



Washington, D.C. • USA



# Practical Examination

44th International  
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States  
of America

# Instruktioner (Uppgift 1)

- Uppgift 1 består av **10** sidor samt svarshäfte.
- 15 minuter är avsatta för att läsa igenom provmaterialet före det praktiska provet börjar.
- Du har **2 timmar och 15 minuter** till uppgift 1.
- Du får inte börja med det praktiska provet förrän **START**-kommando ges. Du måste avsluta när **STOPP**-kommando ges. En överträdelse på 5 minuter leder till att hela det praktiska provet underkänns. **Vänta vid din labbplats** när **STOPP**-kommandot givits. En labbassistent kommer att inspektera din labbplats. Följande saker ska **ligga på din labbplats**:
  - Provhäfte med svarshäfte (detta häfte)
- Du förväntas följa **säkerhetsföreskrifterna** som finns angivna i IChO-stadgarna. Du måste alltid bära **skyddsglasögon** (eller dina egna om de är godkända) när du är på laboratoriet. Du kan behöva **skyddshandskar** när du hanterar vissa kemikalier.
- Du kan endast få **EN VARNING** om du bryter mot säkerhetsföreskrifterna. Om du får ytterligare en varning kommer du att få lämna laboratoriet och blir underkänd på hela det praktiska provet.
- Tveka inte att fråga labbassistenterna om du har frågor rörande säkerheten eller om du behöver gå på toaletten.
- Du får endast vara på din egen labbplats.
- Skriv med bläckpenna i svarshäftet (inte blyertspenna). Använd miniräknaren du har fått.
- Skriv dina svar på angiven plats i svarshäftet. Det som skrivs utanför kommer inte att rättas. Använd baksidorna om du behöver kladdpapper.
- Använd behållaren märkt "**Used Vials**" för dina tillslutna vialer som innehåller lösningar.
- Använd behållaren märkt "**Liquid Waste**" för kvarvarande lösningar.
- Använd behållaren märkt "**Broken Glass Disposal**" till glasrester.
- Nya kemikalier och ny labbutrustning kommer att tillhandahållas utan poängavdrag, vid första tillfället. Varje ny incident ger ett avdrag på **1 poäng** från de totala **40 poängen**.
- Vid förfrågan finns den officiella engelska version tillgänglig för att klargöra eventuella otydligheter.

## Kemikalier och utrustning (Uppgift 1)

**Kemikalier (märkningen som anges på varje flaska/kärl anges i fetstil, se nedan)**

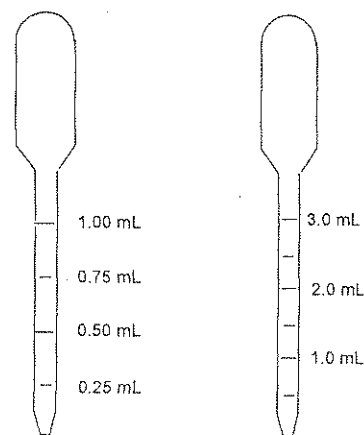
	Riskfras <sup>+</sup>	Säkerhetsfras <sup>+</sup>
~2 M HCl, * vattenlösning, 50 ml i en flaska	R34, R37	S26, S45
~0,01 M KI <sub>3</sub> , * vattenlösning, 10 ml i en flaska märkt "I <sub>2</sub> "		
Aceton, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 58,08 g mol <sup>-1</sup> , densitet = 0,791 g ml <sup>-1</sup> , 10,0 ml i en vial	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> , densitet = 0,872 g ml <sup>-1</sup> , 3,0 ml i en ampull	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>+</sup> Se sida 3 för definition av "Risk- och säkerhetsfraser".

\* Den exakta molariteten anges på etiketten, där koncentrationen anges före kemikalienamnet.

### Utrustning - Kit #1

- En glasflaska fylld med destillerat vatten.
- Femton stycken 20 ml vialer med skruvkorkar i teflon.
- Tio stycken 1 ml polyetenpipetter som är graderade i 0,25 ml intervall.
- Tio stycken 3 ml polyetenpipetter som är graderade i 0,50 ml intervall (se schematisk bild till höger).
- Ett digitalt stoppur.



## **Risk- och säkerhetsfraser (Uppgift 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

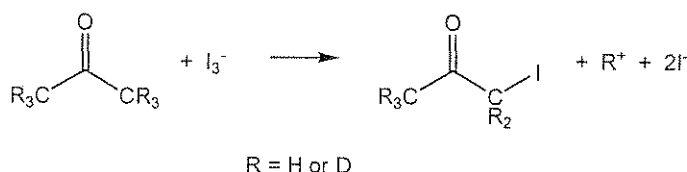
S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately

**Uppgift 1****18% av totalpoängen**

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

**Kinetik, isotopeffekt och mekanism för acetons reaktion med jod**

Vetenskapliga upptäckter som rör kemiska mekanismer har lett till nya framsteg inom katalys- och syntesforskningen. Att studera kemisk kinetik är det kraftfullaste sättet att fastställa kemiska reaktionsmekanismer eftersom reaktionshastigheten är direkt kopplad till mekanismen. En annan viktig metod att studera reaktionsmekanismer är att använda isotop-substituerade molekyler. Isotoper påverkar inte mekanismen utan påverkar bara reaktionshastigheten. Detta beror på den förändrade molmassan. I denna uppgift kommer du att studera kinetik och isotopeffekter för att få information om acetons reaktion med jod i sur vattenlösning.



Reaktionen som sker beskrivs av hastighetsuttrycket

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

där  $k$  är hastighetskonstanten,  $m$ ,  $n$  samt  $p$  är reaktionsordningar, vilka du ska bestämma. Du kommer även att jämföra reaktiviteten hos acetone i jämförelse med acetone- $d_6$ . I acetone- $d_6$  har de sex protiumatomerna ( $^1\text{H}$ ) ersatts med deuterium ( $^2\text{H}$ , D) för att kunna bestämma isotopeffekten ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ) för reaktionen. Utifrån dessa data kommer du att kunna dra logiska slutsatser om reaktionsmekanismen.

**Läs igenom hela uppgiften och planera ditt arbete noga innan du börjar!**

## Utförande

Reaktionshastigheten är temperaturberoende. Ange rumstemperaturen i laboratoriet där du arbetar (fråga assistenten).

°C

### Instruktion för att använda det digitala stoppuret

- (1) Tryck på [MODE] knappen tills COUNT UP visas på displayen.
- (2) Att starta tidtagningen: Tryck på [START/STOP] knappen.
- (3) Att stoppa tidtagningen: Tryck på [START/STOP] knappen.
- (4) Att nollställa tiden: Tryck på [CLEAR] knappen.

### Allmänt utförande

Mät noga de volymer av saltsyra, destillerat vatten och kaliumtrijodid-lösning (märkt "I<sub>2</sub>") som du väljer att överföra till reaktionskärlen.

De initiala koncentrationerna i reaktionsblandningen ska vara inom de koncentrationsintervall som anges nedan (du behöver dock inte hålla dig exakt inom intervallen men det får inte vara signifikant utanför).

[H<sup>+</sup>]: Mellan 0,2 och 1,0 M

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

[acetone]: Mellan 0,5 och 1,5 M

För att starta reaktionen tillsätter du den valda volymen acetone till en blandning av de andra reaktanterna. Sätt snabbt på locket till vialen, starta stoppuret och skaka reaktionsblandningen kraftigt en gång. Ställ sedan vialen mot en vit bakgrund. Ange i tabellen (a) de volymer du använder av reaktanterna.

När du förbereder och gör ett reaktionsförsök se till att inte hålla om eller vidröra vialens vätskedel. Reaktionens fortskridande bedöms visuellt genom att du observerar försvinnandet av den gul-bruna färgen hos trijodidjonen. Notera och anteckna tiden för färgens försvinnande hos reaktionsblandningen.

Namn:

Kod: SWE

Ställ undan vialen när reaktion är fullständig och låt den vara förseglad så att du inte exponeras av jodacetonångor.

Upprepa försöket med olika reaktantkoncentrationer. Ange valda koncentrationer i tabellen (c) nedan. *Ledtråd: Ändra endast koncentration hos ett ämne i taget vid varje försök.*

Direkt efter du har undersökt reaktionen med aceton ska du studera reaktionshastigheten hos aceton- $d_6$ . Notera att du fick relativt gott om ”vanlig” aceton men att du nu endast får 3,0 ml aceton- $d_6$ , beroende på det höga priset. Poängavdrag (en poäng) kommer att ges om du behöver mer aceton- $d_6$ .

**Säg till när du behöver aceton- $d_6$ . Assistenten kommer då och öppnar ampullen åt dig.**

Reaktionen hos deuterium-substituerade föreningar är i allmänhet långsammare än protium-substituerade föreningar. Du måste därför välja reaktionsbetingelser som främjar en snabbare reaktion när du arbetar med  $(CD_3)_2CO$ .

När du är klar med försöken gör du följande:

- Töm vattenflaskan och placera den i lådan märkt “Kit #1”.
- Lägg använda pipetter och använda förslutna vialer i anvisad behållare under dragskåpet.
- Använd glasskrossen märkt “**Broken Glass Disposal**” när du slänger glasampullen.

Efter STOPP- kommandot kommer du att få städa din laborationsplats.

Namn:

Kod: SWE

a. Ange dina resultat för aceton,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , i tabellen nedan. *Du behöver dock inte göra alla försök som anges i tabellen.*

Försök #	Volym HCl-lösning, ml	Volym $\text{H}_2\text{O}$ , ml	Volym $\text{I}_3^-$ -lösning, ml	Volym $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , ml	Tid för försvinnandet av $\text{I}_3^-$ , sek
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Ange dina resultat för aceton- $d_6$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , i tabellen nedan. *Du behöver dock inte göra alla försök som anges i tabellen.*

Försök #	Volym HCl-lösning, ml	Volym $\text{H}_2\text{O}$ , ml	Volym $\text{I}_3^-$ -lösning, ml	Volym $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , ml	Tid för försvinnandet av $\text{I}_3^-$ , sek
1d					
2d					
3d					
4d					



Namn:

Kod: SWE

c. Använd följande tabeller för att ange koncentrationer och beräknade medelreaktionshastigheter för reaktionerna du studerat. Anta att totalvolymen hos reaktionsblandningen är samma som summan av de individuella volymerna. **Du behöver inte använda alla försöksdata vid beräkning av  $k$  (del (e) och (f)) men du måste ange vilket/vilka försök du använder genom att markera ja/nej alternativet i den högra kolumnen.**

**(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO:**

Försök #	Initial konc. [H <sup>+</sup> ], M	Initial konc. [I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M	Initial konc. [(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M	Medelreaktionshastigheten för försvinnandet av I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , M s <sup>-1</sup>	Försök som använts för beräkning av $k_H$ ?	
					Ja	Nej
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<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO:**

Försök #	Initial konc. [H <sup>+</sup> ], M	Initial konc. [I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M	Initial konc. [(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M	Medelreaktionshastigheten för försvinnandet av I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , M s <sup>-1</sup>	Försök som använts för beräkning av $k_D$ ?	
					Ja	Nej
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"/>

Namn: .

Kod: SWE

d. Ange reaktionsordningen för aceton, trijodidjoner och vätejoner.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Beräkna hastighetskonstanten  $k_H$  för reaktionen med aceton,  $(CH_3)_2CO$ , och ange enhet.

$k_H =$

f. Beräkna hastighetskonstanten  $k_D$  för reaktionen med aceton- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , och beräkna kvoten  $k_H/k_D$  (reaktionens isotopeffekt).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Namn:

Kod: SWE

**g.** Utifrån kinetiken och isotopeffekten kan man dra vissa slutsatser om reaktionens mekanism.

Nedan visas ett förslag på reaktionsmekanism för jods reaktion med aceton. Reaktionerna som beskriver det hastighetsbestämmande steget (H.B.S.) föregås av reaktioner som är snabba jämvikter och starkt förskjutna åt vänster mot reaktanterna.

Markera med en bock (✓) i den första tomma kolumnen för alla reaktionssteg som kan vara det hastighetsbestämmande steget (H.B.S), som **stämmer** med det *experimentellt bestämda hastighetsuttrycket* (del **(d)**). Markera med ett kryss (X) i kolumnen för alla reaktionssteg om det föreslagna hastighetsbestämmande steget **inte stämmer** med det *experimentellt bestämda hastighetsuttrycket*.

Markera med en bock (✓) i den andra tomma kolumnen för alla reaktionssteg som kan vara det hastighetsbestämmande steget som **stämmer** med den *experimentellt bestämda isotopeffekten* (del **(f)**). Markera med ett kryss (X) i kolumnen för alla reaktionssteg om det föreslagna hastighetsbestämmande steget **inte stämmer** med din *experimentellt bestämda isotopeffekt*.

	H.B.S. som beskriver hastighetsuttrycket?	H.B.S. som beskriver isotopeffekten?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

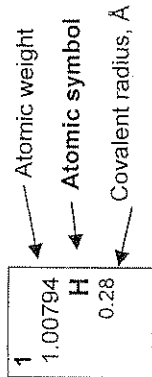
# Instruktioner (Uppgift 2)

- Detta provmaterial innehåller **13** sidor inklusive svarsblankett.
- 15 minuter är avsatta för att läsa igenom provhäftet innan det praktiska provet börjar.
- Du har **2 timmar och 45 minuter** på dig för att utföra **Uppgift 2**. När du planerar denna uppgift tänk då på att ett av stegen i laborationen tar 30 minuter.
- Du får endast börja med det praktiska provet när **START**-kommando ges. Du måste avsluta när **STOPP**-kommando ges. En överträdelse på 5 minuter leder till att hela det praktiska provet underkänns. Vänta vid din labbplats när **STOPP**-kommandot givits. En labbassistent kommer att inspektera din labbplats. Följande saker ska ligga på din labbplats:
  - Provhäfte med svarshäfte (detta häfte)
  - 1 TLC platta i zip-påse märkt med din studentkod
  - vial uppmärkt med "Product"
- Du förväntas följa **säkerhetsföreskrifterna** som finns angivna i IChO-stadgarna. Du måste alltid bära **skyddsglasögon** (eller dina egna om de är godkända) när du är på laboratoriet. Använd alltid pipettfyllaren (peleusbollen). Du kan behöva **skyddshandskar** när du hanterar vissa kemikalier.
- Du kan få **EN VARNING** om du bryter mot säkerhetsföreskrifterna. Om du får ytterligare en varning kommer du att få lämna laboratoriet och blir underkänd på hela det praktiska provet.
- Tveka inte att fråga labbassistenterna om du har frågor rörande säkerheten eller om du behöver gå på toaletten.
- Du får endast vara på din egen labbplats.
- Skriv med bläckpenna i svarshäftet (inte blyertspenna). Använd miniräknaren du har fått.
- Skriv dina svar på angiven plats i svarshäftet. Det som skrivs utanför kommer inte att rättas. Använd baksidorna om du behöver kladdpapper.
- Använd **behållaren** märkt "**Broken Glass Disposal**" för dina använda vialer.
- Använd **behållaren** märkt "**Liquid Waste**" för att hälla ut dina överblivna lösningar.
- Nya kemikalier och ny labbutrustning kommer att tillhandahållas utan poängavdrag, vid första tillfället. Varje ny incident ger ett avdrag på **1 poäng** från de totala **40 poängen**.
- Vid förfrågan finns den officiella engelska version tillgänglig för att klargöra eventuella otydligheter.

Namn:

Kod: SWE

1	1.00794 H 0.28	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	1.00794 H 0.28	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	5	6	7	8	9	10
2	6.941 Li	4	9.01218 Be	12	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	
3	22.9898 Na	11	24.3050 Mg	19	39.0983 K	40	40.078 Ca	38	87.62 Sr	37	85.4678 Rb	55	132.905 Cs	87	(223.02) Fr	2.25		
4	39.0983 K	20	40.078 Ca	39	88.9059 Y	38	87.62 Sr	37	85.4678 Rb	55	132.905 Cs	87	(223.02) Fr	2.25				
5	85.4678 Rb	38	87.62 Sr	37	85.4678 Rb	55	132.905 Cs	87	(223.02) Fr	2.25								
6	132.905 Cs	56	137.327 Ba	88	89-103 Ac-Lr	226.03 Ra	2.25											
7	(223.02) Fr	87	(226.03) Ra	2.25														



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

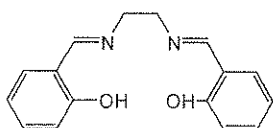
## Kemikalier och utrustning (Uppgift 2)

Kemikalier och material (Det som står på etiketter är markerat med fetstil)

	Riskfras <sup>+</sup>	Säkerhetsfras <sup>+</sup>
<b>(salen)H<sub>2</sub></b> , <sup>a</sup> ~1,0 g <sup>b</sup> i en vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
<b>Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 4H<sub>2</sub>O</b> , ~1,9 g <sup>b</sup> i en vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
<b>Lithium chloride solution</b> , LiCl, 1 M lösning i etanol, 12 ml(cm <sup>3</sup> ) i en flaska	R11 R36/38	S9 S16 S26
<b>Ethanol</b> , 70 ml i en flaska	R11	S7 S16
Aceton, <b>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b> , 100 ml i en flaska	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
<b>(salen*)MnCl<sub>x</sub></b> , <sup>c</sup> ~32 ml ~3,5 mg/ml <sup>b</sup> lösning i en flaska		
KI <sub>3</sub> , ~0,010 M vattenlösning, <sup>b</sup> 50 ml i en flaska, märkt "I <sub>2</sub> ".		
<b>Ascorbic Acid</b> , ~0,030 M vattenlösning, <sup>b</sup> 20 ml i en flaska		
<b>1% Starch</b> , vattenlösning, 2 ml i en flaska		
<b>TLC plate</b> – 5 cm × 10 cm i en plastpåse med zipförslutning		

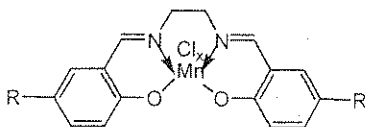
<sup>+</sup> Se sidan 14 för definition av risk- och säkerhetsfraser.

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



<sup>b</sup> Det exakta värdet står på etiketten.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (båda R-grupperna är lika och kan vara antingen H, eller COOH eller SO<sub>3</sub>H):



**Utrustning****Allmänt: Våg**

- Två **stativ** med **hållare** som finns i dragskåp markerat med din kod
- En **värmeplatta** med **magnetomrörare**
- En **300 mm linjal**
- En **blyertspenna**

**Kit #2:**

- Två **250 ml E-kolvar** (en för syntes, en för kristallisation)
- En **mätkolv**, 50 ml
- En **20 mm lång ägg-formad magnet**
- En **Hirschtratt**
- **Runda filterpapper** till Hirschtratt samt till TLC-kammaren
- En **125 ml sugkolv för vacuumfiltrering**
- **gummimanschett** till sugkolv
- En **0,5 l plastlåda till isbad**
- en **glasstav**
- Två **1 ml plastpipetter** (se bild till höger)
- En **plast-spatel**
- En **tom 4 ml vial med snäpplock** märkt "Product" till reaktionsprodukten

**Kit #3:**

- Tre tomma **små vialer med skruvkork** (för TLC-lösning)
- Tio **korta kapillärrör (100 mm)** för applicering av prov på TLC-platta
- Ett **urglas** (för TLC-kammaren)
- En **250 ml bägare** som används som TLC-kammare

**Kit #4:**

- En uppmonterad **25 ml byrett** färdig att användas
- En liten **plasttratt**
- Fyra **125 ml E-kolvar**
- En **peleusboll**
- En **10 ml mätpipett**
- En **5 ml mätpipett**

**Risk- och säkerhetsfraser (Uppgift 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.

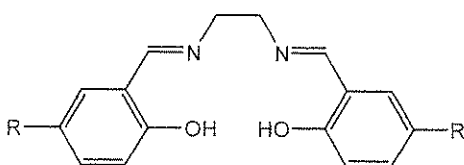
S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately



**Uppgift 2****22% av totalpoängen****Syntes av ett salen-mangankomplex och bestämning av produktens molekylformel**

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

Komplex baserade på övergångsmetaller från grundämnen i period 3d och bis(salicylidene)ethylenediamine (salen) som ligand, har visat sig vara effektiva katalysatorer för olika redoxreaktioner inom organisk syntes.



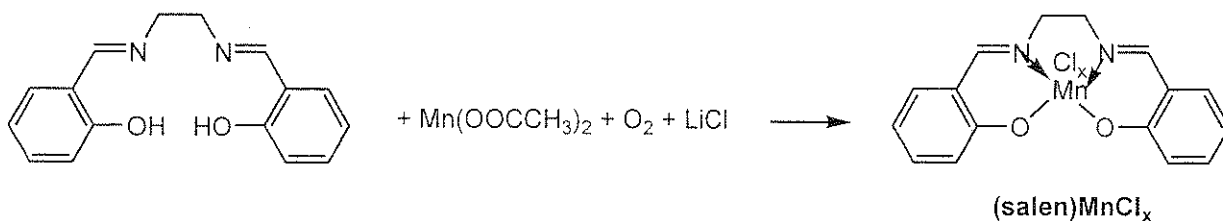
(salen)H<sub>2</sub>, R = H

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

Salen kan stabilisera högre oxidationstal hos 3d-gruppens grundämnen. Beroende av reaktionsförhållanden kan manganföreningar med oxidationstal från +2 till +5 bildas när mangan-salen-komplex framställs. I denna uppgift ska du framställa ett mangan-salen-komplex genom att reagera (salen)H<sub>2</sub> med Mn(II)acetat i etanol, och i luft, med närvaro av litiumklorid. Vid dessa förhållanden finns det möjlighet att framställa ett komplex med formeln (salen)MnCl<sub>x</sub>, där x = 0, 1, 2, eller 3.

Du kommer att behöva göra följande: i) bestämma produktens massa, ii) bestämma renheten hos produkten med TLC, och iii) bestämma metalljonens oxidationstal med jodometrisk titrering. Till redoxtitreringen, kommer du att få en redan framställd lösning av din förening, (salen\*)MnCl<sub>x</sub>, där mangan har samma oxidationstal som produkten och där R-substituenten på bensenringen kan vara antingen H, COOH, eller SO<sub>3</sub>H.

*Läs hela instruktionen innan du börjar. Se till att planera ditt arbete. En del moment kan utföras parallellt.*

**Utförande:****A. Syntes av (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Ta ut 2-3 kristaller av (salen)H<sub>2</sub> och lägg i en liten vial för senare användning vid TLC-analysen.
- 2) Överför det förvägda ~1,0 g provet av (salen)H<sub>2</sub> till en 250 ml E-kolv tillsammans med en omrörarmagnet. Tillsätt 35 ml etanol.
- 3) Ställ E-kolven på magnetomröraren med värmeplatta. Upphetta innehållet under omrörning tills allt fast ämne lösts upp, (normalt brukar allt vara löst när etanolen börjar koka). Sänk då temperaturen så att blandningen hålls precis under kokning. På detta sätt blir inte E-kolven för varm. Om E-kolven ändå blir för varm i halsen då du ska ta i den, använd en vikt pappershandduk.
- 4) Flytta E-kolven från värmeplattan och tillsätt ~1,9 g av Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O. En mörkbrun färg framträder. Ställ tillbaka E-kolven direkt på värmeplattan; fortsätt värma blandningen under omrörning i ytterligare 15 min. Låt inte blandningen stormkoka så att E-kolven blir för varm.
- 5) Flytta E-kolven från värmeplattan och tillsätt 1 M LiCl i etanol (12 ml, ett överskott). Ställ tillbaka E-kolven på värmeplattan; fortsätt värma blandningen under omrörning i ytterligare 10 min. Låt inte blandningen stormkoka för att undvika att E-kolven blir för varm.
- 6) Efter detta flyttas E-kolven från värmeplattan och placeras i ett isbad för kristallisation i 30 min. Var 5:e minut kan du försiktigt skrapa på flaskväggens insida under vätskeytan med en glasstav för att påskynda kristallisationen av (salen)MnCl<sub>x</sub>. De första kristallerna kan eventuellt ses direkt när blandningen kylts, eller efter ca 10-15 minuter.
- 7) Använd vacuumutrustning som finns i dragskåpet (kran uppmärkt med "Vacuum") och sugfiltrera blandningen för att isolera dina erhållna kristaller. Använd Hirschtratt och sugkolv för detta ändamål. Tvätta kristallerna med några droppar aceton (använd plastpipetten) under fortsatt sugfiltrering och låt allt sedan stå ytterligare (med sugfiltrering) 10-15 minuter för att lufttorka.
- 8) Flytta över den fasta produkten till den förvägda vialen märkt "Product", väg den och anteckna massan,  $m_p$ , i svarsrutan nedan. Anteckna också massan hos följande reaktanter du använt vid syntesen: (salen)H<sub>2</sub>,  $m_S$ , och Mn(OOCCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O,  $m_{Mn}$ .
- 9) Lägg den uppmärkta vialen i plastpåsen med zipförslutning.

Namn:

Kod: SWE

Den tomma vialens massa: \_\_\_\_\_ g

Massan av vialen med den torkade produkten: \_\_\_\_\_ g

Massan av produkten,  $m_p$ : \_\_\_\_\_ g

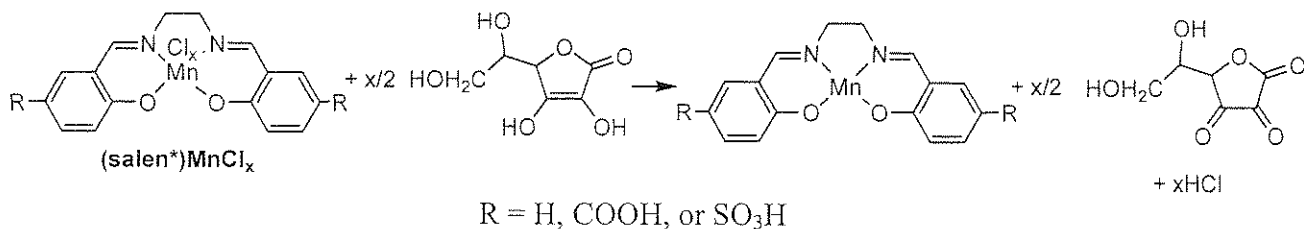
Massan av (salen) $H_2$  (kopiera från etikett på vialen)  $m_S$ : \_\_\_\_\_ g

Massan av  $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$  (kopiera från etikett på vialen),  $m_{Mn}$ : \_\_\_\_\_ g

Namn:

Kod: SWE

### B. Volymetrisk titreranalys av det erhållna provet av (salen\*)MnCl<sub>x</sub>



#### Användning av peleusboll

- 1) Placera peleusbollen på mätpipetten.
- 2) Krama försiktigt på gummibollen.
- 3) Kläm på sug-upp knappen så suger du upp vätska i pipetten.
- 4) Kläm på släpp-ut knappen så släpper du ut vätska från pipetten.

**Notera:** Pipetter och byretter är färdiga att användas.

- 1) Använd mätpipett och för över 10,00 ml av den erhållna lösningen av (salen\*)MnCl<sub>x</sub> till en 125 ml E-kolv.
- 2) Tillsätt 5,00 ml askorbinsyralösning till lösningen och blanda väl. Låt lösningen stå i 3-4 minuter.
- 3) För att undvika att askorbinsyran oxideras av O<sub>2</sub>, dröj inte, sätt omedelbart igång att titrera lösningen med KI<sub>3</sub>-lösning, tillsätt 5 droppar 1 % stärkelselösning som indikator. Den blå eller blå-gröna omslagspunkten ska kvarstå i åtminstone 30 sekunder.
- 4) Om tiden tillåter upprepas titreringen 1-2 gånger för en noggrannare bestämning.

Anteckna dina resultat från titreringen i tabellen nedan:

#	Avläst initial volym KI <sub>3</sub> -lösning, ml, i byretten	Avläst slutvolym KI <sub>3</sub> -lösning, ml, i byretten	Förbrukad volym KI <sub>3</sub> -lösning, ml
1			
2			
3			

Namn:

Kod: SWE:

i. Ange förbrukad volym (utvald eller medelvärde)  $KI_3$ -lösning i ml som du använder vid dina beräkningar av molmassan för (salen\*) $MnCl_x$ :

Volym  $KI_3$ -lösning för användning vid beräkningar: \_\_\_\_\_ ml

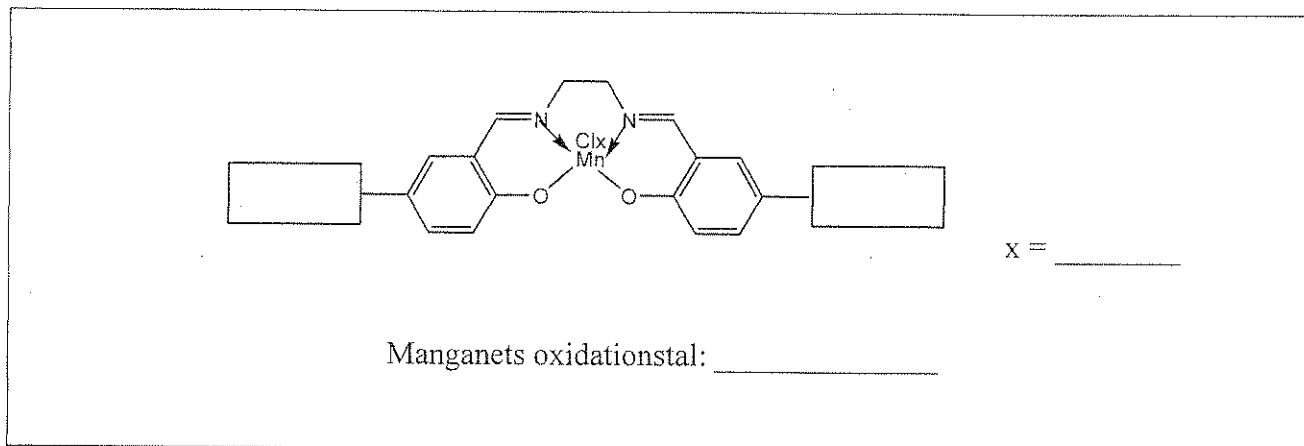
Koncentration av (salen\*) $MnCl_x$  (från märkning på flaska): \_\_\_\_\_ mg/ml

Koncentration av askorbinsyra (från märkning på flaska): \_\_\_\_\_ M

Namn:

Kod: SWE

ii. Från dina titreringsvärden och från nedanstående data, bestäm värdet på  $x$ , oxidationstalet för mangan och identifiera substituenterna på salen-liganden ( $R = H, COOH, SO_3H$ ). Ange dem i svarsrutan nedan:



R	x	(Teoretisk molmassa)/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

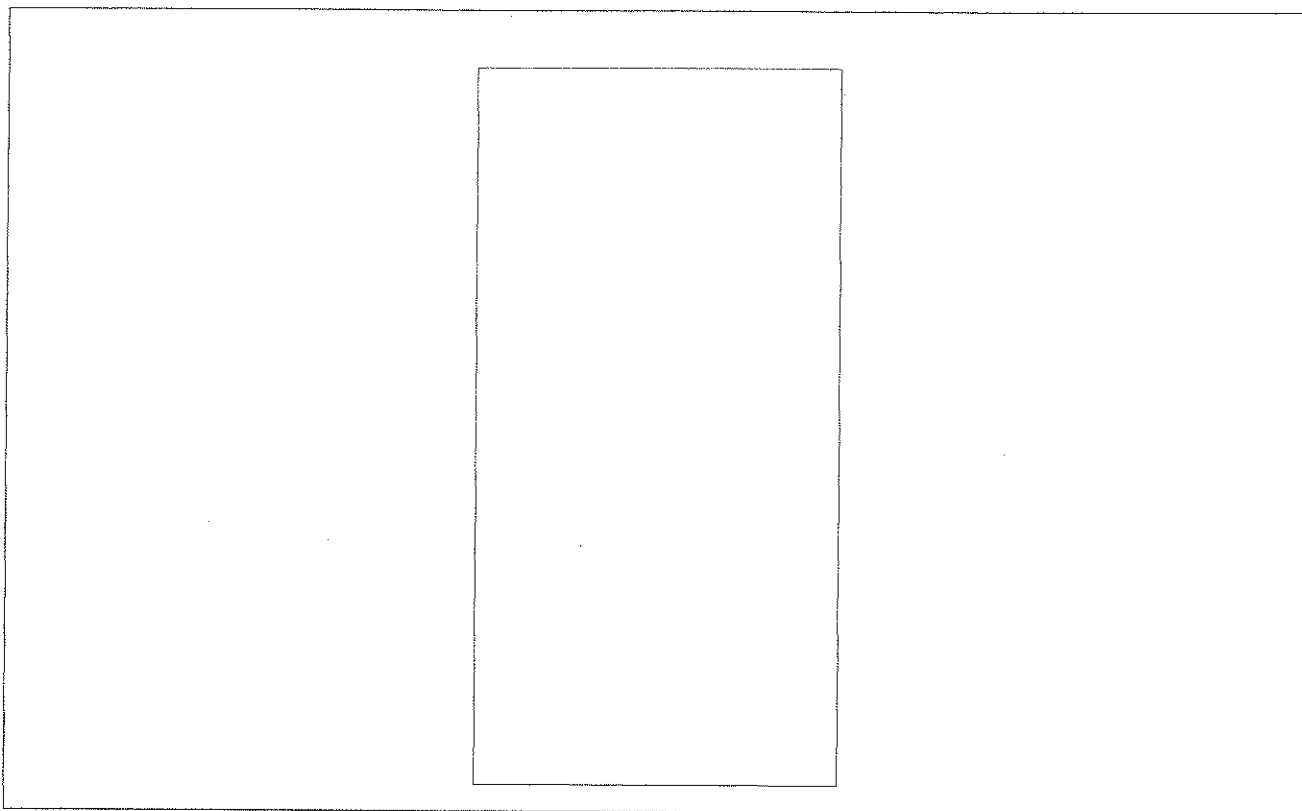
**C. TLC-analys av (salen) $MnCl_x$** 

- 1) Lös upp några kristaller av det (salen) $MnCl_x$  som du tillverkat i några droppar etanol i en liten vial. Använd en plastpipett för att överföra etanolen.
- 2) Lös upp några kristaller av (salen) $H_2$  i några droppar etanol i en liten vial.
- 3) Ta ut TLC-plattan från plastpåsen. Om du behöver justera TLC-plattan så den passar i TLC-kammaren (bägaren) kan du be lab-assistenten om en sax.
- 4) Vik eller klipp till en lagom bit av det stora filterpappret så att den blir nästan lika hög som bägaren och placera filterpappret utmed bägarens kant. Detta behövs för att kunna mäta kammaren med etanolångor. Tillsätt etanol till bägaren och fukta filtret och fyll bägaren med ett 3-4 mm tjockt lager av lösningsmedel. Lägg på urglaset som ett lock.
- 5) Markera startlinjen.
- 6) Applicera fläckar ("spots") av dina två lösningar på TLC-plattan med hjälp av kapillärrör.
- 7) Kör TLC i bägaren täckt med urglas i ca 10-15 minuter.
- 8) Markera lösningsmedelsfronten och de färgade fläckarna på plattan med blyertspennan.
- 9) Låt TLC-plattan lufttorka och lägg sedan tillbaka den i plastpåsen med zipförslutning.
- 10) Bestäm  $R_f$  värdet för både (salen) $H_2$  och (salen) $MnCl_x$ .

Namn:

Kod: SWE

i. Rita av din TLC-platta i svarsrutan nedan.



ii. Bestäm och anteckna  $R_f$  värden för (salen) $H_2$  och (salen) $MnCl_x$

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

När du är klar:

- Häll flytande rester i behållaren märkt **Liquid Waste**.
- Lägg använda vialer i behållaren märkt **Broken Glass Disposal**.
- Lägg tillbaka använd utrustning i de avsedda lådorna märkta "Kit #2", "Kit #3" och "Kit #4".