL باستخدام ماصة حجمية.
2) أضف 5 mL من محلول حمض الاسكوربيك ascorbic acid الى هذا المحلول وامزجه جيدا. اترك المحلول لفترة 3-4 دقائق.
3) لتجنب أكسدة حمض الاسكروبيك بالأكسجين O_2 لاتتأخر وعاير المحلول مباشرة بمحلول KI_3 باستخدام 5 قطرات من 1% محلول النشا كدليل. نقطة نهاية المعايرة ذات اللون الأزرق أو الأزرق-المخضر يجب أن تبقى ثابتة اللون لمدة 30 ثانية على الأقل.
4) إذا كان لديك وقت كاف كرر المعايرة 2-1 للحصول على نتيجة أكثر دقة.

ضع نتائج معايرتك (معايراتك) في الجدول أدناه:

#	قراءة الحجم الإبتدائي لسحاحة محلول KI_3 mL	قراءة الحجم النهائي لسحاحة محلول KI_3 mL	حجم محلول KI_3 المستهلك, mL
1			
2			
3			

i) حدد الحجم الأفضل (المختار أو المتوسط) من محلول KI_3 المستهلك بـ mL والذي ستستخدمه في حسابات الكتلة المولية molar mass للمركب $MnCl_x$(salen*).

Volume of KI_3 solution used in calculations: _____ mL

حجم محلول KI_3 المستخدم في الحسابات

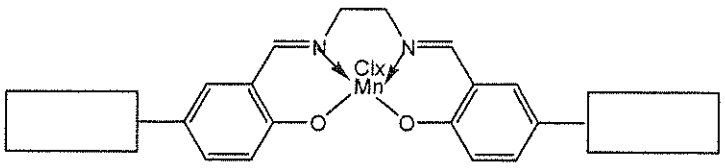
Concentration of (salen*)$MnCl_x$ (from label on the bottle): _____ mg/mL

تركيز (salen*)$MnCl_x$ (المكتوب على الزجاجة)

Concentration of ascorbic acid (from label on the bottle): _____ M

تركيز حمض الاسكوربيك (المكتوب على الزجاجة)

ii. من نتائج معايرتك وبالرجوع إلى الجدول أدناه استنتج قيمة x، ورقم الأكسدة للمنجنيز وعين المستبدل على متصلة (ليجاند) السالين (R = H, COOH, SO_3H). وضح ذلك في المكان المخصص أدناه:



x = _____

Manganese oxidation state: _____

رقم الأكسدة للمنجنيز

R	x	(Theoretical molar mass)/x, g/mol x /(الكتلة المولية النظرية) g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO_3H	1	517
SO_3H	2	276
SO_3H	3	196

C. TLC characterization of (salen)$MnCl_x$

ج. توصيف **(salen)$MnCl_x$** بطريقة **TLC**.

1) أذب بضع بلورات من (salen)$MnCl_x$ الذي قمت بتحضيره في عدة قطرات من الإيثانول المطلق مستخدماً الأنبوبة الصغيرة والماصة البلاستيكية.

2) أذب بضع بلورات من (salen)H_2 في عدة قطرات من الإيثانول المطلق باستخدام الأنبوبة الصغيرة الأخرى.

3) عند الحاجة يمكنك استخدام المقص (متوفرلدى المشرف عند الطلب) لضبط الارتفاع المناسب لشريحة TLC في الوعاء المخصص لذلك

4) اطو او قص ورقة ترشيح دائرية كبيرة، وضعها في الكأس لتأخذ تقريبا الارتفاع الكامل للكأس. وذلك مطلوب ليتشبع الوعاء ببخار الإيثانول. أضف الايثانول الى الكأس لترطيب ورقة الترشيح، واضف كمية من المذيب بحيث يكون ارتفاعه حوالي 3-4 mm من قاع الكأس. غط الكأس بزجاجة ساعة.

5) ضع علامة البداية.

6) باستخدام الأنابيب الشعرية المزودة ضع بقعة لكلا المحلولين على شريحة TLC.

7) قم بإجراء الـ TLC في الكأس المغطى بزجاجة الساعة لمدة دقيقة 15-10.

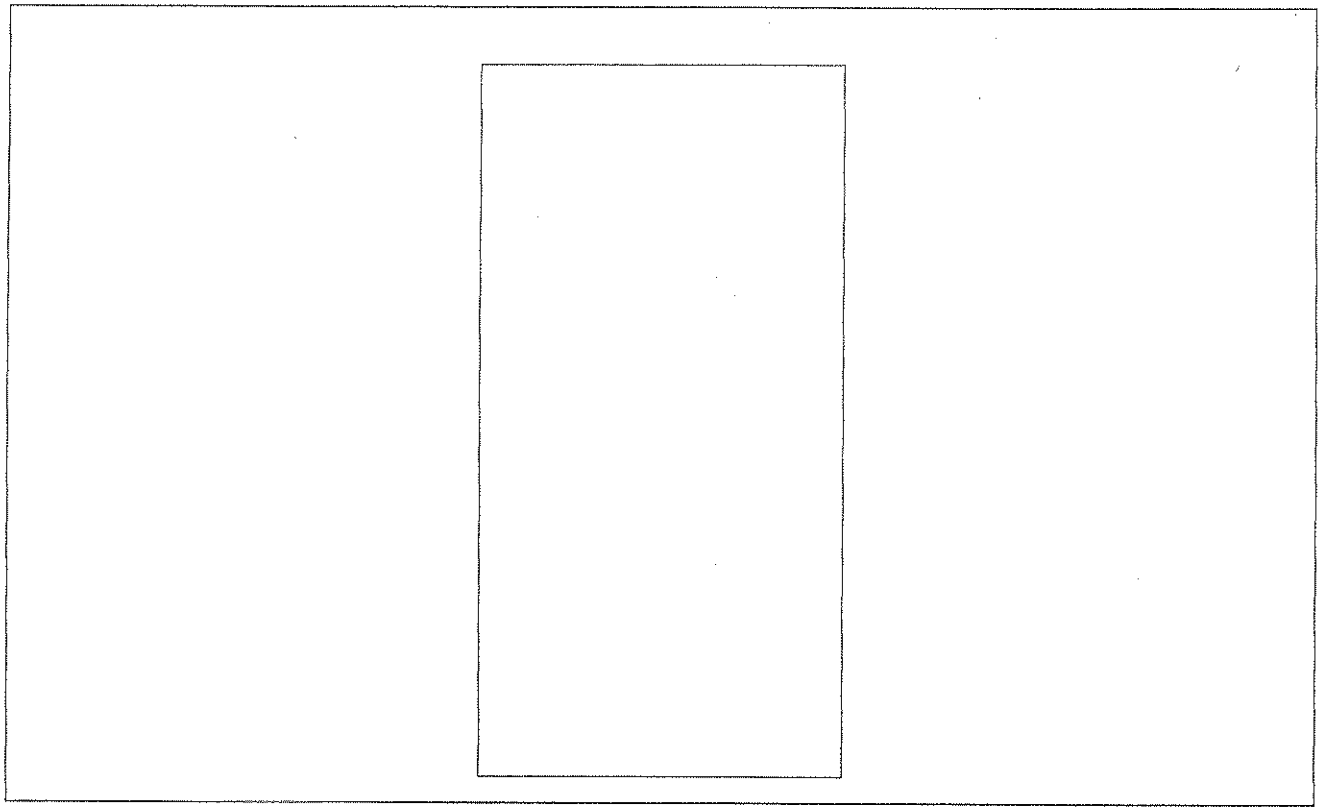
8) ضع علامة المذيب المتقدم وكذلك البقع الملونة على شريحة TLC باستخدام قلم الرصاص.

9) جفف شريحة TLC في الهواء ثم ضعها في الكيس البلاستيكي المخصص.

10) احسب قيمة R_f لكلا من (salen)H_2 و (salen)$MnCl_x$.

i. ارسم شريحة الـ TLC على ورقة إجابتك في الصفحة التالية.

. ارسم شريحة الـ TLC هنا



ii. حدد وسجل قيم R_f لكل من $(salen)H_2$ و $(salen)MnCl_x$.

R_f, $(salen)H_2$: _____

R_f, $(salen)MnCl_x$: _____

عندما تنتهي من عملك:

a) ضع المخلفات السائلة في الحاوية المكتوب عليها **Liquid Waste**.

b) ضع الأنابيب المستعملة في الحاوية المكتوب عليه **Broken Glass Disposal**.

c) أعد وضع الأوعية الزجاجية المستخدمة الى الصناديق المدون عليها "Kit #2", "Kit #3" and "Kit #4".