



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Açıklamalar (Deney 1)

- Deney 1 için sınav ve cevap kağıdı toplam 10 sayfadır.
- Deneye başlamadan önce kitapçığı okumak için **15** dakikanız vardır.
- Deney 1'i bitirebilmek için **2 saat 15 dakika** süreniz vardır.
- **START** komutu verildiğinde deneye başlayınız. **STOP** komutu verildiğinde deney yapmayı hemen bırakınız. 5 dakikalık gecikme, deney sınavınızın iptal olmasına sebep olacaktır. **STOP** komutu verildiğinde **size ayrılan laboratuvar alanında** bekleyiniz. Laboratuvar görevlisi, sizin laboratuvar alanınızı kontrol edecektir. Aşağıdakileri **laboratuvar tezgahının üzerine bırakınız**:

Deney kitapçığı ve cevap kağıtları (Bu kitapçık)

- IChO düzenlemelerinde belirtilen **güvenlik kurallarına** uymanız beklenmektedir. Laboratuvardayken, **laboratuvar gözlüğünü** her zaman takınız. Kimyasal maddeleri elinizde **eldiven** yokken kullanmayınız.
- Güvenlik kurallarını çiğnediğinizde, laboratuvar görevlisi tarafından **bir kere uyarılacaksınız**. Tekrar edilmesi durumunda laboratuvardan atılacaksınız ve deney sınavından sıfır puan alacaksınız.
- Güvenlik kuralları ile ilgili sorularınız olduğunda ve laboratuvardan ayrılmanız gerektiğinde laboratuvar görevlisine danışınız.
- Sadece size ayrılan laboratuvar alanında çalışabilirsiniz.
- Cevap kağıtlarını sadece size verilen tükenmez kalem ile doldurunuz. Kurşun kalem kullanmayınız.
- Sadece size verilen hesap makinesini kullanınız. Kendi hesap makinenizi kullanmanıza izin verilmeyecektir.
- Tüm cevaplar, cevap kağıdında ayrılan uygun alana yazılmalıdır. Herhangi başka yere yazılan cevaplar, değerlendirilmeyecektir. Karalama kağıdına ihtiyacınız varsa, arka sayfaları bu amaç için kullanabilirsiniz.
- Kullanılmış vialleri, üzerinde "**Used Vials**" etiketi bulunan kaplara kapaklarını kapatarak atınız.
- Sıvı atıkları üzerinde "**Liquid Waste**" etiketi bulunan kaplara atınız.
- Açılmış ampül üzerinde "**Broken Glass Disposal**" etiketi bulunan kaplara atınız.
- Size verilen kimyasal maddelerde ve laboratuvar gereçlerinde, kırılma veya bitme durumunda, ilk defaya mahsus olarak cezasız alabileceksiniz. Fakat her tekrarlandığında **birer puan** kaybedeceksiniz (40 puanlık deney sınavı üzerinden). Bu kural uygulanacaktır.
- Eğer isterseniz bu sınavın İngilizce versiyonunu alabilirsiniz.

Kimyasal Maddeler ve Gereçler (Deney 1)

Kimyasal maddeler(Etiket üzerinde yazanlar koyu fontta belirtilmiştir.)

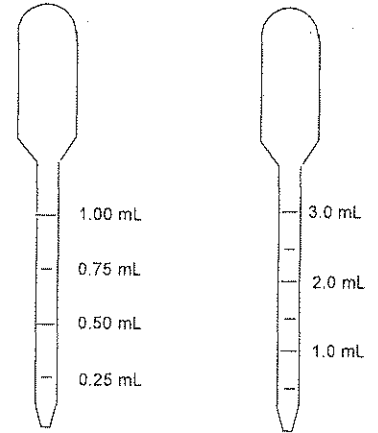
	Risk Kodu ⁺	Güvenlik Kodu ⁺
~2 M HCl, * sulu çözelti, 50 mL'lik şişede	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI ₃ , * sulu çözelti, 10 mL'lik şişede, “I ₂ ” olarak etiketli.		
Aseton, (CH ₃) ₂ CO, MA = 58.08 g mol ⁻¹ , yoğunluk = 0.791 g mL ⁻¹ , 10.0 mL'lik vialde.	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetone-d ₆ , (CD ₃) ₂ CO, MA = 64.12 g mol ⁻¹ , yoğunluk = 0.872 g mL ⁻¹ , 3.0 mL'lik ampülde	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Risk ve güvenlik kodları için 3. Sayfadaki açıklamaları okuyabilirsiniz.

* Tam olarak ölçülmüş molarite değerleri etiketin üzerinde verilmiştir.

Gereçler - Kit #1

- Saf su ile dolu bir cam şişe (Lab tezgahı üzerinde olabilir).
- 15 tane 20 mL'lik vidalı kapaklı cam vial.
- 10 tane 1 mL'lik plastik transfer pipeti (0.25 mL'lik dereceli-yandaki şekile bakınız).
- 10 tane 3 mL'lik plastik transfer pipeti (0.50 mL'lik dereceli-yandaki şekile bakınız).
- Bir tane dijital kronometre.



Risk ve Güvenlik Kodları (Deney 1)

R11 Yüksek derecede yanıcı

R34 Yanıklara sebep olur

R36 Gözde tahrişe neden olur

R37 Solunum sisteminde tahrişe neden olur

R66 Tekrarlanan maruziyet deride kuruluk ve çatlaklara sebep olabilir.

R67 Buharları solumak baş dönmesi ve bulantıya sebep olabilir.

S9 İyi havalandırılmış bir yerde saklayınız

S16 Kıvılcım kaynağından uzak tutunuz

S26 Göz ile temas ettiğinde bol su ile yıkayınız ve tıbbi yardım isteyiniz

S45 Kaza anında veya iyi hissetmediğinizde hemen tıbbi yardım isteyiniz

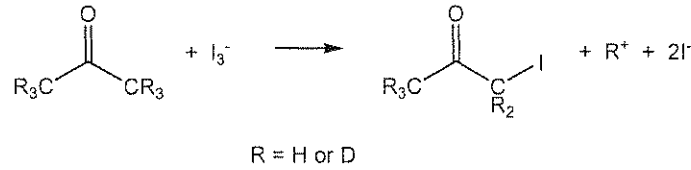
Deney 1**Toplam puanın %18'i ağırlıkta**

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

Kinetik, İzotop Etkisi ve Asetonun İyotlanma Tepkimesinin Mekanizması

Kimyasal tepkimelerin mekanizmalarının bulunması, katalizör ve sentez çalışmaları için önemlidir. Tepkime mekanizması açıklamalarında kullanılan en kuvvetli araçlardan biri kinetik çalışmalarıdır. Çünkü tepkime koşullarına göre değişen tepkime hızı, tepkime mekanizmasını belirler. Bir diğer kuvvetli araç da, izotop etiketli moleküllerin kullanılmasıdır. İzotoplar benzer reaktiviteye sahip olmalarına rağmen, farklı atom ağırlıklarından dolayı tepkime hızında az bir değişikliğe sebep olurlar.

Bu deneyde, asidik sulu çözeltide asetonun iyotlanma tepkimesinin mekanizmasının açıklanmasında her iki araç; kinetik ve izotop etkisi, kullanılacaktır.



Bu tepkimenin hız kanunu şu şekilde yazılır:

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

k, tepkime sabiti, m, n ve p sizin deney sonucunda bulmanız beklenen tam sayılı tepkime dereceleri. Ayrıca izotop etkisi ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) çalışmaları için asetonun reaktivliğini aseton- d_6 (altı tane protonun (^1H) döteryum (^2H , D) ile değiştirilmiş hali)'nin reaktivliği ile karşılaştıracaksınız. Bütün bu bilgileri kullanarak tepkime mekanizması hakkında çıkarımlarda bulunacaksınız.

Deneye başlamadan önce bütün açıklama ve prosedürleri okuyup, çalışma planını yapınız.

Prosedür

Tepkime hızı sıcaklığa bağlıdır. Oda sıcaklığını laboratuvar görevlisine sorup aşağıdaki kutuya kaydediniz:

°C

Dijital kronometre kullanım kılavuzu:

- (1) [MODE] butonuna COUNT UP ikonu görününceye kadar basınız.
- (2) Zamanı başlatmak için [START/STOP] butonuna basınız.
- (3) Zamanı durdurmak için [START/STOP] butonuna basınız.
- (4) Zamanı sıfırlamak için [CLEAR] butonuna basınız.

Genel Prosedür

Sizin belirlediğiniz hacimlere sahip, HCl, saf su ve KI₃ çözeltilerini (I₂ olarak etiketli), tepkime viallerine koyunuz. Reaktiflerin başlangıç derişimleri, aşağıda verilen aralıklarda olmalıdır. Tüm derişim aralığını taramanıza gerek yoktur ve bu aralığın dışına da çıkılmamalıdır:

[H⁺]: 0.2 ve 1.0 M arasında

[I₃⁻]: 0.0005 ve 0.002 M arasında

[aseton]: 0.5 ve 1.5 M arasında

Tepkimeyi başlatmak için sizin belirlediğiniz hacimdeki asetonu, diğer reaktifleri içeren tepkime vialine ekleyiniz, hızlıca kapağını sıkıca kapatınız, kronometreyi hemen başlatınız, viali bir kere kuvvetlice çalkalayınız ve sonra beyaz bir zemin üzerine (kağıt veya peçete) bırakınız. Kullandığınız reaktiflerin hacmini (a) kısmındaki tabloya yazınız. Tepkimeleri hazırlarken ve tepkime esnasında viallere, içindeki sıvı hizasının altından dokunmayınız veya tutmayınız. Tepkimenin bitişi I₃⁻ iyonunun sarı-kahverengi renginin kaybolmasının görsel olarak izlenmesi ile anlaşılabacaktır. Rengin kaybolması için geçen süreyi kaydediniz. Tepkime tamamlandığında, viali ağız kapalı olarak kenara bırakınız ki iyodoaseton buharına maruz kalmayınız.

Aynı tepkimeyi, reaktiflerin farklı derişimlerini kullanarak, istediğiniz kadar tekrarlayınız. Reaktiflerin derişimlerini (c) kısmındaki tabloya yazınız. İpucu: Her seferinde bir reaktifin derişimini değiştiriniz.

Aseton ile yaptığınız tepkime hızı deneylerini bitirdikten sonra, aseton-d₆'nın tepkime hızını incelemelisiniz. İzotop etiketli kimyasal maddeler çok pahalı olduğundan, sadece 3.0 mL aseton-d₆

İsim Soyisim:

Kod: TUR

ile çalışacaksınız. Bu nedenle, her yeni istenen aseton- d_6 deney sınavından 1 puan kaybetmenize sebep olacaktır. **Aseton- d_6 'yı kullanacağınız zaman, elinizi kaldırarak laboratuvar görevlisini çağırınız ve ampülü sizin için açmasını isteyiniz.** Döteryum ile etiketlenmiş bileşiklerin tepkimeleri, protonlu hallerine göre genel olarak daha yavaştır. Bu nedenle, aseton- d_6 ile çalışırken tepkimeler daha hızlı olacak şekilde tepkime koşullarını ayarlamanızı tavsiye ederiz.

Deneyleri bitirdiğinizde:

- Su şişesini boşaltınız ve diğer kullanmadığınız gereçlerle birlikte "Kit #1" kutusuna koyunuz;
- Kullanılmış pipetleri ve kapalı vialleri, çeker ocağın içindeki belirtilen kaplara atınız;
- Boş ampülleri, **Broken Glass Disposal** yazılı kaba atınız.

Eğer laboratuvar alanınızı temizlemek isterseniz STOP komutundan sonra yapınız.

İsim Soyisim:

Kod: **TUR**

a. Aseton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, için yapılmış deney sonuçlarını aşağıdaki tabloya yazınız. *Tüm tabloyu doldurmak zorunda değilsiniz.*

İşlem #	HCl çözelti hacmi, mL	H ₂ O hacmi, mL	I ₃ ⁻ çözelti hacmi, mL	(CH ₃) ₂ CO hacmi, mL	I ₃ ⁻ renginin kaybolma süresi, s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Aseton-d₆, $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, için yapılmış deney sonuçlarını aşağıdaki tabloya yazınız. *Tüm tabloyu doldurmak zorunda değilsiniz.*

İşlem #	HCl çözelti hacmi, mL	H ₂ O hacmi, mL	I ₃ ⁻ çözelti hacmi, mL	(CD ₃) ₂ CO hacmi, mL	I ₃ ⁻ renginin kaybolma süresi, s
1d					
2d					
3d					
4d					

İsim Soyisim:

Kod: TUR _

c. Yaptığınız deneyler için ortalama hızı ve reaktiflerin başlangıç derişimlerini hesaplayınız ve aşağıdaki tabloya yazınız. Her bir tepkime karışımının hacminin, eklenen çözeltilerin hacimlerinin toplamı olduğunu varsayınız. **Tüm deney işlem sonuçlarını k' 'yı hesaplarken (e ve f kısımlarında) kullanmanıza gerek yoktur. Fakat hesaplamalarınızda hangi deney işlem veya deney işlemlerini kullandığınızı en sağdaki kolondaki kutulara işaretleyiniz.**

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

İşlem #	Başlangıç $[\text{H}^+]$, M	Başlangıç $[\text{I}_3^-]$, M	Başlangıç $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- renginin kaybolma hızının ortalaması, M s^{-1}	k_H hesaplamasında kullanılan işlem(ler). Evet Hayır
1					☐ ☐
2					☐ ☐
3					☐ ☐
4					☐ ☐
5					☐ ☐
6					☐ ☐
7					☐ ☐
8					☐ ☐

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

İşlem #	Başlangıç $[\text{H}^+]$, M	Başlangıç $[\text{I}_3^-]$, M	Başlangıç $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- renginin kaybolma hızının ortalaması, M s^{-1}	k_D hesaplamasında kullanılan işlem(ler). Evet Hayır
1d					☐ ☐
2d					☐ ☐
3d					☐ ☐
4d					☐ ☐

d. Aseton, triiyodür, I_3^- , ve hidrojen iyonu, H^+ , için tam sayılı tepkime derecelerini bulunuz.

$$\text{hız} = -\frac{\Delta[I_3^-]}{\Delta t} = k[(CH_3)_2CO]^m[I_3^-]^n[H^+]^p$$

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

e. Aseton, $(CH_3)_2CO$, için hız sabitini, k_H , hesaplayınız ve birimini belirtiniz.

 $k_H =$

f. Aseton- d_6 , $(CD_3)_2CO$, için hız sabitini, k_D , hesaplayınız ve birimini belirtiniz. k_H/k_D (tepkimenin izotop etkisi) değerini hesaplayınız.

 $k_D =$
 $k_H/k_D =$

g. Kinetik ve izotop etkisi verilerine dayanarak, tepkime mekanizması hakkında belirli sonuçlara varabilirsiniz. Aşağıda asetonun iyotlanması için önerilen makul bir tepkime mekanizması verilmiştir. Bu mekanizmadaki bir tepkime **Hız Belirleyen Basamak** (H.B.B.) iken diğerleri hızlı denge tepkimeleridir.

Aşağıdaki tabloda verilen tepkimelerden hangisi veya hangileri, deneysel olarak hesapladığınız hız kanununa (d kısmındaki) göre hız belirleyen basamak olarak görülebilir? Uygun/tutarlı olanlar için ortadaki kutuyu (✓) şeklinde işaretleyiniz. Uygun/tutarlı olmayanlar için X işareti koyunuz.

Aşağıdaki tabloda verilen tepkimelerden hangisi veya hangileri, deneysel olarak hesapladığınız izotop etkisine (f kısmındaki) göre hız belirleyen basamak olarak görülebilir? Uygun/tutarlı olanlar için en sağdaki kutuyu (✓) şeklinde işaretleyiniz. Uygun/tutarlı olmayanlar için X işareti koyunuz.

	Hız kanununa uygun/tutarlı H.B.B. mı?	İzotop etkisine uygun/tutarlı H.B.B. mı?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CH}_3 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2\text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

$$r = [HAc]$$

Açıklamalar (Deney 2)

- Deney 2 için sınav ve cevap kağıdı toplam 13 sayfadır. Bu sayfanın arkasında periyodik tabloyu bulabilirsiniz.
- Deneye başlamadan önce kitapçığı okumak için **15** dakikanız vardır.
- Deney 2'yi bitirebilmek için **2 saat 45 dakika** süreniz vardır.
- **START** komutu verildiğinde deneye başlayınız. **STOP** komutu verildiğinde deney yapmayı hemen bırakınız. 5 dakikalık gecikme, deney sınavınızın iptal olmasına sebep olacaktır. **STOP** komutu verildiğinde **size ayrılan laboratuvar alanında** bekleyiniz. Laboratuvar görevlisi, sizin laboratuvar alanınızı kontrol edecektir. Aşağıdakileri **laboratuvar tezgahının üzerine bırakınız**:

Deney kitapçığı ve cevap kağıtları (Bu kitapçık)

Üzerinde kendi kodunuz yazılı ağzı kapalı plastik torba içinde bir adet TLC plakası

Üzerinde “Product” etiketi olan dolu vial.

- IChO düzenlemelerinde belirtilen **güvenlik kurallarına** uymanız beklenmektedir. Laboratuvardayken, **laboratuvar gözlüğünü** her zaman takınız. Kimyasal maddeleri elinizde **eldiven** yokken kullanmayınız.
- Güvenlik kurallarını çiğnediğinizde, laboratuvar görevlisi tarafından **bir kere uyarılacaksınız**. Tekrar edilmesi durumunda laboratuvardan atılacaksınız ve deney sınavından sıfır puan alacaksınız.
- Güvenlik kuralları ile ilgili sorularınız olduğunda ve laboratuvardan ayrılmanız gerektiğinde laboratuvar görevlisine danışınız.
- Sadece size ayrılan laboratuvar alanında çalışabilirsiniz.
- Cevap kağıtlarını sadece size verilen tükenmez kalem ile doldurunuz. Kurşun kalem kullanmayınız.
- Sadece size verilen hesap makinesini kullanınız. Kendi hesap makinenizi kullanmanıza izin verilmeyecektir.
- Tüm cevaplar, cevap kağıdında ayrılan uygun alana yazılmalıdır. Herhangi başka yere yazılan cevaplar, değerlendirilmeyecektir. Karalama kağıdına ihtiyacınız varsa, arka sayfaları bu amaç için kullanabilirsiniz.
- Sıvı atıkları üzerinde “**Liquid Waste**” etiketi bulunan kaplara atınız.
- Açılmış ampül üzerinde “**Broken Glass Disposal**” etiketi bulunan kaplara atınız.
- Size verilen kimyasal maddeleri ve laboratuvar gereçlerini, kırılma veya bitme durumunda, ilk defaya mahsus olarak cezasız alabileceksiniz. Fakat her tekrarlandığında **birer puan** kaybedersiniz (40 puanlık deney sınavı üzerinden). Bu kural uygulanacaktır.
- Eğer isterseniz bu sınavın ingilizce versiyonunu alabilirsiniz.

Atomic number → Atomic weight Atomic symbol Covalent radius, Å																																					
1	2		3														4	5	6	7	8	9	10	11	12	13		14	15	16	17	18					
1 1.00794 H 0.28																	4 9.01218 Be															5 10.811 B 0.89	6 12.011 C 0.77	7 14.0067 N 0.70	8 15.9994 O 0.66	9 18.9984 F 0.64	10 20.1797 Ne 1.50
3 6.941 Li																	11 22.9898 Na															13 26.9815 Al	14 28.0855 Si 1.17	15 30.9738 P 1.10	16 32.066 S 1.04	17 35.4527 Cl 0.99	18 39.948 Ar 1.80
19 39.0983 K			20 40.078 Ca			21 44.9559 Sc			22 47.867 Ti 1.46	23 50.9415 V 1.33	24 51.9961 Cr 1.25	25 54.9381 Mn 1.37	26 55.845 Fe 1.24	27 58.9332 Co 1.25	28 58.6934 Ni 1.24	29 63.546 Cu 1.28	30 65.39 Zn 1.33	31 69.723 Ga 1.35	32 72.61 Ge 1.22	33 74.9216 As 1.20	34 78.96 Se 1.18	35 79.904 Br 1.14	36 83.80 Kr 1.90														
37 85.4678 Rb			38 87.62 Sr			39 88.9059 Y			40 91.224 Zr 1.60	41 92.9064 Nb 1.43	42 95.94 Mo 1.37	43 97.905 Tc 1.36	44 101.07 Ru 1.34	45 102.906 Rh 1.34	46 106.42 Pd 1.37	47 107.868 Ag 1.44	48 112.41 Cd 1.49	49 114.818 In 1.67	50 118.710 Sn 1.40	51 121.760 Sb 1.45	52 127.60 Te 1.37	53 126.904 I 1.33	54 131.29 Xe 2.10														
55 132.905 Cs			56 137.327 Ba			57-71 La-Lu			72 178.49 Hf 1.59	73 180.948 Ta 1.43	74 183.84 W 1.37	75 186.207 Re 1.37	76 190.23 Os 1.35	77 192.217 Ir 1.36	78 195.08 Pt 1.38	79 196.967 Au 1.44	80 200.59 Hg 1.50	81 204.383 Tl 1.70	82 207.2 Pb 1.76	83 208.980 Bi 1.55	84 208.98 Po 1.67	85 (209.99) At	86 (222.02) Rn 2.20														
87 (223.02) Fr			88 (226.03) Ra			89-103 Ac-Lr			104 (261.11) Rf	105 (262.11) Db	106 (263.12) Sg	107 (262.12) Bh	108 (265) Hs	109 (266) Mt	110 (271) Ds	111 (272) Rg	112 (285) Cn	113 (284) Uut	114 (289) Fl	115 (288) Uup	116 (292) Lv	117 (294) Uus	118 (294) Uuo														
57 138.906 La 1.87			58 140.115 Ce			59 140.908 Pr			60 144.24 Nd 1.81	61 144.91 Pm 1.83	62 150.36 Sm 1.80	63 151.965 Eu 2.04	64 157.25 Gd 1.79	65 158.925 Tb 1.76	66 162.50 Dy 1.75	67 164.930 Ho 1.74	68 167.26 Er 1.73	69 168.934 Tm 1.72	70 173.04 Yb 1.94	71 174.04 Lu 1.72																	
89 (227.03) Ac			90 232.038 Th			91 231.036 Pa			92 238.029 U 1.38	93 (237.05) Np 1.55	94 (244.06) Pu 1.59	95 (243.06) Am 1.73	96 (247.07) Cm 1.74	97 (247.07) Bk 1.72	98 (251.08) Cf 1.99	99 (252.08) Es 2.03	100 (257.10) Fm	101 (258.10) Md	102 (259.1) No	103 (260.1) Lr																	

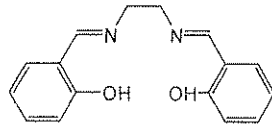
Kimyasal Maddeler ve Gereçler (Deney 1)

Kimyasal maddeler(Etiket üzerinde yazanlar koyu fontta belirtilmiştir.)

	Risk Kodu ⁺	Güvenlik Kodu ⁺
(salen)H ₂ , ^a ~1.0 g ^b vial içinde	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH ₃) ₂ 4H ₂ O, ~1.9 g ^b vial içinde	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Lithium chloride solution, LiCl, 1M etanol içinde çözelti, 12 mL'lik şişede	R11 R36/38	S9 S16 S26
Ethanol, 70 mL'lik şişede	R11	S7 S16
Aseton, (CH ₃) ₂ CO, 100 mL'lik şişede	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl _x , ^c ~32 mL'lik ~3.5 mg/mL ^b çözeltisi.		
KI ₃ , ~0.010 M sulu çözelti, ^b 50 mL'lik şişede, "I ₂ " olarak etiketli.		
Ascorbic Acid, ~0.030 M sulu çözeltisi, ^b 20 mL'lik şişede		
1% Starch, sulu çözeltisi, 2 mL'lik şişede		
TLC plate – bir tane 5 cm × 10 cm silika jel parçası, ağzı kapalı plastik torbada		

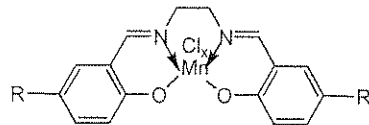
⁺ Risk ve güvenlik kodları için 15. Sayfadaki açıklamaları okuyabilirsiniz.

^a (salen)H₂:



^b Tam değerleri etiketin üzerinde yazılıdır.

^c (salen*)MnCl_x (Her iki R grubu aynı olup H, COOH veya SO₃H olabilir):



İsim Soyisim:

Kod:

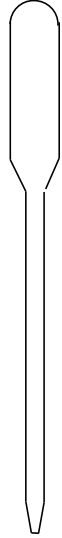
Gereçler

Ortak kullanımda: Hassas terazi

- Üzerinde kodunuz yazılı olan çeker ocağın içinde, **iki adet kısıkaçlı ayak**.
- Bir tane **ısıtıcı-karıştırıcı**
- Bir tane **30 cm'lik cetvel**
- Bir tane **kurşun kalem**

Kit #2:

- İki tane **250 mL'lik Erlen** (biri sentez, diğeri kristallendirme için)
- Bir tane **dereceli silindir**, 50 mL'lik.
- 1 tane **20 mm boyunda oval şeklinde manyetik balık**
- Bir tane **Hirsch hunisi** ve **kauçuk adaptör** (suction flask için)
- Hirsch hunisine ve TLC kabına uygun kesilmiş **Filtre kağıdı** halkaları
- Bir tane **125 mL'lik suction flask (vakum filtrasyonu için)**
- Bir tane 0.5 L'lik **plastik buz banyosu**
- Bir tane **cam çubuk**
- İki tane 1 mL'lik plastik transfer pipeti (Yandaki şekle bakınız)
- Bir tane plastik spatula
- Bir tane boş **4 mL'lik vidasız kapaklı vial**, "Product" olarak etiketli, tepkime ürünü için



Kit #3:

- Üç tane boş **küçük vidalı kapaklı vial** (TLC çözeltileri için)
- 10 tane **kısa kapileri tüp (100 mm'lik)** TLC ekmek için
- Bir tane **saat camı** (TLC kabını kapamak için)
- Bir tane **250 mL'lik beher** (TLC kabı olarak)

Kit #4:

- Bir tane kullanıma hazır **25 mL'lik büret**
- Bir tane **küçük plastik huni**
- 4 tane **125 mL'lik Erlen**
- Bir tane **kauçuk puar (pipetler için)**
- Bir tane **10 mL'lik volumetrik pipet**
- Bir tane **5 mL'lik volumetrik pipet**

İsim Soyisim:

Kod:

Risk ve Güvenlik Kodları (Deney 2)

R11 Yüksek derecede yanıcı

R36/37/38 Gözde, deride ve solunum sisteminde tahrişe neden olur

R62 Olası kısırlılık riski

R63 Doğmamış bebekte olası zarar riski

R66 Tekrarlanan maruziyet deride kuruluk ve çatlaklara sebep olabilir.

R67 Buharları solumak baş dönmesi ve bulantıya sebep olabilir.

S7 Kabı ağzı sıkıca kapalı şekilde saklayınız

S9 İyi havalandırılmış bir yerde saklayınız

S16 Kıvılcım kaynağından uzak tutunuz

S26 Göz ile temas ettiğinde bol su ile yıkayınız ve tıbbi yardım isteyiniz

S28A Deri ile temas ettiğinde bol su ile yıkayınız

S37 Laboruvar gözlüğü takınız

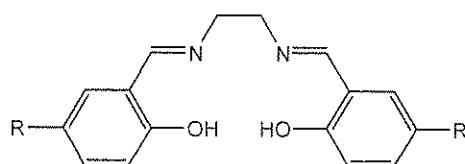
S37/39 Laboratuvar eldiveni ve göz/yüz koruması kullanınız.

S45 Kaza anında veya iyi hissetmediğinizde hemen tıbbi yardım isteyiniz

Deney 2**Toplam puanın %22'si ağırlıkta****Salen Mangan Kompleksinin Sentezi ve Ürünün Kimyasal Formülünün Belirlenmesi**

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

3d elementlerinin bis(salicylidene)ethylenediamine (salen) ligandı ile yaptıkları geçiş metal kompleksleri, organik sentezlerdeki değişik redoks tepkimelerinde etkili katalizörler olarak kullanıldıkları ispatlanmıştır.



(salen) H_2 , R = H

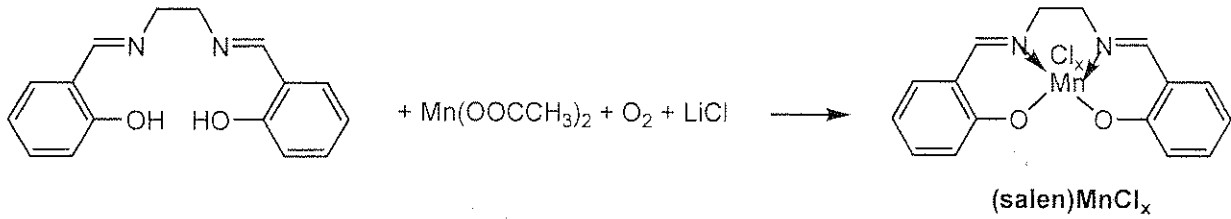
(salen*) H_2 , R = H, COOH, veya SO₃H

Bu konuda, 3d elementlerinin yüksek yükseltgenme basamaklarını kararlı tutma yeteğine sahip olması önemlidir. Özellikle, mangan salen kompleksleri hazırlanırken, tepkime koşullarına bağlı olarak +2'den +5'e kadar farklı yükseltgenme basamakları elde edilebilir. Bu deneyde, (salen) H_2 ve etanol içerisinde Mn(II) asetat ile açık havada lityum klorür varlığındaki tepkimesi ile mangan salen kompleksi hazırlamanız gerekmektedir. Bu koşullarda, (salen)MnCl_x, (x = 0, 1, 2, veya 3) formülüne sahip bir kompleks elde edebilirsiniz.

Bu deneyde: i) Ürünün ağırlığını ölçmeniz, ii) TLC (ince tabaka kromatografisi) kullanarak sentezlediğiniz kompleksin saflığını bulmanız, iii) Metalin yükseltgenme basamağını iyodometrik redoks titrasyonu ile bulmanız gerekmektedir. Redoks titrasyonu için, sizin hazırlayacağınız kompleksin, (salen*)MnCl_x, benzeri verilecektir. Bu verilen komplekste, mangan sizin sentezlediğinizdeki ile aynı yükseltgenme basamağındadır ve benzen halkası üzerindeki R grupları H, COOH, veya SO₃H olabilir.

Deneye başlamadan önce bütün açıklama ve prosedürleri okuyup, çalışma planını yapınız.

Zamanında bitirebilmek için bazı işlemleri paralel yürütmek zorundasınız.

Prosedür:**A. (salen)MnCl_x kompleksinin sentezi**

- 1) Daha sonra TLC deneyinde kullanmak için (salen)H₂ bileşiğinden 2-3 kristali küçük vial içerisine koyup, kenara bırakınız.
- 2) Daha önce tartılmış yaklaşık 1.0 g'lık (salen)H₂ bileşiğini içerisinde manyetik balık olan 250 mL'lik Erleneye aktarınız. Üzerine 35 mL etanol ekleyiniz.
- 3) Erleneyi ısıtıcı-karıştırıcı üzerine koyunuz. Tüm katı çözülene kadar sabit hızda karıştırıp ısıtınız (genelde, çözünme etanolün kaynamasına yakın tamamlanmış olur). Sonra, sıcaklığı kaynama noktasının hemen altına düşürünüz. Erleneyi tuttuğunuz üst kısmının soğuk kalabilmesi için karışımı kaynatmayınız. Eğer erlen çok sıcak ise çıplak el yerine katlanmış kağıt havlu ile tutunuz.
- 4) Erleneyi ısıtıcı-karıştırıcı üzerinden alınız ve üzerine yaklaşık 1.9 g'lık Mn(OAc)₂·4H₂O katısını ekleyiniz. Bunun ardından koyu kahverengi bir renk gözlemlenecektir. Erleneyi, hemen ısıtıcı-karıştırıcı üzerine koyunuz ve 15 dakika daha ısıtmaya ve karıştırmaya devam ediniz. Erleneyi tuttuğunuz üst kısmının soğuk kalabilmesi için karışımı kaynatmayınız.
- 5) Bu sürenin ardından, erleneyi ısıtıcı-karıştırıcı üzerinden alınız ve etanol içindeki 1 M'lık LiCl çözeltisini (12 mL, aşırı olarak) üzerine ekleyiniz. Erleneyi tekrardan ısıtıcı-karıştırıcı üzerine koyunuz ve 10 dakika daha ısıtmaya ve karıştırmaya devam ediniz. Erleneyi tuttuğunuz üst kısmının soğuk kalabilmesi için karışımı kaynatmayınız.
- 6) Bu sürenin ardından, erleneyi ısıtıcı-karıştırıcı üzerinden alıp buz banyosu içerisinde 30 dakika kristallenmesi için bekleyiniz. Her 5 dakikada bir cam çubuk ile erlenin iç çeperlerini, (salen)MnCl_x 'nin kristallenmesini hızlandırmak için hafifçe çiziniz. İlk kristaller, soğutmaya başlar başlamaz veya sadece 10-15 dakika bekledikten sonra görülebilir.
- 7) Çeker ocak içerisindeki ("Vacuum" etiketli vana) vakum sistemini kullanarak, oluşan kristalleri Hirsch hunisi ile suction filtrasyonu yaparak süzünüz. Elde edilen kristal katıyı, erleneyi vakumdan çıkarmadan, plastik transfer pipeti kullanarak bir kaç damla aseton ile yıkayınız. Vakum açık bir şekilde 10-15 dakika açık havada kristalleri kurutunuz.
- 8) Üzerinde "Product" yazılı vialiyi önce tartınız ve içine elde ettiğiniz katı kristalleri koyunuz ve tartınız. Ürünün ağırlığını, m_p , aşağıdaki kutuya yazınız. Ayrıca sentezde kullanılan reaktiflerin ağırlıklarını, (salen)H₂, m_s , ve Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} olarak kutuya yazınız.
- 9) Etiketli vialiyi ağzı kapalı plastik torbaya koyunuz.

İsim Soyisim:

Kod: **TUR**

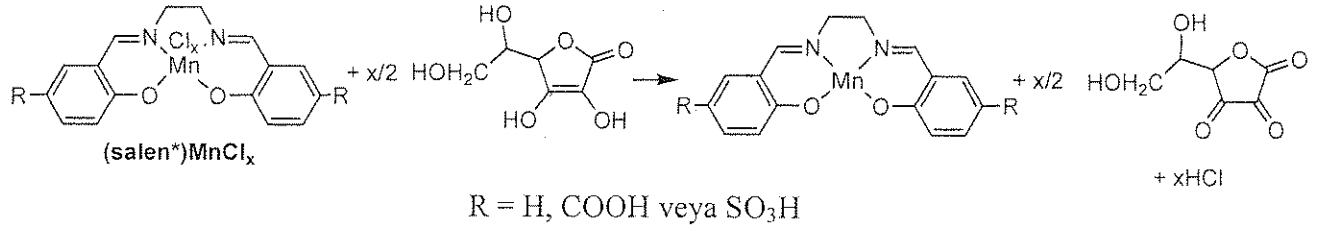
Ürün için kullanılan vialin boş ağırlığı: _____ g

Kurutulmuş ürün içeren vialin ağırlığı: _____ g

Ürünün ağırlığı, m_p : _____ g

(salen) H_2 bileşiğinin ağırlığı (Vial üzerindeki etiketten geçiriniz), m_S :
_____ g

Mn(OOCCH $_3$) $_2 \cdot 4H_2O$ 'nın ağırlığı (Vial üzerindeki etiketten geçiriniz), m_{Mn} :
_____ g

B. Verilen (salen*)MnCl_x kompleksinin volumetrik analizi**Puar kullanımı**

- 1) Puarı pipete takınız.
- 2) Puarı kuvvetlice sıkınız.
- 3) Pipete çözelti almak için puardaki yukarı ok işaretli yeri sıkınız.
- 4) Pipetteki çözeltiyi boşaltmak için puardaki aşağı ok işaretli yeri sıkınız.

Not: Pipetler ve büret kullanıma hazırdır (Temizlemenize gerek yoktur)

- 1) Verilen (salen*)MnCl_x çözeltisinden 10.00 mL'yi pipet ile alıp 125 mL'lik erlene aktarınız.
- 2) Bunun üzerine 5.00 mL askorbik asit çözeltisi ekleyip iyice karıştırınız. Çözeltiyi 3-4 dakika bekletiniz.
- 3) Bu süreden sonra, askorbik asitin havadaki oksijen ile daha fazla yükseltgenmesine sebep olmamak için, beklemeden, 5 damla %1'lik nişasta çözeltisini indikatör olarak ekleyip, KI₃ çözeltisi ile hemen titre ediniz. Mavi yada Mavi-Yeşil renkteki dönüm noktasının en az 30 saniye kalması gerekmektedir.
- 4) Eğer zamanınız varsa, sonucunuzun doğruluğunu arttırabilmek için titrasyonu 1-2 defa daha tekrarlayınız.

Titrasyon deneyinizin sonuçlarını aşağıdaki tabloya yazınız:

#	Titrasyondan önce, bürette okunan KI ₃ çözeltisinin hacim değeri, mL	Titrasyondan sonra, bürette okunan KI ₃ çözeltisinin hacim değeri, mL	Titrasyonda kullanılan KI ₃ çözeltisinin hacmi, mL
1			
2			
3			

İsim Soyisim:

Kod: **TUR**

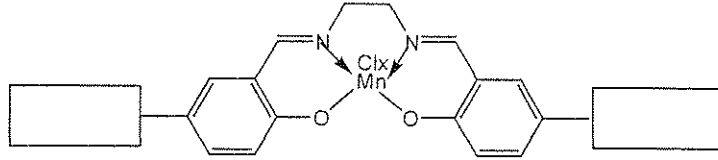
i. (salen*) MnCl_x 'nin formülünü hesaplarken kullanacağınız, titrasyonda harcanan KI_3 çözeltisinin hacmini (seçtiğiniz veya ortalama değeri) aşağıdaki kutuya yazınız:

Hesaplamalarda kullanılan KI_3 çözeltisi hacmi: _____ mL

(salen*) MnCl_x kompleksinin derişimi (Şişenin üzerindeki etiketten): _____ mg/mL

Askorbik asit derişimi (Şişenin üzerindeki etiketten): _____ M

ii. Titrasyon verilerini ve aşağıdaki tabloyu kullanarak, x değerini ve manganın yükseltgenme basamağını bulunuz. Benzen halkası üzerindeki R bağlı grubunun (R = H, COOH, SO₃H) ne olduğunu kutu içerisindeki yerlerine yazınız:



x = _____

Mangan'ın yükseltgenme basamağı: _____

R	x	(Teorik molar ağırlık)/x, g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196

C. (salen)MnCl_x 'nin TLC Analizi

- 1) Sentezlediğiniz (salen)MnCl_x kompleksinden bir kaç tane kristali, bir kaç damla etanolü plastik pipet ile ekleyerek boş bir vial içerisinde çözünüz.
- 2) Daha önce vial içerisinde ayırdığınız 2-3 (salen)H₂ kristalini, bir kaç damla etanolü plastik pipet ile ekleyerek çözünüz.
- 3) Eğer gerekirse, TLC kabına sığması için, laboratuvar görevlisinden makas isteyerek TLC plakalarını biraz kısaltabilirsiniz.
- 4) Halka şeklinde kesilmiş filtre kağıtlarından büyük olanını, beherin içerisine sığacak şekilde katlayınız veya kesiniz. Bu işlem TLC kabı içerisinde etanol buharı ile doyması ve daha düzgün bir TLC sonucu elde etmek için gerekmektedir. Beherin içerisine, tabanında 3-4 mm'lik tabaka olacak şekilde etanol koyunuz ve filtre kağıdının etanolü emmesini sağlayınız. Saat camı ile beheri kapatınız.
- 5) TLC plakasında başlangıç çizgisini çiziniz.
- 6) Kapileri tüpleri kullanarak her iki çözeltiden TLC plakasına birer spot ekiniz.
- 7) TLC plakasını, TLC kabı içerisinde saat camı ile kapatıp 10-15 dakika yürütünüz.
- 8) TLC plakası üzerindeki solvent çizgisini ve renkli spotları kurşun kalem ile çiziniz.
- 9) TLC plakasını açık havada kurutunuz ve ağzı kapalı plastik torbanın içerisine koyunuz.
- 10) (salen)H₂ ve (salen)MnCl_x için R_f değerini hesaplayınız.

İsim Soyisim:

Kod: TUR

i. Yürüttüğünüz TLC plakasını aşağıya çiziniz.

ii. (salen)H₂ ve (salen)MnCl_x için R_f değerlerini hesaplayınız ve aşağıdaki kutuya yazınız.

R_f (salen)H ₂ :	_____
R_f (salen)MnCl _x :	_____

Deneyleri bitirdiğinizde:

- Liquid Waste** olarak işaretli kaba sıvı atıklarınızı atınız.
- Broken Glass Disposal** olarak işaretli kaba kullanılmış viallerinizi atınız.
- Kullandığınız cam malzemeleri “Kit #2”, “Kit #3” ve “Kit #4” olarak etiketli kutulara geri koyunuz.