



Washington, D.C. • USA



# Practical Examination

44th International  
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States  
of America

# Allgemeine Anweisungen (Aufgabe 1)

- Dieses Aufgabenheft umfasst 11 Seiten für Aufgabe 1 und die entsprechenden Antwortblätter.
- Sie haben 15 Minuten Zeit um dieses Aufgabenheft zu lesen, bevor das Experiment beginnt.
- Sie haben **2 Stunden und 15 Minuten** Zeit, um die **Aufgabe 1** zu lösen.
- Beginnen Sie erst mit der Aufgabe, wenn das **START**-Signal gegeben wurde. Beenden Sie Ihre Arbeit sofort, wenn das **STOP**-Signal gegeben wird. Wenn Sie die vorgegebene Zeit um mehr als 5 Minuten überschreiten, so führt dies zur Disqualifikation. **Warten Sie nach dem STOP-Signal an Ihrem Arbeitsplatz.** Dieser wird von der Laboraufsicht kontrolliert. Folgendes muss **auf dem Arbeitsplatz liegen bleiben:**
  - Dieses Aufgabenheft mit den Antwortblättern
- Es wird von Ihnen erwartet, die **Sicherheitsregeln** gemäss der ICHO-Regulations zu befolgen. Während der Arbeit im Labor müssen entsprechende **Schutzbrillen** getragen werden. Für die Arbeit mit den Chemikalien können **Handschuhe** verwendet werden.
- Bei **erstmaligem Verstoss** gegen die Sicherheitsregeln werden Sie von der Laboraufsicht **verwarnt**. Beim zweiten Verstoss erfolgt die Disqualifikation (0 Punkte).
- Wenn Sie Fragen bezüglich der Sicherheitsregeln haben oder den Raum verlassen müssen, wenden Sie sich bitte an die Laboraufsicht.
- Arbeiten Sie nur an Ihrem zugewiesenen Arbeitsplatz.
- Verwenden Sie nur den bereitgestellten Kugelschreiber für die Beantwortung der Aufgaben und nicht den Bleistift.
- Verwenden Sie den zur Verfügung gestellten Taschenrechner.
- Alle Antworten müssen in die dafür vorgesehenen Bereiche der Antwortblätter geschrieben werden. Antworten an anderen Stellen werden nicht berücksichtigt. Verwenden Sie die Rückseiten der Antwortblätter als Schmierpapier.
- Verwenden Sie den mit **“Used Vials”** beschrifteten Behälter für die Entsorgung der verschlossenen Pillengläser mit den Reaktionslösungen.
- Verwenden Sie den mit **“Liquid Waste”** beschrifteten Behälter für die Entsorgung der übrigen Lösungen.
- Verwenden Sie den mit **“Broken Glass Disposal”** beschrifteten Behälter für die Entsorgung der Ampullenreste.

Name: ...

Code: CHE .

- Labormaterial oder Chemikalien werden **einmalig** ohne Punkteabzug **ersetzt oder nachgefüllt**. Jeder weitere Bezug von Labormaterial oder Chemikalien führt **zum Abzug von 1 Punkt** der 40 Punkte der praktischen Prüfung.
- Bei Unklarheiten ist die offizielle englische Version dieser Aufgaben auf Nachfrage bei der Laboraufsicht einsehbar.

## Chemikalien und Geräte (Aufgabe 1)

Chemikalien (die tatsächliche Beschriftung jedes Gefäßes ist fett gedruckt)

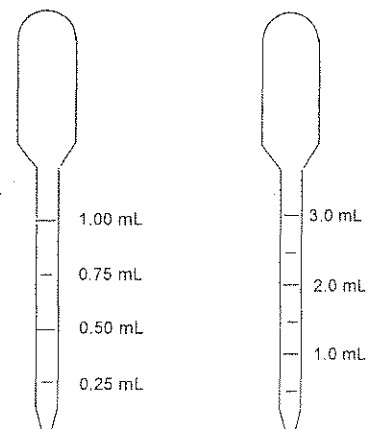
	R-Sätze <sup>+</sup>	S-Sätze <sup>+</sup>
~ <b>2 M HCl</b> , <sup>*</sup> wässrige Lösung, 50 ml in einer Flasche	R34, R37	S26, S45
~ <b>0.01 M KI<sub>3</sub></b> , <sup>*</sup> wässrige Lösung, 10 ml in einer Flasche, beschriftet mit " <b>I<sub>2</sub></b> ".		
Aceton, <b>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b> , M = 58.08 g mol <sup>-1</sup> , Dichte = 0.791 g ml <sup>-1</sup> , 10.0 ml in einem kleinen Pillenglas	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
<b>Aceton-d<sub>6</sub></b> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 64.12 g mol <sup>-1</sup> , Dichte = 0.872 g ml <sup>-1</sup> , 3.0 ml in einer Ampulle	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>+</sup> Siehe Seite 4

<sup>\*</sup> Die genaue Konzentration steht auf der Ettikette.

### Ausrüstung - Kit #1

- Eine Glasflasche mit destilliertem Wasser.
- Fünfzehn 20-ml Pillengläser mit Deckel und Tefloneinlage.
- Zehn 1-ml Polyethylen-Pasteur-Pipetten, graduiert in 0.25 ml-Schritten (vgl. rechts).
- Zehn 3-ml Polyethylen-Pasteur-Pipetten, graduiert in 0.5 ml-Schritten (vgl. rechts).
- Eine digitale Stoppuhr



Name:

Code: CHE

## **R- & S-Sätze (Aufgabe 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

**Aufgabe 1****18% der Gesamtpunkte**

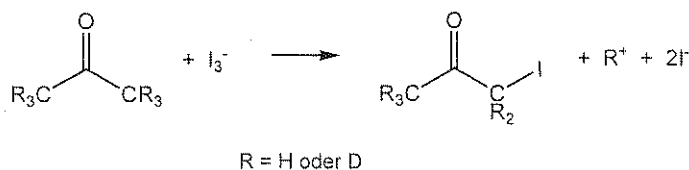
a	b	c	d	e	f	g	Aufgabe 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

**Kinetik, Isotopeneffekt und der Mechanismus der Iodierung von Aceton**

Entdeckungen von Reaktionsmechanismen sind grundlegend für Fortschritte in der Katalyse und der Synthese. Zu den wichtigsten Methoden für die Aufklärung von Reaktionsmechanismen zählen kinetische Untersuchungen. Änderungen der Reaktionsgeschwindigkeiten unterschiedlicher Reaktionsbedingungen hängen vom Reaktionsmechanismus ab.

Eine weitere wichtige Methode ist das Studium von isotonenmarkierten Molekülen. Während Isotope eine ähnliche Reaktivität zeigen, ergeben sich kleine Differenzen in der Reaktionsgeschwindigkeit aufgrund der unterschiedlichen Kernmasse.

In dieser Aufgabe werden Sie sowohl die Kinetik als auch den Isotopeneffekt ausnutzen, um Informationen über die Iodierung von Aceton in einer sauren Lösung zu erhalten:



Die Reaktionsgeschwindigkeit folgt dem Gesetz:

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

wobei  $k$  die Geschwindigkeitskonstante und  $m$ ,  $n$  und  $p$  die ganzzahligen Reaktionsordnungen sind. Sie werden die Reaktivität von Aceton mit der von Aceton- $d_6$  vergleichen, in dem die sechs Protiumkerne ( $^1\text{H}$ ) durch Deuterium ( $^2\text{H}$ , D) ersetzt sind. Dadurch können Sie den Isotopeneffekt ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ) der Reaktion bestimmen. Mit Hilfe dieser Daten werden Sie Aussagen über den Reaktionsmechanismus beurteilen können.

*Lesen Sie die gesamte Arbeitsanleitung dieser Aufgabe durch, bevor Sie mit der Planung der Experimente beginnen.*

## Vorgehen

Reaktionsgeschwindigkeiten hängen von der Temperatur ab. Notieren Sie die Raumtemperatur an Ihrem Arbeitsplatz (fragen Sie die Laboraufsicht):

°C

### Anleitung für den Gebrauch der Stoppuhr

- (1) Drücken Sie [MODE] bis COUNT UP auf dem Display erscheint.
- (2) Zum Start drücken Sie [START/STOP].
- (3) Zum Stoppen, drücken Sie wieder [START/STOP].
- (4) Um auf 0 zurück zu kommen, drücken Sie [CLEAR].

### Allgemeines Vorgehen

Pipettieren Sie die von Ihnen gewählten Volumina von Salzsäure, destilliertem Wasser und der Kaliumtriiodid-Lösung (Etikett "I<sub>2</sub>") in das Reaktionsgefäss. Die Anfangskonzentrationen der Reagenzien in der Mischung sollten in den unten gegebenen Bereichen liegen (dabei müssen Sie nicht den gesamten Bereich abdecken, aber Ihre Werte sollten nicht signifikant abweichen):

[H<sup>+</sup>]: Zwischen 0.2 und 1.0 M

[I<sub>3</sub><sup>-</sup>]: Zwischen 0.0005 und 0.002 M

[Aceton]: Zwischen 0.5 und 1.5 M

Schreiben Sie die verwendeten Volumina der Reagenzien in die vorbereitete Tabelle (a). Um die Reaktion zu starten, geben Sie das von Ihnen gewählte Volumen Aceton zur Reaktionsmischung. Dann verschliessen Sie das Reaktionsgefäss schnell, starten die Stoppuhr, schütteln einmal das Pillenglas kräftig und stellen es anschliessend auf einen weissen Untergrund. Halten (oder berühren) Sie das Pillenglas bei einem Reaktionsdurchlauf nie unterhalb des Flüssigkeitsspiegels. Der Reaktionsverlauf kann durch das Verschwinden der gelb-braunen Farbe des Triiodids verfolgt werden. Notieren Sie die Zeit, die bis zum vollständigen Verschwinden der Färbung verstreicht. Nach abgelaufener Reaktion stellen Sie das Gefäss verschlossen weg, um das Einatmen von Iodacetondämpfen zu vermeiden.

Wiederholen Sie den Vorgang mit verschiedenen Konzentrationen der Reagenzien so oft, wie Sie es für nötig erachten.

Name:

Code: CHE

Notieren Sie die Konzentrationen der verwendeten Reagenzien in Tabelle (c). *Hinweis: Ändern Sie pro Durchgang immer nur eine Konzentration.*

Wenn Sie die Reaktionsgeschwindigkeit für Aceton ermittelt haben, untersuchen Sie die Reaktionsgeschwindigkeit für Aceton- $d_6$ . (Bedenken Sie, dass Sie zwar ausreichend Aceton, aber nur 3.0 ml Aceton- $d_6$  bekommen haben, da dieses aufgrund der Isotopenmarkierung wesentlich teurer ist. Daher führt jede Nachfüllung von Aceton- $d_6$  zur Vergabe eines Strafpunktes.)

**Wenn Sie das auf Ihrem Platz befindliche Aceton- $d_6$  benötigen, strecken Sie auf und die Laboraufsicht wird die Ampulle für Sie öffnen.**

Reaktionen mit deuterierten Verbindungen sind oft langsamer als die mit entsprechenden  $^1\text{H}$ -Verbindungen. Wählen Sie entsprechend reaktionsbedingungen, die zu einem schnellen reaktionsablauf mit  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$  führen.

Nach der Arbeit:

- Leeren Sie die Wasserflasche und stellen Sie sie zusammen mit anderer nicht gebrauchter Ausrüstung zurück in die Schachtel mit der Aufschrift "Kit #1";
- Geben Sie die gebrauchten Pipetten und die verschlossenen Pillengläser in die bezeichneten Container unter den Abzügen.
- Verwenden Sie den Container "**Broken Glass Disposal**" um alle Teile der leeren Ampulle zu entsorgen.

Sie können Ihren Arbeitsplatz nach dem STOP-Zeichen fertig aufräumen.



Name.

Code: CHE

a. Fügen Sie die Ergebnisse für Aceton,  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , in die untenstehende Tabelle ein.

*Sie müssen nicht alle Zeilen in der Tabelle ausfüllen.*

Durchgang #	Volumen HCl in ml	Volumen $\text{H}_2\text{O}$ in ml	Volumen $\text{I}_3^-$ -Lösung in ml	Volumen $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ in ml	Zeit bis zum Verschwinden von $\text{I}_3^-$ in s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Fügen Sie die Ergebnisse für Aceton- $d_6$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , in der Tabelle ein.

*Sie müssen nicht alle Zeilen in der Tabelle ausfüllen.*

Durchgang #	Volumen HCl in ml	Volumen $\text{H}_2\text{O}$ in ml	Volumen $\text{I}_3^-$ -Lösung in ml	Volumen $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ in ml	Zeit bis zum Verschwinden von $\text{I}_3^-$ in s
1d					
2d					
3d					
4d					

Name:

Code: CHE

c. Verwenden Sie die folgende Tabelle zum Notieren der berechneten Konzentrationen und der durchschnittlichen Geschwindigkeiten. Nehmen Sie an, dass das Gesamtvolumen der jeweiligen Mischung die Summe der einzelnen Volumina der Komponenten ist.

**Zur Berechnung von  $k$  (Aufgabenteile e und f) müssen Sie nicht alle Durchgänge verwenden. Geben Sie in der rechten Spalte an, welche/n Durchgang/e Sie für die Berechnung verwendet haben.**

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

Durchgang #	[H <sup>+</sup> ], M Anfang	[I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M Anfang	[(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M Anfang	Mittlere Geschwindigkeit des Verschwindens von I <sub>3</sub> <sup>-</sup> in M s <sup>-1</sup>	Durchgang zur Berechnung von $k_H$ verwendet?	
					Ja	Nein
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:**

Durchgang #	[H <sup>+</sup> ], M Anfang	[I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ], M Anfang	[(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO], M Anfang	Mittlere Geschwindigkeit des Verschwindens von I <sub>3</sub> <sup>-</sup> in M s <sup>-1</sup>	Durchgang zur Berechnung von $k_D$ verwendet?	
					Ja	Nein
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: CHE

d. Geben Sie die ganzzahligen Reaktionsordnungen von Aceton, Triiodid und  $H^+$  an.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Berechnen Sie die Geschwindigkeitskonstante  $k_H$  für die Reaktion von Aceton,  $(CH_3)_2CO$ , mit den entsprechenden Einheiten.

$k_H =$

f. Berechnen Sie die Geschwindigkeitskonstante  $k_D$  für die Reaktion von Aceton- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , und berechnen Sie den Wert  $k_H/k_D$  (Isotopeneffekt der Reaktion).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

g. Sie können nun mit Hilfe des Geschwindigkeitsgesetzes und des Isotopeneffektes Rückschlüsse auf den Reaktionsmechanismus ziehen. Unten ist ein vorstellbarer Mechanismus für die Iodierung von Aceton gegeben. Eine der Reaktionen ist der geschwindigkeitsbestimmende Schritt (R.D.S.). Alle vorhergehenden Schritte entsprechen einem sich rasch einstellenden Gleichgewicht, das auf der linken Seite liegt.

Füllen Sie ein Häkchen (✓) in das Feld in der ersten Spalte neben jener Reaktion, die mit *Ihrem experimentell ermittelten Geschwindigkeitsgesetz* (Aufgabenteil **d**) **vereinbar** ist, wenn diese Reaktion geschwindigkeitsbestimmend ist. Zeichnen Sie ein **X**, wenn das nicht der Fall ist.

Füllen Sie ein Häkchen (✓) in das Feld in der zweiten Spalte neben jener Reaktion, die mit *Ihrem experimentell ermittelten Isotopeneffekt* (Aufgabenteil **f**) in Bezug auf den geschwindigkeitsbestimmenden Schritt **vereinbar** ist. Zeichnen Sie ein **X**, wenn das nicht der Fall ist.

	R.D.S. vereinbar mit dem Gesetz?	R.D.S. vereinbar mit Isotopeneffekt?
$\text{CH}_3\text{C}(=\text{O})\text{CH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

# Allgemeine Anweisungen (Aufgabe 2)

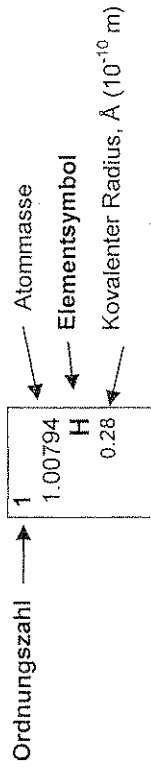
- Dieses Aufgabenheft umfasst ein Periodensystem, 14 Seiten für Aufgabe 2 und die entsprechenden Antwortblätter.
- Sie haben 15 Minuten Zeit um dieses Aufgabenheft zu lesen, bevor das Experiment beginnt.
- Sie haben **2 Stunden und 45 Minuten** Zeit, um die **Aufgabe 2** zu lösen. Beachten Sie bei der Planung des Experiments, dass einer der Schritte 30 Minuten benötigt.
- Beginnen Sie erst mit der Aufgabe, wenn das **START**-Signal gegeben wurde. Beenden Sie Ihre Arbeit sofort, wenn das **STOP**-Signal gegeben wird. Wenn Sie die vorgegebene Zeit um mehr als 5 Minuten überschreiten, so führt dies zur Disqualifikation. **Warten** Sie nach dem **STOP-Signal an Ihrem Arbeitsplatz**. Dieser wird von der Laboraufsicht kontrolliert. Folgendes muss **auf dem Arbeitsplatz liegen bleiben**:
  - Dieses Aufgabenheft mit den Antwortblättern
  - Ein DC-Plättchen in ein wieder verschliessbares Plastiksäckchen mit Ihrer Startnummer.
  - Das mit "Product" beschriftete kleine Pillenglas
- Es wird von Ihnen erwartet, die **Sicherheitsregeln** gemäss der ICHO-Regulations zu befolgen. Während der Arbeit im Labor müssen entsprechende **Schutzbrillen** getragen werden. Verwenden Sie zum Pipettieren nur den zur Verfügung gestellten Pipettierball (Pelaeusball). Für die Arbeit mit den Chemikalien können **Handschuhe** verwendet werden.
- Bei **erstmaligem Verstoss** gegen die Sicherheitsregeln werden Sie von der Laboraufsicht **verwarnt**. Beim zweiten Verstoss erfolgt die Disqualifikation (0 Punkte).
- Wenn Sie Fragen bezüglich der Sicherheitsregeln haben oder den Raum verlassen müssen, wenden Sie sich bitte an die Laboraufsicht.
- Arbeiten Sie nur an Ihrem zugewiesenen Arbeitsplatz.
- Verwenden Sie nur den bereitgestellten Kugelschreiber für die Beantwortung der Aufgaben und nicht den Bleistift.
- Verwenden Sie den zur Verfügung gestellten Taschenrechner.
- Alle Antworten müssen in die dafür vorgesehenen Bereiche der Antwortblätter geschrieben werden. Antworten an anderen Stellen werden nicht berücksichtigt. Verwenden Sie die Rückseiten der Antwortblätter als Schmierpapier.
- Verwenden Sie den mit "**Liquid Waste**" beschrifteten Behälter für die Entsorgung der Lösungen.

Name:

Code: CHE

- Verwenden Sie den mit “**Broken Glass Disposal**” beschrifteten Behälter für die Entsorgung der kleinen Pillengläser.
- Labormaterial oder Chemikalien werden **einmalig** ohne Punkteabzug **ersetzt oder nachgefüllt**. Jeder weitere Bezug von Labormaterial oder Chemikalien führt **zum Abzug von 1 Punkt** der 40 Punkte der praktischen Prüfung.
- Bei Unklarheiten ist die offizielle englische Version dieser Aufgaben auf Nachfrage bei der Laboraufsicht einsehbar.

1	1.00794 H 0.28	2	4	9.01218 Be	12	22	20	19	39	37	55	87	13	14	15	16	17	18
1	1.00794 H 0.28	2	3	6.941 Li	11	21	20	19	38	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				22.9898 Na	12	22	20	19	38	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				24.3050 Mg	12	22	20	19	38	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				40.078 Ca	20	21	20	19	38	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				39.0983 K	19	21	20	19	38	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				87.62 Sr	37	39	40	38	85.4678 Rb	37	55	87	5	6	7	8	9	10
				137.327 Ba	55	57-71 La-Lu	72	72	132.905 Cs	55	87	118	5	6	7	8	9	10
				(226.03) Ra	88	89-103 Ac-Lr	104	104	(223.02) Fr	87	118	118	5	6	7	8	9	10
				2.25	88	89-103 Ac-Lr	104	104	(223.02) Fr	87	118	118	5	6	7	8	9	10



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

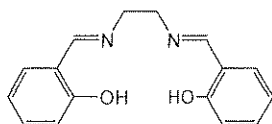
## Chemikalien und Geräte (Aufgabe 2)

### Chemikalien und Geräte (die jeweilige Beschriftung ist fett gedruckt)

	R-Sätze <sup>+</sup>	S-Sätze <sup>+</sup>
<b>(salen)H<sub>2</sub></b> , <sup>a</sup> ~1.0 g <sup>b</sup> im Pillenglas	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> im Pillenglas	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
<b>Lithium chloride solution</b> (Lithiumchlorid-Lösung), 1M Lösung in Ethanol, 12 ml in einer Flasche	R11 R36/38	S9 S16 S26
<b>Ethanol</b> , 70 ml in einer Flasche	R11	S7 S16
Aceton, <b>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO</b> , 100 ml in einer Flasche	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
<b>(salen*)MnCl<sub>x</sub></b> , <sup>c</sup> ~32 ml einer Lösung mit ~3.5 mg/ml <sup>b</sup> in einer Flasche		
KI <sub>3</sub> , ~0.010 M wässrige Lösung, <sup>b</sup> 50 ml in einer Flasche, beschriftet mit "I <sub>2</sub> ".		
<b>Ascorbic Acid</b> (Ascorbinsäure), ~0.030 M wässrige Lösung, <sup>b</sup> 20 ml in einer Flasche		
<b>1% Starch</b> (Stärke), wässrige Lösung, 2 ml in einer Flasche		
<b>TLC plate</b> – eine 5 cm × 10 cm Silicagel-DC-Plättchen im wiederverschliessbaren Plastikbeutel		

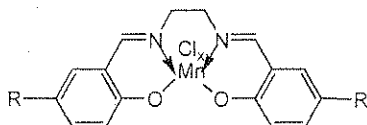
<sup>+</sup> Siehe Seite 6 für Gefahrenhinweise und Sicherheitsratschläge.

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



<sup>b</sup> Die exakten Werte sind auf den Gefässen angegeben.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (beide R-Gruppen sind identisch und sind entweder H oder COOH oder SO<sub>3</sub>H):





**Geräte:****Zur gemeinsamen Benutzung:** Waage

- Zwei **Stative** mit **Klammern** im Abzug mit der entsprechenden Platznummer (oder Code).
- Eine **Heizrührplatte**
- Ein **Masstab 300mm**
- Ein **Bleistift**

**Kit #2:**

- Zwei **250 ml Erlenmeyer-Kolben** (einer für die Synthese, einer für die Kristallisation)
- Einen **50 ml Messzylinder**
- Ein **ovaler Magnetrührfisch**
- Eine **trichterförmige Porzellanutsche (Hirsch-Trichter)**
- **Filterpapier** für den Porzellantrichter und die DC-Kammer
- Eine **125 ml Saugflasche für die Vakuumfiltration**
- **Gummimanschette** für die Saugflasche
- Ein **0.5 l Plastik-Eisbad**
- Ein **Glasstab**
- Zwei **1 ml Plastik-Transfer-Pipetten** (siehe Abbildung rechts)
- Ein **Plastikspatel**
- Ein **leeres 4 ml Pillenglas**, beschriftet mit "Product", für das Reaktionsprodukt

**Kit #3:**

- Drei **leere kleine verschraubbare Pillengläser** für die DC-Lösungen
- Zehn **Kapillaren (100 mm)** zum Auftragen der Lösungen für die DC
- Ein **Uhrglas** (zum Abdecken der DC-Kammer)
- Ein **250 ml Becherglas** als DC-Kammer

**Kit #4:**

- Eine **25 ml Bürette**
- Ein **kleiner Plastiktrichter**
- Vier **125 ml Erlenmeyer-Kolben**
- Ein **Pipettierball (Pelaeusball)**
- Eine **10 ml Vollpipette**
- Eine **5 ml Vollpipette**

## **R- & S-Sätze (Aufgabe 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.

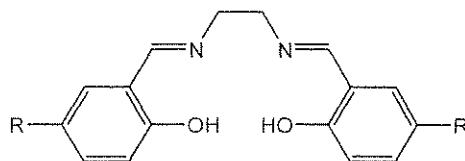
S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

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

## Synthese eines Salen-Mangan-Komplexes und Bestimmung der Summenformel

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

Übergangsmetallkomplexe der 3d-Block-Elemente mit Bis(Salicyliden)ethyldiamin-Liganden (Salen-Liganden) haben sich als wirksame Katalysatoren bei diversen Redox-Reaktionen in der organischen Synthese-Chemie erwiesen.



(Salen) $H_2$ , R = H

(Salen\*) $H_2$ , R = H, COOH, or  $SO_3H$

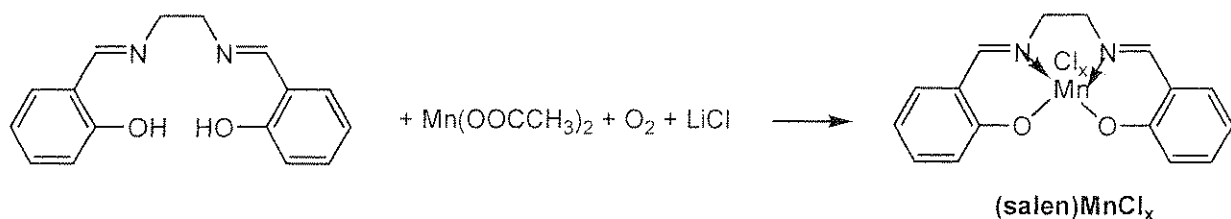
Besonders wichtig ist hierbei die Eigenschaft des Salen-Liganden höhere Oxidationszustände der 3d-Block-Elemente zu stabilisieren. Die genauen Reaktionsbedingungen bei der Synthese eines Mangan-Salen-Komplexes beeinflussen die Oxidationszahl des Mangan im erhaltenen Komplex. Diese kann von +II bis +V reichen.

In dieser Aufgabe sollen Sie einen Mangan-Salen-Komplex synthetisieren. Dabei reagiert (Salen) $H_2$  mit Mn(II)-acetat in Ethanol an der Luft in Gegenwart von Lithiumchlorid. Unter diesen Reaktionsbedingungen können Komplexe der Formel (Salen) $MnCl_x$ , ( $x = 0, 1, 2$  oder  $3$ ) entstehen.

Ihre Aufgaben sind:

- Die Bestimmung der Masse des hergestellten Produktes
- Die Bestimmung der Reinheit ihres Produktes mit Hilfe von Dünnschicht-Chromatographie (DC)
- Die Bestimmung der Oxidationsstufe des Metalls im Komplex durch eine iodometrische Redox-Titration. Für diese Redox-Titration erhalten Sie eine Referenz-Probe eines Mangan-Salen-Komplexes (Salen\*) $MnCl_x$ . In dieser Referenz-Probe hat Mangan die gleiche Oxidationsstufe wie in Ihrem Produkt-Komplex, und der Substituent R an den Phenyl-Ringen ist -H, -COOH oder - $SO_3H$ . (Dieser Komplex wurde vorher analog synthetisiert.)

*Lesen Sie die gesamte Aufgabenstellung vor Beginn Ihrer Arbeiten durch. Planen Sie Ihre Arbeitsschritte und berücksichtigen Sie, dass einige Arbeitsschritte parallel durchgeführt werden müssen, um die Aufgabe in der vorgegebenen Zeit zu vollenden.*

**Arbeitsvorschrift:****A. Synthese von (Salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Geben Sie 2-3 Kristalle des (Salen)H<sub>2</sub> in ein kleines Pillenglas und behalten Sie diese Probe für die späteren DC-Versuche auf.
- 2) Überführen Sie die bereits abgewogene (Salen)H<sub>2</sub>-Probe (~1.0 g) in den 250 ml Erlenmeyerkolben. Geben Sie ein Magnetrührfisch, sowie 35 ml absolutes Ethanol zu.
- 3) Stellen Sie den Erlenmeyerkolben auf die Heizrührplatte. Erwärmen Sie den Inhalt unter ständigem Rühren bis sich der Feststoff gelöst hat (typischerweise ist der Feststoff gelöst, kurz bevor das Ethanol siedet). Erniedrigen Sie dann die Temperatur leicht, so dass die Mischung gerade nicht siedet. Die Lösung soll nicht kochen und damit der Hals des Erlenmeyerkolbens kühl bleibt. Verwenden Sie Papiertücher, falls der Kolben zu heiss wird, um ihn mit blossen Händen anzufassen.
- 4) Nehmen Sie den Erlenmeyerkolben von der Heizplatte und geben Sie die bereits abgewogene Probe Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O (~1.9 g) hinzu. Die Reaktionsmischung färbt sich dunkelbraun. Stellen Sie den Erlenmeyerkolben sofort wieder auf die Heizplatte zurück und erhitzen Sie unter Rühren 15 min lang. Die Mischung darf nicht siedet und der Hals am Erlenmeyerkolben soll kühl bleiben.
- 5) Nehmen Sie den Erlenmeyerkolben von der Heizplatte und geben Sie die bereitgestellte Lösung von 1M LiCl in Ethanol (12 ml, Überschuss) zu. Stellen Sie den Erlenmeyerkolben wieder auf die Heizplatte zurück und erhitzen Sie unter Rühren 10 min lang. Die Mischung soll nicht siedet und der Hals am Erlenmeyerkolben soll kühl bleiben.
- 6) Nehmen Sie den Erlenmeyerkolben von der Heizplatte und stellen Sie ihn zur Kristallisation für 30 min in ein Eisbad. Um die Kristallisation des (Salen)MnCl<sub>x</sub>-Komplexes zu beschleunigen, sollen Sie alle 5 min mit dem Glasstab an der Glaswand leicht kratzen. Die ersten Kristalle können direkt nach dem Abkühlen oder auch erst nach 10-15 min entstehen.

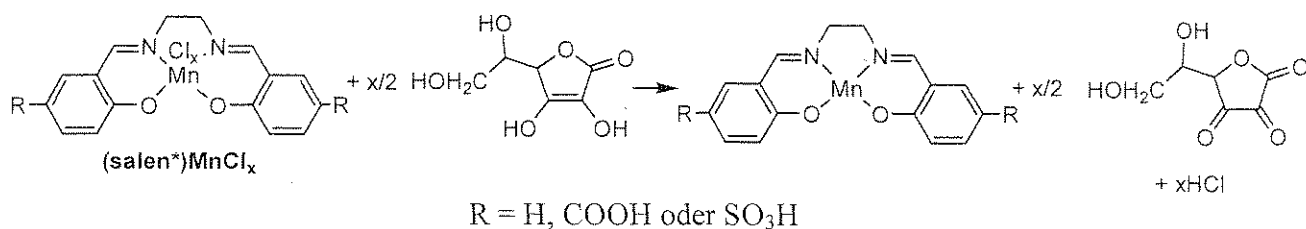
- 7) Der kristalline Feststoff wird durch eine Vakuum-Filtration mit Hilfe einer Saugflasche und eines kleinen Porzellan-Trichters (Hirsch-Trichter) isoliert. Verwenden Sie dazu den Vakuumanschluss im Abzug (der entsprechende Anschluss ist mit "Vacuum" gekennzeichnet). Waschen Sie den Filterkuchen mit einigen Tropfen Aceton. (Verwenden Sie hierzu eine Plastikpipette und stellen Sie das Vakuum nicht ab.) Saugen Sie anschliessend 10-15 min trocken.
- 8) Füllen Sie das feste Produkt in ein vorher tariertes Pillenglas (bezeichnet mit "Product") und bestimmen Sie die Masse ( $m_p$ ) und notieren Sie diese im Kasten auf der nächsten Seite. Notieren Sie dort auch die Einwaagen des  $(\text{Salen})\text{H}_2$  ( $m_S$ , auf der Flasche) und  $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ( $m_{Mn}$ , auf der Flasche).
- 9) Geben Sie das Pillenglas (bezeichnet mit "Product") in des wiederverschliessbaren Plastik-Beutel.

Masse des leeren Pillenglas für das Produkt:	_____ g
Masse des Pillenglas mit dem getrockneten Produkt:	_____ g
Masse des Produktes ( $m_p$ ):	_____ g
Masse von $(\text{Salen})\text{H}_2$ (Übertrag vom Etikett) ( $m_S$ ):	_____ g
Masse von $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Übertrag vom Etikett) ( $m_{Mn}$ ):	_____ g

Name:

Code: CHE

## B. Volumetrische Analyse der bereitgestellten Probe (Salen\*)MnCl<sub>x</sub>



### Verwendung des Pelaeus-Balls

- 1) Befestigen Sie den Pelaeus-Ball an der Pipette
- 2) Drücken Sie den Pelaeus-Ball fest zusammen
- 3) Drücken Sie auf das "Pfeil-nach-oben (↑)" Ventil um Flüssigkeit in die Pipette zu saugen
- 4) Drücken Sie auf das "Pfeil-nach-unten (↓)" Ventil um Flüssigkeit aus der Pipette abzulassen

**Hinweis:** Die Pipetten und die Bürette sind bereits gebrauchsfertig und müssen NICHT gespült werden.

### Vorgehen

- 1) Füllen Sie mit der Vollpipette 10.00 ml der bereitgestellten (Salen\*)MnCl<sub>x</sub>-Lösung in einen 125 ml Erlenmeyerkolben.
- 2) Geben Sie 5.00 ml der Ascorbinsäure-Lösung zu und durchmischen Sie gut. Lassen Sie die Lösung für 3-4 Minuten stehen.
- 3) Um eine Oxidation der Ascorbinsäure durch Luftsauerstoff (O<sub>2</sub>) zu vermeiden, müssen Sie die folgende Titration **SOFORT** durchführen. Titrieren Sie mit der KI<sub>3</sub>-Lösung und verwenden Sie 5 Tropfen Stärke-Lösung (1%) als Indikator. Der blaue bis blaugrüne Endpunkt sollte mindestens 30 Sekunden beständig sein.
- 4) Wenn es die Zeit erlaubt, können Sie 1-2 Wiederholungs-Titrations durchzuführen um die Genauigkeit Ihrer Bestimmung zu erhöhen.

Tragen Sie die Ergebnisse ihrer Titration(en) in die folgende Tabelle ein:

Name: .

Code: CHE

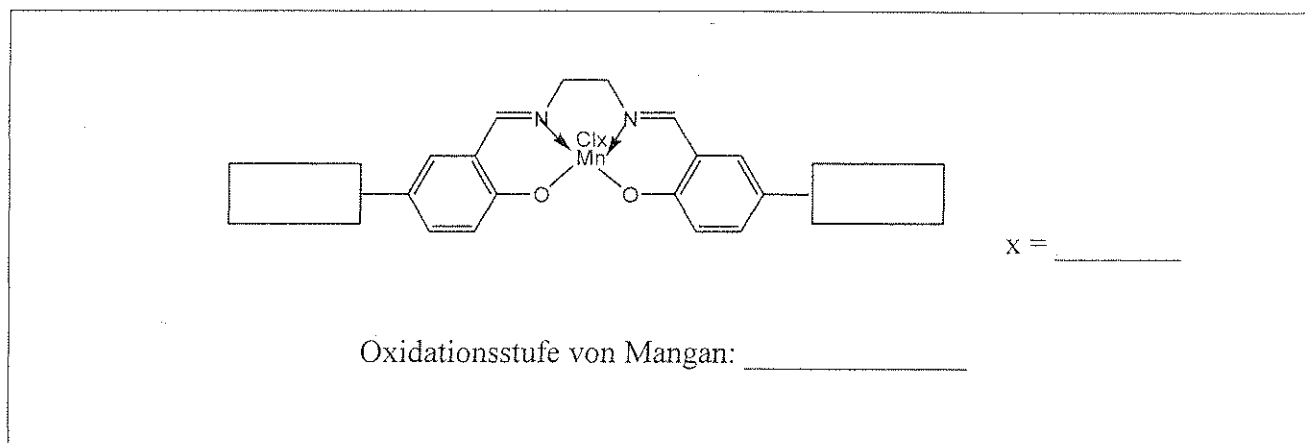
#	Füllstand Bürette (KI <sub>3</sub> -Lösung) vor der Titration in ml	Füllstand Bürette (KI <sub>3</sub> -Lösung) nach der Titration in ml	Verbrauch an KI <sub>3</sub> -Lösung in ml
1			
2			
3			

i. Geben Sie das Volumen an KI<sub>3</sub>-Lösung (ausgewählter Wert oder Durchschnittswert) an, des Sie für die Berechnung der molaren Masse von (Salen\*)MnCl<sub>x</sub> verwenden:

Volumen KI <sub>3</sub> -Lösung für die Berechnung: _____ ml
--

(Salen*)MnCl <sub>x</sub> -Konzentration von (Übertrag vom Flaschenetikett): _____ mg/ml
Ascorbinsäure -Konzentration von (Übertrag vom Flaschenetikett): _____ M

ii. Bestimmen Sie die Zahl  $x$  und die Oxidationsstufe von Mangan im Komplex (vor der Titration) und identifizieren Sie den Substituenten R ( $R = -H, -COOH, -SO_3H$ ) im Salen-Liganden. Verwenden Sie hierzu die unten stehende Tabelle und ihre Titrationsergebnisse. Tragen Sie Ihre Ergebnisse in den folgenden Kasten ein:



R	x	(Berechnete Molmasse)/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



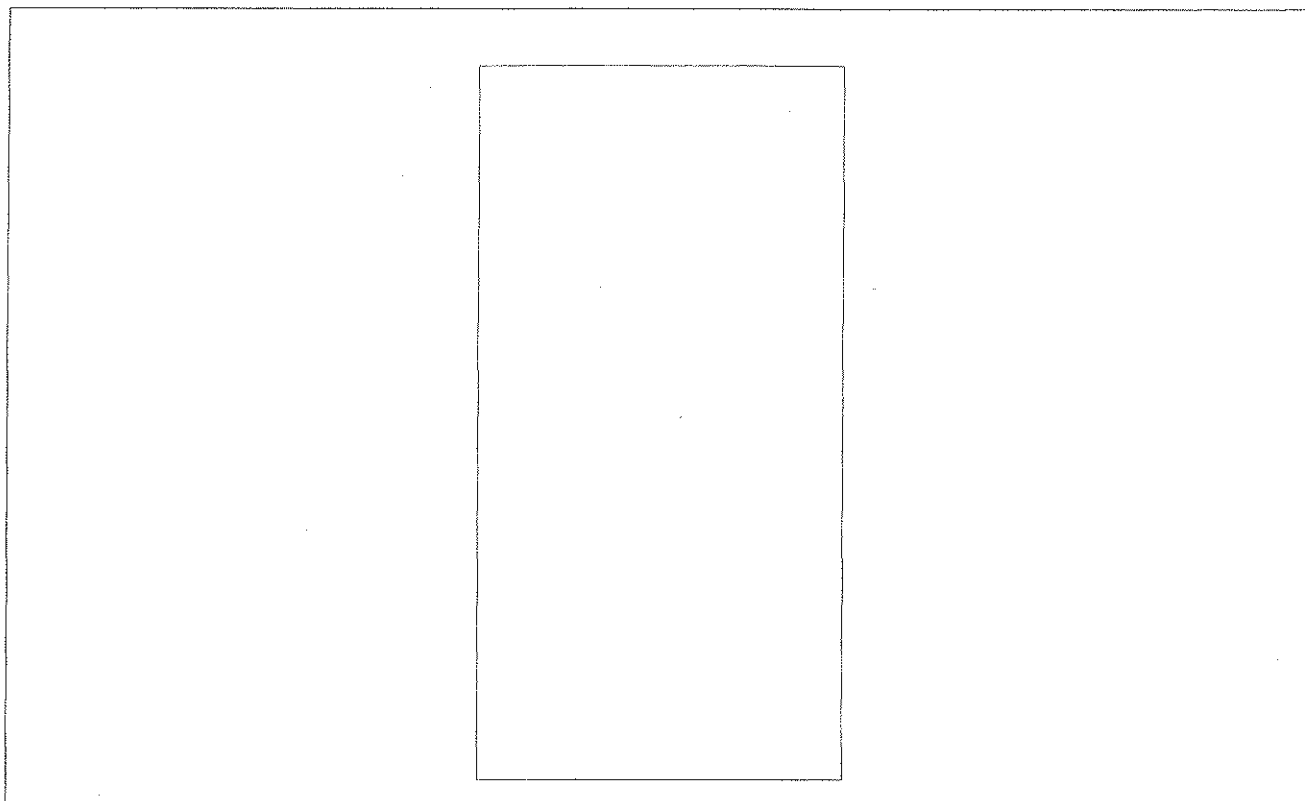
**C. Dünnschichtchromatographie (DC) von (Salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Lösen Sie einige Kristalle Ihres hergestellten (Salen)MnCl<sub>x</sub> –Komplexes in einigen Tropfen absolutem Ethanol auf. Verwenden Sie dazu eine Plastikpipette und ein kleines Pillenglas.
- 2) Lösen Sie einige (Salen)H<sub>2</sub>-Kristalle in wenigen Tropfen absolutem Ethanol auf. Verwenden Sie dazu eine Plastikpipette und ein weiteres kleines Pillenglas.
- 3) Gegebenenfalls müssen Sie die DC-Platte auf eine passende Grösse für die DC-Kammer (Becherglas+Uhrglas) zuschneiden. Verwenden Sie hierzu eine Schere (auf Anfrage bei der Laboraufsicht erhältlich).
- 4) Verwenden Sie ein Filterpapier um die DC-Kammer mit Ethanol Dampf zu sättigen. (Das Rundfilter-Papier kann gefaltet oder zurechtgeschnitten werden, so dass es fast die ganze Höhe des Becherglases ausfüllt.) Geben Sie Ethanol in das Becherglas (3-4 mm hoch) und befeuchten Sie das Rundfilterpapier. Decken Sie das Becherglas mit dem Uhrglas zu.
- 5) Markieren Sie die Startlinie auf der DC-Platte.
- 6) Verwenden Sie Kapillaren um die beiden Lösungen auf die DC-Platte aufzubringen.
- 7) Stellen Sie die DC-Platte in das Becherglas und decken Sie mit dem Uhrglas zu. Die Chromatographie dauert ca. 10-15 min.
- 8) Markieren Sie die Lösungsmittelfront und die farbigen Flecken auf der DC-Platte mit einem Bleistift.
- 9) Trocknen Sie die DC-Platte an der Luft und geben Sie sie in ein wiederverschliessbaren Plastik-Säckchen.
- 10) Berechnen Sie die  $R_f$ -Werte von (Salen)H<sub>2</sub> und (Salen)MnCl<sub>x</sub>.

Name:

Code: CHE

i. Skizzieren Sie die DC-Platte im folgenden Kasten:



ii. Tragen Sie die  $R_f$ -Werte für  $(\text{Salen})\text{H}_2$  und  $(\text{Salen})\text{MnCl}_x$  ein:

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

Nachdem Sie ihre Arbeiten beendet haben:

- Entsorgen Sie alle flüssigen Abfälle in den Behälter "**Liquid Waste**".
- Entsorgen Sie alle benutzten Pillengläser in den Behälter "**Broken Glass Disposal**".
- Verstauen Sie die benutzten Glasgeräte in die entsprechenden Boxen "Kit #2", "Kit #3" und "Kit #4".

# Instructions (Tâche 1)

- Cette épreuve comporte 10 pages pour la tâche 1 et les feuilles-réponse.
- Vous disposez de 15 minutes pour lire le sujet avant de commencer à travailler.
- Vous disposez de **2 heures et 15 minutes** pour compléter la **tâche 1**.
- Commencez uniquement quand l'instruction "**START**" vous est donnée. Vous devez arrêter votre travail immédiatement quand l'instruction "**STOP**" est donnée. Si vous mettez plus de 5 minutes à vous arrêter, vous serez exclu de l'épreuve pratique. Après l'instruction "**STOP**", **attendez à votre place de travail**. Un(e) assistant(e) viendra vérifier l'état de votre place de travail. Les éléments suivants devront être laissés à votre place de travail :
  - Les instructions et les feuilles-réponse (ce document).
- Vous devez suivre les **règles de sécurité**, données dans le règlement des IChO. Lorsque vous êtes dans le laboratoire, vous devez porter **des lunettes de sécurité**, ou vos propres lunettes si elles ont été validées par un(e) assistant(e). Le port de **gants** peut être utile quand vous manipulez des produits chimiques.
- Si vous enfreignez les règles de sécurité, vous ne recevrez **qu'UN SEUL AVERTISSEMENT** de l'assistant(e). La seconde fois, vous serez exclu de l'épreuve pratique avec zéro point pour la totalité de l'examen.
- N'hésitez pas à demander à l'un des surveillants si vous avez une question concernant la sécurité ou si vous avez besoin de quitter la salle.
- Vous n'êtes autorisé à travailler que dans l'espace qui vous est alloué.
- Utilisez seulement le stylo fourni et non pas un crayon à papier, pour rédiger vos réponses.
- Utilisez la calculatrice fournie.
- Tous les résultats doivent être écrits dans les cases des feuilles-réponse prévues à cet effet. Tout ce qui sera écrit en dehors ne sera pas tenu compte. Utilisez le verso des feuilles si vous avez besoin de papier brouillon.
- Utilisez le récipient étiqueté "**Used Vials**", pour jeter vos flacons contenant vos mélanges réactionnels.
- Utilisez le récipient étiqueté "**Liquid Waste**", pour jeter les solutions utilisées.
- Utilisez le récipient étiqueté "**Broken Glass Disposal**", pour jeter les fragments d'ampoule.
- À l'exception du premier incident, vous serez pénalisé si vous demandez de nouveaux produits ou faites remplacer la verrerie cassée. Chaque incident au-delà du premier provoquera la **perte d'un point** sur les 40 que comporte l'examen.
- Si un point ne vous semble pas clair, vous pouvez demander la version officielle en anglais de l'examen.

## Produits chimiques et matériel (Tâche 1)

### Produits chimiques (le nom indiqué sur l'étiquette est donné en caractères gras)

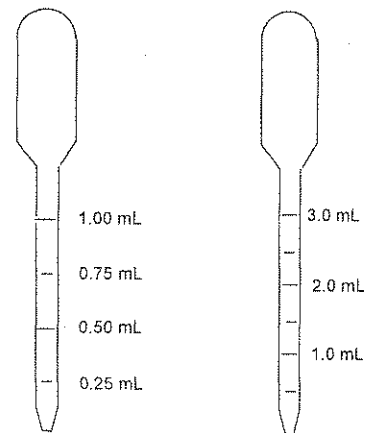
	Phrase <sup>+</sup> de risque	Phrase <sup>+</sup> de sécurité
~2 M HCl, * solution aqueuse, 50 mL dans une bouteille	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI <sub>3</sub> , * solution aqueuse, 10 mL dans une bouteille, étiquetée "I <sub>2</sub> ".		
Acétone, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 58.08 g mol <sup>-1</sup> , masse volumique = 0.791 g mL <sup>-1</sup> , 10.0 mL dans un flacon	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acétone-d <sub>6</sub> , (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, M = 64.12 g mol <sup>-1</sup> , densité = 0.872 g mL <sup>-1</sup> , 3.0 mL dans une ampoule scellée	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

<sup>+</sup> Voir page 3 pour la définition des Phrases de Risque et de sécurité

\* La concentration exacte est indiquée sur l'étiquette, à côté du nom donné au produit.

### Matériel - Kit #1

- Une bouteille en verre remplie d'eau distillée
- Quinze flacons de 20 mL à bouchon à vis en Téflon.
- Dix pipettes pasteur en plastique de 1 mL, graduées tous les 0.25 mL (voir dessin ci-contre)
- Dix pipettes pasteur en plastique de 3 mL, graduées tous les 0.50 mL (voir dessin ci-contre)
- Un chronomètre numérique (stopwatch)



## **Phrases de risques et sécurité (Tâche 1)**

R11 Extrêmement inflammable

R34 Cause des brûlures

R36 Irritant pour les yeux

R37 Irritant pour le système respiratoire

R66 Une exposition répétée peut causer une sécheresse de la peau et des gerçures

R67 Les vapeurs peuvent causer des étourdissement et vertiges

S9 Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé

S16 Conserver à l'écart de toute flamme ou étincelle, ne pas fumer

S26 En cas de contact avec les yeux, rincer immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un médecin.

S45 En cas d'accident, ou si vous vous sentez mal, consultez immédiatement un médecin.

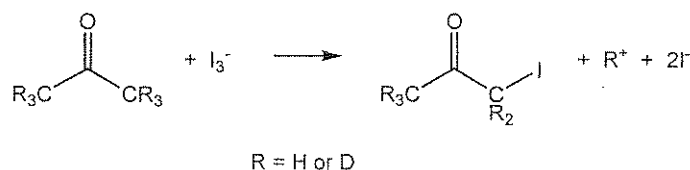
**Tâche 1****18% du total**

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

## Cinétique, effets isotopiques et mécanisme de l'iodation de l'acétone

L'étude des mécanismes réactionnels en chimie est à la source de découvertes en synthèse ou dans le domaine de la catalyse. Un des outils les plus puissants pour étudier un mécanisme est l'étude de la cinétique de la réaction. En effet, la variation de la vitesse d'une réaction en fonction des conditions est directement reliée à son mécanisme. L'étude de molécules contenant des isotopes différents est un autre outil puissant : même si les différents isotopes montrent une réactivité proche, il existe de légères différences entre les vitesses de réaction, dépendantes de la masse des noyaux.

Dans cette tâche, la cinétique et l'étude des effets isotopiques seront tous les deux utilisés pour obtenir des informations sur l'iodation de l'acétone en solution aqueuse acide :



La réaction s'effectue selon la loi de vitesse :

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

où  $k$  est la constante de vitesse, et  $m$ ,  $n$ ,  $p$  sont les ordres partiels de réactions (nombres entiers) à déterminer. La réactivité de l'acétone sera également comparée à celle de l'acétone- $d_6$ , dans laquelle les six protons ( $^1\text{H}$ ) sont remplacés par du deutérium ( $^2\text{H}$  ou D) afin de déterminer l'effet isotopique ( $k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$ ) de la réaction. À partir de ces résultats, des hypothèses mécanistiques concernant cette réaction seront proposées.

*Lisez l'intégralité de cette tâche avant de commencer afin de pouvoir planifier votre travail en avance.*

## Procédure expérimentale

Les vitesses de réaction dépendent de la température. Reporter ci-dessous la température du laboratoire (se renseigner auprès d'un surveillant) :

°C
----

### Instructions pour l'utilisation du chronomètre numérique (stopwatch) :

- (1) Appuyer sur le bouton [MODE] jusqu'à apparition de l'icône COUNT UP
- (2) Pour commencer la mesure, appuyer sur le bouton [START/STOP]
- (3) Pour arrêter la mesure, appuyer sur le bouton [START/STOP] une nouvelle fois
- (4) Pour remettre à zéro, appuyer sur le bouton [CLEAR].

### Procédure expérimentale

Mesurer les volumes des solutions (préalablement décidés) d'acide chlorhydrique, d'eau distillée et de triiodure de potassium (flacon marqué "I<sub>2</sub>") et les transférer dans un flacon réactionnel.

Les concentrations initiales des réactifs dans le mélange réactionnel doivent être comprises dans les intervalles ci-dessous (toute la gamme de concentration ne doit pas nécessairement être testée mais les valeurs choisies ne doivent pas sortir de l'intervalle proposé) :

[H<sup>+</sup>] : entre 0.2 et 1.0 M

[I<sub>3</sub><sup>-</sup>] : entre 0.0005 et 0.002 M

[acétone] : entre 0.5 et 1.5 M

Pour initier la réaction, ajouter le volume préalablement choisi en acétone au flacon réactionnel contenant les autres réactifs, boucher rapidement le flacon réactionnel, déclencher le chronomètre, agiter vigoureusement le flacon et le poser sur la place de travail sur une feuille blanche.

Reporter les volumes de réactifs utilisés dans le tableau fourni en (a) ci-dessous. Lors de la mise en route ainsi que pendant la réaction, ne pas tenir ou toucher le flacon sous le niveau du liquide. Le suivi de la réaction peut être effectué visuellement en observant la disparition de la couleur jaune-brun due à l'ion triiodure dans la solution. Noter le temps au bout duquel la couleur de la solution disparaît. Lorsque la réaction est terminée, laisser le flacon fermé afin de ne pas laisser les vapeurs d'iodoacétone s'échapper. Répéter l'opération autant de fois que nécessaire avec des concentrations de réactifs différentes.

Reporter les concentrations des réactifs utilisées dans les tableaux en (c) ci-dessous. *Indice : Ne changer qu'une concentration de réactif à la fois.*

Une fois la vitesse de la réaction de l'acétone étudiée, procéder de façon identique avec l'acétone- $d_6$ . Contrairement à l'acétone, fournie en grande quantité, le volume d'acétone- $d_6$  mis à disposition est seulement de 3.0 mL, compte-tenu du coût onéreux des produits isotopiquement marqués. Toute demande supplémentaire d'acétone- $d_6$  sera d'office sanctionnée d'une pénalité d'un point. **Au moment de son utilisation, appeler un(e) des assistant(e)s présent dans le laboratoire pour qu'il/elle vous ouvre l'ampoule scellée.** Les réactions faisant intervenir des composés deutérés étant généralement plus lentes que celles mettant en jeu des composés non-deutérés, il est conseillé d'utiliser des conditions favorisant une réaction plus rapide lors de l'utilisation de  $(CD_3)_2CO$ .

Une fois le travail terminé :

- vider la bouteille d'eau distillée et la reposer avec le matériel non-utilisé dans la boîte marquée "Kit #1";
- déposer les pipettes utilisées ainsi que les flacons fermés dans les conteneurs appropriés situés sous les chapelles;
- déposer les ampoules d'acétone- $d_6$  vides dans le conteneur « **Broken Glass Disposal** »;

L'espace de travail qui vous est assigné sera à ranger après l'instruction **STOP**.



Nom:

Code: CHE

a. Reporter les volumes choisis lors de l'étude de la réaction avec l'acétone ( $\text{CH}_3$ )<sub>2</sub>CO dans le tableau ci-dessous. *Il n'est pas nécessaire de remplir le tableau en entier.*

Expérience #	Volume de la solution d'HCl, mL	Volume d' H <sub>2</sub> O, mL	Volume de solution d'I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , mL	Volume de (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, mL	Temps pour la disparition d'I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Reporter les volumes choisis lors de l'étude de la réaction avec l'acétone-*d*<sub>6</sub>, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO, dans le tableau ci-dessous. *Il n'est pas nécessaire de remplir le tableau en entier.*

Expérience #	Volume de solution d'HCl, mL	Volume d'H <sub>2</sub> O, mL	Volume de solution d'I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , mL	Volume de (CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, mL	Temps pour la disparition d'I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , s
1d					
2d					
3d					
4d					

Nom:

Code: CHE

e. Utiliser les tableaux ci-dessous pour reporter les concentrations de réactifs utilisées et calculer la vitesse moyenne des réactions étudiées. Le volume de chaque mélange réactionnel sera considéré égal à la somme des volumes de chacune des solutions de réactifs. **Pour le calcul des constantes de vitesse  $k$  (questions e et f), il n'est pas nécessaire de tenir compte de l'ensemble des expériences, mais il faut indiquer lesquelles sont prises en compte dans le calcul de  $k$  en cochant la case correspondante (« Oui » ou « Non »).**

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

Expérience #	[H <sup>+</sup> ] initiale, M	[I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] initiale, M	[(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO] initiale, M	Vitesse moyenne de disparition de I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , M s <sup>-1</sup>	Expérience utilisée pour le calcul de $k_H$ ?	
					<i>Oui</i>	<i>Non</i>
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**

Expérience #	[H <sup>+</sup> ] initiale, M	[I <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] initiale, M	[(CD <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO] initiale, M	Vitesse de disparition de I <sub>3</sub> <sup>-</sup> , M s <sup>-1</sup>	Expérience utilisée pour le calcul de $k_D$ ?	
					<i>Oui</i>	<i>Non</i>
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"/>

Nom:

Code: CHE

d. Donner les ordres partiels de réaction (nombres entiers) de l'acétone, du triiodure et du ion hydronium.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. Calculer la constante de vitesse  $k_H$  pour la réaction de l'acétone  $(CH_3)_2CO$ , et indiquer l'unité.

$k_H =$

f. Calculer la constante de vitesse  $k_D$  pour la réaction de l'acétone- $d_6$ ,  $(CD_3)_2CO$ , et calculer la valeur de  $k_H/k_D$  (effet isotopique de la réaction).

$k_D =$

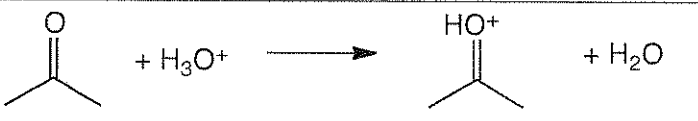



$k_H/k_D =$

Nom:

Code: CHE

g. À partir de l'étude cinétique et des mesures de l'effet isotopique, il est possible de tirer certaines conclusions concernant le mécanisme de la réaction. Un mécanisme raisonnable pour l'iodation de l'acétone se trouve dans le tableau ci-dessous. Une des étapes est l'étape cinétiquement déterminante (ECD) de la réaction ; toutes les étapes précédant celle-ci sont considérées comme atteignant rapidement un équilibre favorisant les réactifs.

Dans la première colonne, mettre le signe ✓ si la *loi de vitesse déterminée expérimentalement* (question d) est **cohérente** avec le fait que cette étape soit cinétiquement déterminante, et mettre le signe X si la loi de vitesse mesurée n'est **pas cohérente** avec le fait que cette étape soit cinétiquement déterminante. Dans la deuxième colonne, mettre le signe ✓ si *l'effet isotopique mesuré expérimentalement* (question f) est **cohérent** avec le fait que cette étape soit cinétiquement déterminante, et mettre le signe X si l'effet isotopique mesuré n'est **pas cohérent** avec le fait que cette étape soit cinétiquement déterminante.

	ECD cohérente avec la loi de vitesse ?	ECD cohérente avec l'effet isotopique ?
		
		
		
		

# Instructions (Tâche 2)

- Cette examen comporte 13 pages pour la tâche 2 et les feuilles-réponse
- Vous disposez de 15 minutes pour lire l'examen avant de commencer l'expérience.
- Vous disposez de **2 heures 45 minutes** pour terminer la **tâche 2**. Lorsque vous organiserez votre travail, tenez compte du fait que l'une des étapes nécessite 30 minutes.
- Commencez uniquement quand l'instruction "**START**" vous est donnée. Vous devez arrêter votre travail immédiatement quand l'instruction "**STOP**" est donnée. Si vous mettez plus de 5 minutes à vous arrêter, vous serez exclu de l'examen pratique. Après l'instruction "**STOP**", **attendez à votre place de travail**. Un(e) assistant(e) viendra vérifier l'état de votre place de travail. Les éléments suivants **devront être laissés à la place de travail** :

Les instructions et les feuilles-réponse (ce document).

La plaque CCM dans un sachet en plastique avec votre numéro d'étudiant

Le flacon marqué « Product ».

- Vous devez suivre les **règles de sécurité**, données dans le règlement des IChO. Lorsque vous êtes dans le laboratoire, vous devez porter **des lunettes de sécurité**, ou vos propres lunettes si elles ont été validées par un(e) assistant(e). Utilisez la **propipette** fournie. Le port de **gants** peut être utile quand vous manipulez des produits chimiques.
- Si vous enfreignez les règles de sécurité, vous ne recevrez **qu'UN SEUL AVERTISSEMENT** d'un(e) assistant(e). La seconde fois, vous serez exclu de l'épreuve pratique avec zéro point pour la totalité de l'examen.
- N'hésitez pas à demander à l'un(e) des assistant(e)s si vous avez une question concernant la sécurité ou si vous avez besoin de quitter la salle.
- Vous n'êtes autorisé à travailler que dans l'espace qui vous est alloué.
- Utilisez seulement le stylo fourni et non pas un crayon à papier, pour écrire vos réponses.
- Utilisez la calculatrice fournie.
- Tous les résultats doivent être écrits dans les cases des feuilles-réponse prévues à cet effet. Tout ce qui sera écrit en dehors ne sera pas compté. Utilisez le verso des feuilles si vous avez besoin de papier brouillon.
- Utilisez le récipient étiqueté "**Broken Glass Disposal**", pour jeter les flacons usagés.
- Utilisez le récipient étiqueté "**Liquid Waste**", pour jeter les solutions utilisées.
- À l'exception du premier incident, vous serez pénalisé si vous demandez de nouveaux produits ou faites remplacer la verrerie cassée. Chaque incident au-delà du premier provoquera la **perte d'un point** sur les 40 que comporte l'examen pratique.
- Si un point ne vous semble pas clair, vous pouvez demander la version officielle de l'examen en anglais.



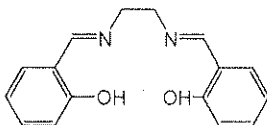
## Produits chimiques et matériel (Tâche 2)

Produits chimiques (la mention figurant sur l'étiquette de chaque produit est indiquée en gras)

	Phrase de risques <sup>+</sup>	Phrase de sécurité <sup>+</sup>
<b>(salen)H<sub>2</sub></b> , <sup>a</sup> ~1,0 g <sup>b</sup> dans un flacon	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> dans un flacon	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
<b>Lithium chloride solution</b> (solution de chlorure de lithium), LiCl, solution 1M dans l'éthanol, 12 mL dans une bouteille	R11 R36/38	S9 S16 S26
<b>Éthanol</b> , 70 mL dans une bouteille	R11	S7 S16
Acétone, (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO, 100 mL dans une bouteille	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
<b>(salen*)MnCl<sub>x</sub></b> , <sup>c</sup> ~32 mL d'une solution ~3,5 mg/mL <sup>b</sup> dans une bouteille		
KI <sub>3</sub> , solution aqueuse ~0.010 M <sup>b</sup> , 50 mL dans une bouteille, marquée "I <sub>2</sub> ".		
<b>Ascorbic Acid</b> (Acide ascorbique), solution aqueuse ~0,030 M <sup>b</sup> , 20 mL dans une bouteille		
<b>1% Starch</b> (amidon 1% ), solution aqueuse, 2 mL dans une bouteilles		
<b>TLC plate</b> (Plaque CCM) – une plaque de 5 cm × 10 cm de gel de silice dans un sachet en plastique		

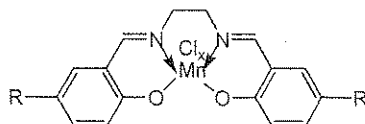
<sup>+</sup> Voir page 5 pour la définition des phrases de risques et de sécurité.

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



<sup>b</sup> La valeur exacte est indiquée sur l'étiquette.

<sup>c</sup> (salen\*)MnCl<sub>x</sub> (les deux groupes R sont identiques et peuvent être H ou COOH ou SO<sub>3</sub>H):



**Matériel****Usage commun:** Balance

- Deux **statifs** avec des **pinceaux** situés sous la chapelle comportant votre numéro
- Un **agitateur magnétique chauffant**
- Une **règle de 300 mm**
- Un **crayon**

**Kit #2:**

- Deux **Erlenmeyers de 250 mL** (un pour la synthèse et un pour la cristallisation)
- Un **cylindre graduée de 50 mL**
- Un **barreau d'agitation magnétique de 20 mm**
- Un **entonnoir Hirsch**
- **Papiers filtres circulaires** pour l'entonnoir Hirsch et pour la cuve CCM
- Une **fiolle à vide de 125 mL pour la filtration sous vide**
- Un **adaptateur en caoutchouc** pour la fiolle à vide
- Un **bain à glace en plastique de 0.5 L**
- Une **baguette de verre**
- Deux **pipettes en plastique de 1 mL** (voir le dessin à droite)
- Une **spatule en plastique**
- Un **flacon vide de 4 mL avec bouchon**, marqué « Product » pour le produit de la réaction

**Kit #3:**

- Trois **petits flacons vides à bouchon** (pour les solutions CCM)
- Dix **capillaires (100 mm)** pour déposer les solutions sur la plaque CCM
- Un **verre de montre** (pour la cuve CCM)
- Un **bécher de 250 mL** à utiliser comme cuve CCM

**Kit #4:**

- Une **burette de 25 mL** prête à l'usage
- Un **petit entonnoir en plastique**
- Quatre **Erlenmeyers de 125 mL**
- Une **propipette**
- Une **pipette volumétrique de 10 mL**
- Une **pipette volumétrique de 5 mL**



## Phrases de risques et sécurité (Tâche 2)

R11 Extrêmement inflammable

R36/37/38 Irritant pour les yeux, les voies respiratoires et la peau

R62 Risque possible de réduction de la fertilité

R63 Risque possible de malformation fœtale

R66 L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau

R67 L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges

S7 Conserver le récipient bien fermé

S9 Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé

S16 Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles, ne pas fumer

S26 En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste

S28A Après contact avec la peau, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau

S37 Porter des gants appropriés

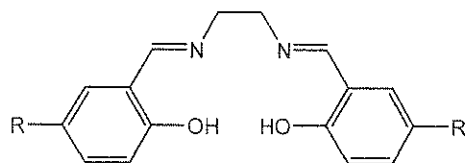
S37/39 Porter des gants appropriés et un appareil de protection des yeux/du visage

S45 En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette)

**Tâche 2****22% du total****Synthèse d'un Complexe de Salen de Manganèse et Détermination de la Formule du Produit**

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

Les complexes des métaux de transition du block  $3d$  avec le ligand bis(salicylidene)-ethylenediamine (salen) se sont révélés être des catalyseurs efficaces pour de nombreuses réactions rédox en synthèse organique.



(salen) $H_2$ , R = H

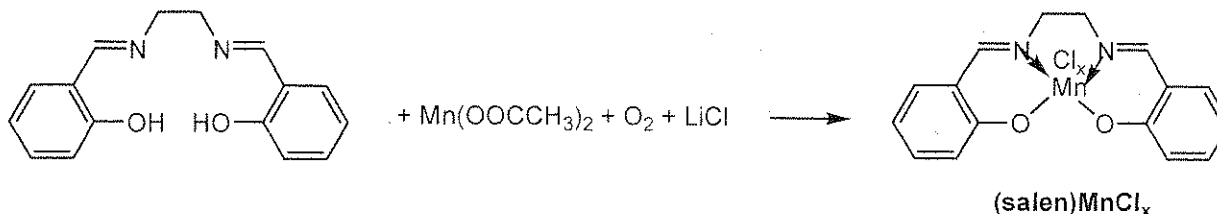
(salen\*) $H_2$ , R = H ou COOH ou  $SO_3H$

La faculté qu'a le ligand salen à stabiliser les états d'oxydation élevés des éléments du block  $3d$  est importante dans ce type de chimie. En particulier, différents complexes du manganèse avec des états d'oxydation compris entre +2 et +5 peuvent être obtenus en fonction des conditions de réaction. Dans cette tâche, il vous est demandé de préparer un complexe salen-manganèse en faisant réagir du (salen) $H_2$  avec de l'acétate de Mn(II) dans l'éthanol, à l'air libre et en présence de chlorure de lithium. Dans les conditions de cette tâche, vous obtiendrez un complexe de formule (salen)MnCl $_x$ , avec  $x = 0$  ou 1 ou 2 ou 3.

Vous devrez : i) déterminer la masse du produit, ii) caractériser la pureté du produit préparé par chromatographie sur couche mince (CCM) et iii) déterminer l'état d'oxydation du métal dans le complexe par titrage iodométrique rédox. Pour le titrage rédox, vous disposerez d'une solution d'un complexe analogue, (salen\*)MnCl $_x$ , préalablement préparée. Dans cet analogue, le manganèse est dans le même état d'oxydation que dans le produit que vous avez préparé, et les substituants R du cycle benzénique sont H ou COOH ou  $SO_3H$ .

*Veillez lire la description complète de la tâche et planifiez votre travail avant de commencer.*

*Certaines manipulations doivent être réalisées en parallèle afin de terminer dans le temps imparti.*

**Procédure:****A. Synthèse de (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Garder 2-3 cristaux de (salen)H<sub>2</sub> dans un flacon. Ils seront utilisés plus tard lors de l'analyse CCM.
- 2) Transférer l'échantillon pré-pesé de ~1.0 g de (salen)H<sub>2</sub> dans un Erlenmeyer de 250 mL contenant un barreau magnétique. Ajouter 35 mL d'éthanol absolu.
- 3) Placer l'Erlenmeyer sur la plaque chauffante/agitateur magnétique. Chauffer sous agitation constante jusqu'à dissolution du solide (en général, la dissolution est terminée lorsque la température approche le point d'ébullition de l'éthanol). Ensuite, abaisser la température afin de maintenir le mélange juste en dessous de son point d'ébullition. Ne pas porter le mélange à ébullition (vérifier que le col de l'Erlenmeyer reste froid). Utiliser un morceau de papier pour tenir l'Erlenmeyer s'il est trop chaud pour être tenu à main nue.
- 4) Retirer l'Erlenmeyer de la plaque chauffante et y ajouter l'échantillon pré-pesé de ~1.9 g de Mn(OAc)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O. Une couleur brune foncée apparaît. Remettre immédiatement l'Erlenmeyer sur la plaque chauffante et chauffer sous agitation pendant 15 min. Ne pas porter le mélange à ébullition (vérifier que le col de l'Erlenmeyer reste froid).
- 5) Retirer l'Erlenmeyer de la plaque chauffante et y ajouter la solution éthylique de LiCl 1 M (12 mL, en excès). Remettre l'Erlenmeyer sur la plaque chauffante et chauffer sous agitation pendant 10 min. Ne pas porter le mélange à ébullition (vérifier que le col de l'Erlenmeyer reste froid).
- 6) Ensuite, retirer l'Erlenmeyer de la plaque chauffante et le placer dans un bain de glace pendant 30 min pour cristalliser. Frotter légèrement la paroi intérieure de l'Erlenmeyer à l'aide de la baguette de verre, sous la surface du liquide, toute les 5 min afin d'accélérer la cristallisation de (salen)MnCl<sub>x</sub>. Les premiers cristaux apparaîtront dans un intervalle de temps de 10-15 min.
- 7) Utiliser le tuyau d'aspiration situé dans la chapelle (la vanne correspondante est marquée « Vacuum ») et filtrer sous vide à l'aide de l'entonnoir Hirsch et de la fiole à vide. Laver le solide avec quelques gouttes d'acétone en utilisant une pipette en plastique, sans déconnecter la fiole du tuyau d'aspiration. Laisser le solide sur le filtre et continuer l'aspiration pendant 10-15 minutes afin de le sécher.

- 8) Transférer le produit solide dans le flacon (préalablement pesé) marqué « Product ». Déterminer sa masse,  $m_p$ , et la reporter dans la case ci-dessous. Aussi y reporter les masses des réactifs utilisés lors de la synthèse :  $(\text{salen})\text{H}_2$ ,  $m_S$ , et  $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $m_{Mn}$ .
- 9) Placer dans un sachet en plastique le flacon étiqueté contenant le produit.

Masse du flacon (pour le produit) vide : \_\_\_\_\_ g

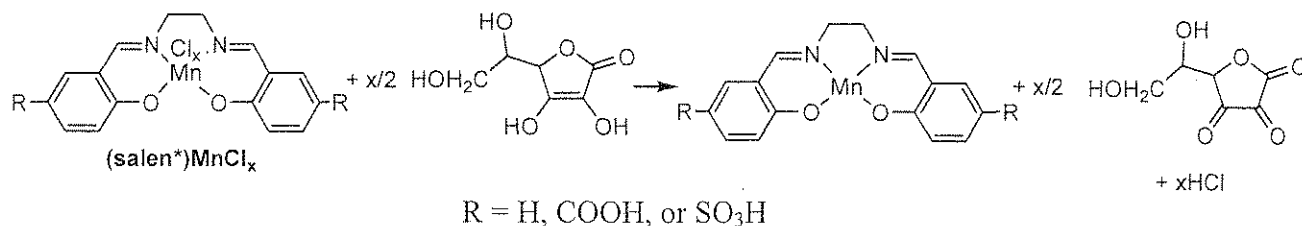
Masse du flacon avec le produit séché : \_\_\_\_\_ g

Masse du produit,  $m_p$  : \_\_\_\_\_ g

Masse de  $(\text{salen})\text{H}_2$  (recopier la valeur de l'étiquette),  $m_S$  : \_\_\_\_\_ g

Masse de  $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (recopier la valeur de l'étiquette),  $m_{Mn}$  : \_\_\_\_\_ g

### B. Analyse volumétrique de l'échantillon de (salen\*)MnCl<sub>x</sub> fourni



#### Utilisation de la propipette

- 1) Placer la propipette sur la pipette
- 2) Presser fermement le bulbe en caoutchouc
- 3) Presser le bouton marqué d'une flèche vers le haut afin de faire monter la solution dans la pipette
- 4) Presser le bouton marqué d'une flèche vers le bas afin de faire sortir la solution

**Remarque :** Les pipettes et la burette sont prêtes à l'emploi et n'ont pas besoin d'être conditionnées.

- 1) Transférer dans un Erlenmeyer de 125 mL, à l'aide d'une pipette volumétrique, 10.00 mL de la solution de (salen\*)MnCl<sub>x</sub> fournie
- 2) Ajouter 5.00 mL de solution d'acide ascorbique et bien mélanger. Laisser reposer la solution pendant 3-4 min.
- 3) Afin d'éviter l'oxydation de l'acide ascorbique par O<sub>2</sub>, titrer immédiatement la solution à l'aide de KI<sub>3</sub> en utilisant 5 gouttes de solution d'amidon (« 1% starch ») comme indicateur. Au point d'équivalence, la couleur bleue ou bleu-vert doit persister au moins 30 sec.
- 4) Si le temps le permet, effectuer 1-2 titrages supplémentaires afin d'améliorer la précision du résultat.

Reporter les résultats de la/les titrage(s) dans le tableau ci-dessous :

#	Volume de solution de KI <sub>3</sub> dans la burette avant titrage, mL	Volume de solution de KI <sub>3</sub> dans la burette après titrage, mL	Volume équivalent de solution de KI <sub>3</sub> utilisé pour le titrage, mL
1			
2			
3			

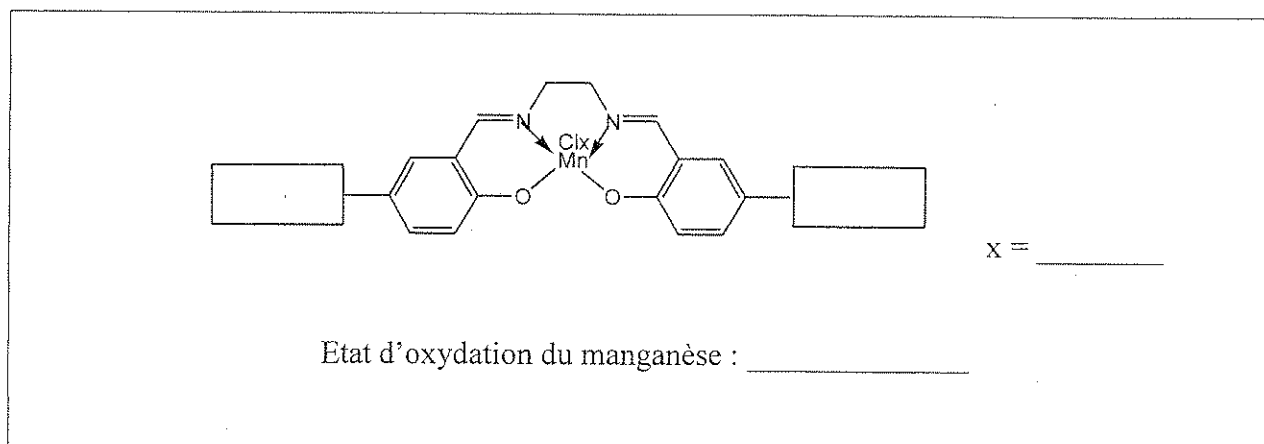
i. Indiquer le volume équivalent (choisi ou moyenné) de solution de  $\text{KI}_3$  (en mL) qui sera utilisé lors des calculs de la masse molaire de  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$  :

Volume de solution de  $\text{KI}_3$  utilisé pour les calculs : \_\_\_\_\_ mL

Concentration de  $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$  (à reporter de l'étiquette) : \_\_\_\_\_ mg/mL

Concentration d'acide ascorbique (à reporter de l'étiquette) : \_\_\_\_\_ M

ii. A l'aide des mesures et du tableau ci-dessous, déterminer la valeur de  $x$ , l'état d'oxydation du manganèse et la nature du substituant sur le ligand salen ( $R = H, COOH, SO_3H$ ).



R	x	(Masse molaire théorique)/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. Caractérisation CCM de (salen)MnCl<sub>x</sub>**

- 1) Dissoudre quelques cristaux de (salen)MnCl<sub>x</sub>, synthétisés auparavant, dans quelques gouttes d'éthanol absolu en utilisant un flacon et une pipette en plastique.
- 2) Dissoudre les cristaux de (salen)H<sub>2</sub>, mis de côté au début, dans quelques gouttes d'éthanol absolu, en utilisant un autre flacon.
- 3) Si nécessaire, utiliser les ciseaux (disponibles auprès de l'assistant(e) sur demande) afin d'ajuster les dimensions de la plaque CCM à la taille du bécher utilisé comme cuve CCM.
- 4) Plier ou couper un grand papier filtre circulaire et le placer dans le bécher afin qu'il en occupe toute la hauteur. Ceci est nécessaire afin de saturer la cuve CCM en vapeur d'éthanol. Ajouter de l'éthanol dans le bécher afin d'imbiber le papier filtre et remplir le fond avec 3-4 mm de solvant. Couvrir le bécher avec le verre de montre.
- 5) Dessiner la ligne de base sur la plaque CCM.
- 6) Déposer les deux solutions sur la plaque CCM à l'aide de tubes capillaires.
- 7) Développer la plaque CCM dans le bécher, couvert par le verre de montre, pendant 10-15 min.
- 8) Marquer sur la plaque CCM la ligne de front ainsi que les taches colorées à l'aide du crayon.
- 9) Sécher la plaque CCM à l'air et la remettre dans le sachet en plastique
- 10) Calculer les R<sub>f</sub> de (salen)H<sub>2</sub> et (salen)MnCl<sub>x</sub>.