

지시 사항 (실험1)

- 실험1 시험은 12장의 실험과정과 답안지로 구성되어 있다.
- 실험 시작 전 15분 동안 문제를 읽는 시간이 추가로 주어진다.
- 실험1의 시험 시간은 **2시간 15분**이다.
- **시작(START)**이라는 말을 들은 후 실험을 시작한다. 실험을 **중지(STOP)**하라는 말을 들으면 즉시 실험을 멈추어야 한다. 5분 안에 멈추지 않는 경우, 실험 시험에서 실격할 수 있다. 실험을 멈추라는 말을 들은 후에, 실험한 자리에서 기다려라. 감독관이 실험 공간을 확인할 것이다. 다음 실험 결과물들은 실험대에 있어야 한다.
- 문제지/ 답안지 (이책자)
- IChO 규정에 주어진 안전 규칙을 반드시 따라야 한다. 실험실에 있는 동안 보안경을 항상 착용해야 한다. 시약을 다루는 동안에는 반드시 장갑을 끼어야 한다.
- 만일 안전 규칙을 어기는 경우 **1차 경고**를 받고, 두 번째에는 **퇴실 조치**될 것이다. 이 경우 전체 실험 시험은 0점으로 처리된다.
- 안전과 관련된 질문 사항이 있거나 실험실을 떠날 필요가 있는 경우 실험 보조원에게 즉시 문의하십시오
- 배정된 실험 공간에서만 실험을 수행하십시오.
- 답안은 주어진 펜을 사용하여 작성하십시오. 연필은 안됨.
- 주어진 계산기를 사용하십시오.
- 모든 결과는 답안지의 지정된 부분에 작성해야 한다. 지정된 부분이 아닌 곳에 쓴 내용은 채점 대상이 아니다. 연습장이 필요하다면 답안지 뒷면을 사용하십시오.
- 반응용액이 있는 유리병(vial)은 "**Used Vials**"로 표기된 용기에 버리시오.

이름:

학생번호: KOR1

- 사용한 용액은 “**Liquid Waste**”로 표기된 용기에 버리시오.
- 앰플(ampule) 조각은 “**Broken Glass Disposal**”로 표기된 용기에 버리시오.
- 시약이나 실험기구가 필요한 경우 요청하면 모두 제공된다. 첫 번째 요청 사항은 감점이 없다. 하지만 두 번째 요청부터는 요청 항목 당 실험 시험 총점 40점 중 1점씩 감점한다. (단, d_6 -acetone의 경우 첫 번째 추가 요청부터 1점 감점된다.)
- 실험 번역이 불분명한 경우, 이 실험 시험의 공식 영문판을 요청하여 볼 수 있다.

시약 및 기구 (실험 1)

시약 (각 용기에 표시된 내용은 굵은 글씨로 주어짐)

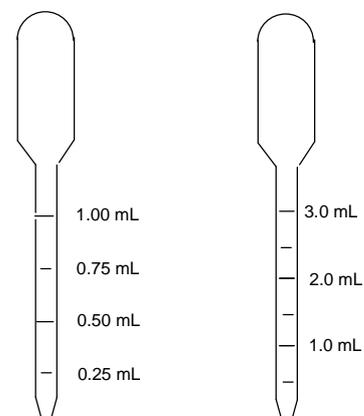
	위험표시 ⁺	안전표시 ⁺
약 2 M HCl [*] , 수용액, 병안에 50mL	R34,R37	S26,S45
약 0.01 M KI₃ [*] , 수용액, 병 안에 10mL, “ I₂ ”표기됨		
acetone, (CH ₃) ₂ CO, 분자량 = 58.08g/mol, 밀도 = 0.791g/mL, 바이알에 10.0mL	R11,R36,R66,R67	S9, S16, S26
Acetone-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, 분자량 64.12g/mol, 밀도 0.872g/mL, 앰플 안에 3.0mL	R11,R36,R66,R67	S9, S16, S26

⁺위험 및 안전 표시에 대한 정의는 4 페이지 참고.

^{*}정확한 몰농도는 용기에 표시됨. 시약명 앞에 농도가 표시됨.

기구- Kit #1

- 증류수로 채워진 유리병 1 개
- 테프론 뚜껑을 가진 20-mL 바이알 15 개
- 1-mL 폴리에틸렌 이동 피펫(transfer pipettes) 10 개 0.25 mL 단위로 표시됨 (오른쪽 그림 참조).
- 3-mL 폴리에틸렌 이동 피펫(transfer pipettes) 10 개 0.50 mL 단위로 표시됨 (오른쪽 그림 참조).
- 디지털시계(stopwatch) 1 개



이름:

학생번호: KOR1

위험 및 안전표시(실험 1)

R11 고도의 가연성

R34 화상을 일으킴

R36 눈에 자극성

R37 호흡기에 자극성

R66 반복 노출의 경우 피부 건조 또는 갈라짐 유발 가능

R67 증기를 흡입하면 졸음과 어지러움증 유발 가능

S9 환기가 잘되는 장소에 용기를 보관

S16 발화원으로부터 떨어져 보관

S26 눈에 접촉한 경우, 즉시 다량의 물로 씻고 의사의 진료를 받을 것

S45 사고를 당하거나 기분이 좋지 않으면 즉시 의사의 진료를 받을 것

실험 1**(18 점)총점(100 점)의 18%**

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

아세톤 요오드화 반응의 반응속도, 동위원소 효과와 반응 메커니즘

화학반응메커니즘에대한탐구를통해서, 합성과촉매분야의발전에도모할수있다.

반응메커니즘을탐구하는가장좋은방법은반응속도를살펴보는것인데,

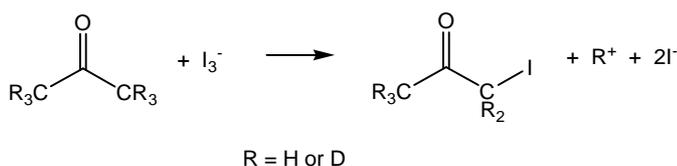
반응속도가반응조건에따라변화하는방식이반응메커니즘과직접적인관련이있기때문이다.

두번째로좋은방법은동위원소로치환된분자를살펴보는것이다.

동위원소로치환되면반응성에는큰변화가없지만,

원자의질량에따라서반응속도에약간의차이가생긴다.

이문제에서는반응속도와동위원소효과모두를이용하여, 산성수용액에서아세톤 (acetone)의요오드화 (iodination) 반응을살펴본다:



위 반응은 다음과 같은 반응 속도 법칙을 따른다.

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

여기서 k 는반응속도상수이고, 정수 m, n, p 는반응차수이며, 이문제에서 $k, m, n,$

p 모두를구하게될것이다. 또한, 동위원소효과 (isotope effect,

$k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$)를관찰하기위해아세톤의반응성을아세톤- d_6 의반응성과비교해볼것이다(아세톤- d_6 :

이름:

학생번호: KOR1

아세톤의 수소원자 (protium, ^1H) 여섯개가 중수소 (deuterium, ^2H , D) 여섯개로 치환되어 있음).

이 자료를 바탕으로, 이 반응의 메커니즘을 추론해 본다.

실험을 시작하기 전에 이 문제에 대한 설명을 모두 읽고 실험을 계획하십시오.

이름:

학생번호: KOR1

실험과정

반응 속도는 온도에 의해 좌우된다. 실험을 수행하고 있는 실험실 온도를 기록하라 (해당 실험실 조교에게 문의하라):

°C

디지털시계(stopwatch) 사용설명

- (1) **COUNT UP** 아이콘이 표시될 때까지 **[MODE]**버튼을누르시오.
- (2) 시간 측정을 시작하기 위해서는, **[START/STOP]**버튼을 누르시오.
- (3) 시간 측정을 멈추기 위해서는, **[START/STOP]**버튼을 누르시오.
- (4) 화면의 내용을 지우기 위해서는, **[CLEAR]**버튼을 누르시오.

전체실험과정

염산과중류수그리고 potassium triiodide 용액("I₂"로표시되어있음)의 부피를 원하는 만큼 측정하여 반응 용기에 넣으시오.반응 혼합물에 혼합된 시약들의 초기 농도는 아래 주어진 범위 안에 있어야 한다. (주어진 농도 범위를 모두 실험해 볼 필요는 없지만, 초기농도가 주어진 농도 범위를 많이 넘어서는 안 된다):

[H⁺]: 0.2 에서 1.0 M 사이

[I₃⁻]: 0.0005 에서 0.002 M 사이

[아세톤]: 0.5 에서 1.5 M 사이

반응을시작하기위해서,

선택한부피만큼의아세톤을다른시약이들어있는용액에다추가하고,

이름:

학생번호: KOR1

재빨리 반응용기의 뚜껑을 닫고, 디지털시계(stop watch)를 시작한다. 반응용 바이알을 한번 매우 세게 흔들어준 뒤, 흰색배경이 있는 곳에 놓아둔다. 답안(a)의 표에 사용한 시약의 부피를 기록한다. 반응을 준비하거나 수행할 때, 바이알의 용액이 있는 부분을 만지거나 잡지 않도록 하라. 반응의 진행 상황은 triiodide ion의 황갈색(yellow-brown)이 사라지는 것을 관찰함으로써 알 수 있다. 색이 사라지는 데 걸리는 시간을 기록한다. 반응이 끝나면, 반응 용기를 한 쪽으로 치워 놓고 봉인하여 iodoacetone 증기에 노출되지 않도록 한다.

시약의 농도를 바꾸어가며, 원하는 만큼 위 실험을 반복한다. 사용한 시약의 농도를 답안 (c)의 표에 기록한다. *힌트: 한번에 한 시약의 농도만 바꾼다*

아세톤의 반응속도를 살펴본 후, 아세톤- d_6 반응의 반응속도를 살펴본다.

아세톤은 충분히 많은 양이 공급되지만, 아세톤- d_6 는 3.0 mL 만 공급된다.

이는 동위원소로 표지된 물질의 가격이 매우 비싸기 때문이다. 그러므로 아세톤- d_6 를 다시 요청하는 경우, 별점 1 점이 부여된다. **아세톤- d_6 를 사용해야 할 경우,**

손을 들면 실험실 감독관 (lab supervisor)이 직접 봉인된 앰플을 열어준다

(감점 없음). 중수소로 치환된 화합물의 반응은 수소로 치환된 화합물의 반응보다 일반적으로 느리다. 따라서, $(CD_3)_2CO$ 를 가지고 실험하는 경우, 반응 속도를 빠르게 할 수 있는 반응 조건을 사용하는 것이 현명하다.

실험을 마치면:

- 물병은 비우고 사용하지 않은 장비 모두와 함께 “Kit #1”로 표시된 박스에 넣는다;
- 사용한 피펫과 봉인된 바이알은 후드 밑에 있는 지정된 용기에 넣는다;

이름:

학생번호: KOR1

c) “Broken Glass Disposal”로 표시된 용기를 이용해서 빈 앰플 (ampule)을 치운다.

실험을 중지하는 STOP 명령이 주어진 후에는, 실험한 장소를 청소해도 된다.

a. 아세톤 ((CH₃)₂CO) 에 대한 결과를 아래 표에 기록하라. 8 번까지 표 전체를 다 채울 필요는 없다.

번호	HCl 수용액 부피, mL	H ₂ O 부피, mL	I ₃ ⁻ 용액 부피, mL	아세톤 부피, mL	I ₃ ⁻ 가 사라지는데 걸리는 시간(초)
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. 아세톤-d₆ ((CD₃)₂CO)에 대한 결과를 아래 표에 기록하라. 4d 까지 표 전체를 다 채울 필요는 없다.

번호	HCl 수용액 부피, mL	H ₂ O 부피, mL	I ₃ ⁻ 용액 부피, mL	아세톤-d ₆ 부피, mL	I ₃ ⁻ 가 사라지는데 걸리는 시간(초)
1d					
2d					
3d					
4d					

이름:

학생번호: KOR1

c. 아래 표들을 이용해서 관찰한 반응들의 농도와 평균 반응 속도를 계산하라. 반응 혼합물의 부피는 구성 용액들의 부피 합과 같다고 가정한다. **반응 속도 상수 k 를 계산하는데 있어서 (답안 e 와 f), 수행한 실험들을 모두 이용할 필요는 없다. 하지만 계산하는 데 사용된 실험들을 아래 표 오른쪽 끝에 있는 상자에 꼭 표시한다.**

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

번호	초기 농도 $[\text{H}^+]$, M	초기 농도 $[\text{I}_3^-]$, M	초기 농도 $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- 이 사라지는 평균 반응 속도 M s^{-1}	k_{H} 계산에 사용되었나? 예아니오
1					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

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

번호	초기 농도 $[\text{H}^+]$, M	초기 농도 $[\text{I}_3^-]$, M	초기 농도 $[(\text{CD}_3)_2\text{CO}]$, M	I_3^- 이 사라지는 평균 반응 속도 M s^{-1}	k_{D} 계산에 사용되었나? 예아니오
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"/>

이름:

학생번호: KOR1

d. 아세톤, triiodide, 수소 이온의 반응 차수를 정수로 적는다.

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

$m =$

$n =$

$p =$

e. 아세톤반응의 반응속도상수 k_H 를 계산하라. 단위를 꼭 표시하라.

$k_H =$

f. 아세톤- d_6 ($(CD_3)_2CO$) 반응의 반응속도상수 k_D 와 k_H/k_D (반응의 동위원소효과)를 계산하라.

$k_D =$

$k_H/k_D =$

이름:

학생번호: KOR1

g. 반응 속도와 동위원소 효과 데이터를 이용해서, 반응 메커니즘에 대한 결론을 도출할 수 있다. 아래 표에 아세톤의 요오드화 반응에 타당한 반응 메커니즘이 소개되어 있다. 한 반응은 속도 결정 단계 (rate-determining step, R.D.S.)이고 이 반응 전의 모든 단계들은 빠르게 평형을 이룬다.

이번 실험으로 구한 반응 속도 법칙 (답안

d)에 따라 각 단계가 반응 속도 결정 단계이면 그 반응의 오른쪽 첫 번째 상자에 체크 표시 (✓)를 하고, 속도 결정 단계가 아니면 X 표시를 한다. 이번 실험으로 구한 동위원소 효과 (답안

f)에 따라 각 단계가 반응 속도 결정 단계이면 그 반응의 오른쪽 두 번째 상자에 체크 표시 (✓)를 하고, 그렇지 않으면 X 표시를 한다.

	속도 결정 단계 는 속도 법칙과 일치하는가?	속도 결정 단계는 동위원소 효과와 일치하는가?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2\text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

지시사항 (실험2)

- 주기율표를 사용하십시오.
- 실험2 시험은 **17 장**의 실험과정과답안지로구성되어있다.
- 실험 시작 전 15분 동안 문제지를 읽는 시간이 추가로 주어진다.
- 실험 2 시험 시간은 **2시간 45분**이다. 실험을 계획할 때 30분이 소요되는 실험 과정이 있음을 주의하십시오.
- **시작(START)**이라는말을들은후실험을시작한다.실험을**중지(STOP)**하라는 말을 들으면 즉시 실험을 멈추어야 한다.5 분안에멈추지않는경우, 실험시험에서실격할수있다. 실험을멈추라는말을들은후에, 실험한자리에서기다려라. 감독관이실험공간을확인할것이다. 다음실험결과물들은실험대에있어야한다.

문제지/답안지 (이책자)

1개의 TLC 판을넣은학생번호가적힌지퍼백

“Product”로표시된바이알(작은유리병)

- IChO규정에주어진안전규칙을반드시따라야한다.
실험실에있는동안보안경을항상착용해야한다. 주어진**피펫필러벌브**를사용하십시오.
시약을다루는동안에는반드시장갑을끼어야한다.
- 만일 안전 규칙을 어기는 경우 **1차 경고**를 받고, 두 번째에는 **퇴실 조치**될 것이다. 이 경우 전체 실험 시험은 0점으로 처리된다.
- 안전과 관련된 질문 사항이 있거나 실험실을 떠날 필요가 있는 경우 실험 보조원에게 즉시 문의하십시오
- 배정된 실험 공간에서만 실험을 수행하십시오.
- 답안은 주어진 펜을 사용하여 작성하십시오. **연필은 안됨.**

이름:

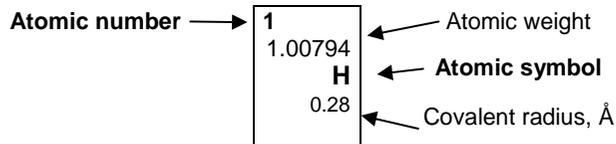
학생번호: KOR1

- 주어진 계산기를 사용하시오.
- 모든 결과는 답안지의 지정된 부분에 작성해야 한다. 지정된 부분이 아닌 곳에 쓴 내용은 채점 대상이 아니다. 연습장이 필요하다면 답안지 뒷면을 사용하시오.
- 사용한 바이알은 “**Broken Glass Disposal**”로 표기된 용기에 버리시오.
- 사용한 모든 용액은 “**Liquid Waste**”로 표기된 용기에 버리시오.
- 시약이나 실험기구가 필요한 경우 요청하면 모두 제공된다. 첫 번째 요청 사항은 감점이 없다. 하지만 두 번째 요청부터는 **요청 항목 당 실험 시험 총점 40점 중 1점씩 감점**한다.
- 실험 번역이 불분명한 경우, 이 실험 시험의 공식 영문판을 요청하여 볼 수 있다.

이름:

학생번호: KOR1

1	1 1.00794 H 0.28																	18 2 4.00260 He 1.40			
2	3 6.941 Li	4 9.01218 Be														5 10.811 B 0.89	6 12.011 C 0.77	7 14.0067 N 0.70	8 15.9994 O 0.66	9 18.9984 F 0.64	10 20.1797 Ne 1.50
3	11 22.9898 Na	12 24.3050 Mg														13 26.9815 Al	14 28.0855 Si 1.17	15 30.9738 P 1.10	16 32.066 S 1.04	17 35.4527 Cl 0.99	18 39.948 Ar 1.80
4	19 39.0983 K	20 40.078 Ca	21 44.9559 Sc	22 47.867 Ti 1.46	23 50.9415 V 1.33	24 51.9961 Cr 1.25	25 54.9381 Mn 1.37	26 55.845 Fe 1.24	27 58.9332 Co 1.25	28 58.6934 Ni 1.24	29 63.546 Cu 1.28	30 65.39 Zn 1.33	31 69.723 Ga 1.35	32 72.61 Ge 1.22	33 74.9216 As 1.20	34 78.96 Se 1.18	35 79.904 Br 1.14	36 83.80 Kr 1.90			
5	37 85.4678 Rb	38 87.62 Sr	39 88.9059 Y	40 91.224 Zr 1.60	41 92.9064 Nb 1.43	42 95.94 Mo 1.37	43 (97.905) Tc 1.36	44 101.07 Ru 1.34	45 102.906 Rh 1.34	46 106.42 Pd 1.37	47 107.868 Ag 1.44	48 112.41 Cd 1.49	49 114.818 In 1.67	50 118.710 Sn 1.40	51 121.760 Sb 1.45	52 127.60 Te 1.37	53 126.904 I 1.33	54 131.29 Xe 2.10			
6	55 132.905 Cs	56 137.327 Ba	57-71 La-Lu	72 178.49 Hf 1.59	73 180.948 Ta 1.43	74 183.84 W 1.37	75 186.207 Re 1.37	76 190.23 Os 1.35	77 192.217 Ir 1.36	78 195.08 Pt 1.38	79 196.967 Au 1.44	80 200.59 Hg 1.50	81 204.383 Tl 1.70	82 207.2 Pb 1.76	83 208.980 Bi 1.55	84 (208.98) Po 1.67	85 (209.99) At	86 (222.02) Rn 2.20			
7	87 (223.02) Fr	88 (226.03) Ra 2.25	89-103 Ac-Lr	104 (261.11) Rf	105 (262.11) Db	106 (263.12) Sg	107 (262.12) Bh	108 (265) Hs	109 (266) Mt	110 (271) Ds	111 (272) Rg	112 (285) Cn	113 (284) Uut	114 (289) F1	115 (288) Uup	116 (292) Lv	117 (294) Uus	118 (294) Uuo			
	57 138.906 La 1.87	58 140.115 Ce 1.83	59 140.908 Pr 1.82	60 144.24 Nd 1.81	61 (144.91) Pm 1.83	62 150.36 Sm 1.80	63 151.965 Eu 2.04	64 157.25 Gd 1.79	65 158.925 Tb 1.76	66 162.50 Dy 1.75	67 164.930 Ho 1.74	68 167.26 Er 1.73	69 168.934 Tm 1.72	70 173.04 Yb 1.94	71 174.04 Lu 1.72						
	89 (227.03) Ac 1.88	90 232.038 Th 1.80	91 231.036 Pa 1.56	92 238.029 U 1.38	93 (237.05) Np 1.55	94 (244.06) Pu 1.59	95 (243.06) Am 1.73	96 (247.07) Cm 1.74	97 (247.07) Bk 1.72	98 (251.08) Cf 1.99	99 (252.08) Es 2.03	100 (257.10) Fm	101 (258.10) Md	102 (259.1) No	103 (260.1) Lr						



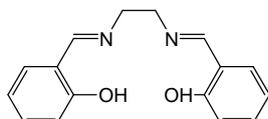
시약 및 기구(실험 2)

시약 및 재료(각 용기에 표시된 내용은 굵은 글씨로 주어짐)

	위험 표시 ⁺	안전 표시 ⁺
(salen)H₂ , ^a ~1.0g ^b in a vial	R36/37/38	S26S28AS37S37/39S45
Mn(OOCCH₃)₂ 4H₂O , ~1.9g ^b in a vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
1M LiCl 에탄올 용액, 병에 12mL	R11 R36/38	S9 S16 S26
에탄올(Ethanol) 병에 70mL	R11	S7 S16
아세톤, (CH₃)₂CO , 병에 100mL	R11R36R66R67	S9S16S26
약 3.5mg/mL ^b 농도 (salen*)MnCl_x , ^c 병에 약 32 mL		
약 0.010M KI ₃ 수용액, ^b 병에 약 50mL, “I ₂ ”로표기됨.		
아스코르빈산(Ascorbic Acid) , 약 0.030M 수용액, ^b 병에 20 mL		
1% 녹말수용액, 병에 2mL		
플라스틱지퍼백안에 실리카젤 TLC 판(5cm × 10cm) 1 개		

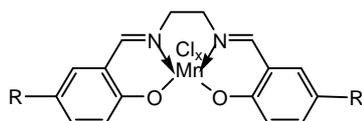
⁺위험 및 안전 표시에 대한 정의는 19 페이지 참조.

^a(salen)H₂:



^b정확한 수치는 라벨에 표시됨.

^c (salen*)MnCl_x (양쪽 R 그룹은 동일하며 H, COOH, SO₃H 중하나임):



기구

이름:

학생번호: KOR1

공동 사용:저울

- 코드가 표시된 후드 안에 위치한 클램프가 있는 스탠드 2 개
- 가열교반기(hotplate stirrer) 1 개
- 300 mm 자 1 개
- 연필 1 개

Kit #2:

- 250 mL 삼각 플라스크 2 개 (1 개는 반응용, 1 개는 재결정용)
- 50 mL 눈금 실린더 1 개,
- 달걀 모양 20 mm 자석 젓개(magnetic stirring bar) 1 개
- 허쉬 깔때기 (Hirsch funnel) 1 개
- 허쉬 깔때기용 거름종이(Filter paper)와 TLC 전개용 여과지
- 진공 거름(vacuum filtration)용 125 mL 감압 플라스크 1 개
- 감압 플라스크용 고무 어댑터(Rubber adapter)
- 0.5 L 플라스틱 얼음용기(ice bath) 1 개
- 유리막대 1 개
- 1 mL 플라스틱 이동 피펫(transfer pipettes)(오른쪽 그림 참조) 2 개
- 플라스틱 스패츨라 1 개
- 반응 생성물을 위한 “Product”로 표기된 빈 4 mL 뚜껑 있는 바이알 1 개



Kit #3:

- 빈 작은 뚜껑 있는 바이알 3 개 (TLC 용액용)
- TLC 용 짧은 모세관(100 mm) 10 개

이름:

학생번호: KOR1

- 시계접시 1 개(TLC 전개용)
- TLC 전개용 250 mL 비커 1 개

Kit #4:

- 완전 조립된 25 mL 뷰렛 1 개 (후드안)
- 작은 플라스틱 깔때기 1 개
- 125 mL 삼각 플라스크 4 개
- 피펫용 고무 밸브 1 개
- 10 mL 부피 피펫 1 개
- 5 mL 부피피펫 1 개

위험 및 안전 표시(실험 2)

R11 고도의 가연성

R36/37/38 눈, 호흡기, 피부에 자극성

R62 불임 위험 가능

R63 태아에 유해 가능성.

R66 반복 노출의 경우 피부 건조 또는 갈라짐 유발 가능

R67 증기를 흡입하면 졸음과 어지러움증 유발 가능

S7 용기를 밀폐하여 보관

S9 환기가 잘되는 장소에 용기 보관

S16 발화원으로부터 떨어져 보관

S26 눈에 접촉한 경우, 즉시 다량의 물로 씻고 의사의 진료를 받을 것

S28A 피부 접촉 시에는 다량의 물로 씻을 것.

S37 적당한 장갑을 착용.

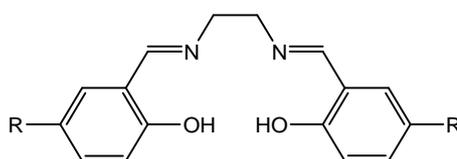
S37/39 적당한 장갑과 눈/얼굴 보호 장치 착용.

S45 사고를 당하거나 기분이 좋지 않으면 즉시 의사의 진료를 받을 것

실험 2**총점(100 점)의 22%****망간-Salen 화합물의 합성과 생성물의 화학식 결정**

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

bis(salicylidene)ethylenediamine (salen) 리간드로부터 유도되는 3d-블록 원소의 전이금속 화합물은 유기합성 반응에서 다양한 산화-환원 반응의 효과적인 촉매임이 증명되었다.



(salen) H_2 , R = H

(salen*) H_2 , R = H, COOH, or SO₃H

3d-블록 원소의 높은 산화상태를 안정화시킬 수 있는 salen 리간드의 능력은 산화환원 반응에서 매우 중요하다. 특히, 망간-salen 화합물을 합성할 때, 반응 조건에 따라 +2 에서 +5 의 산화 상태를 가지는 망간 화합물을 얻을 수 있다. 이 실험에서는 (salen) H_2 와 Mn(II) acetate 를 공기 중에서 에탄올을 용매를 이용하여 LiCl 존재하에 반응시켜 망간-salen 화합물을 합성한다. 주어진 실험 조건에서 (salen)MnCl_x (x = 0, 1, 2, 3) 화학식의 화합물을 얻게 될 것이다.

이 실험에서는 다음 사항을 수행해야 한다:

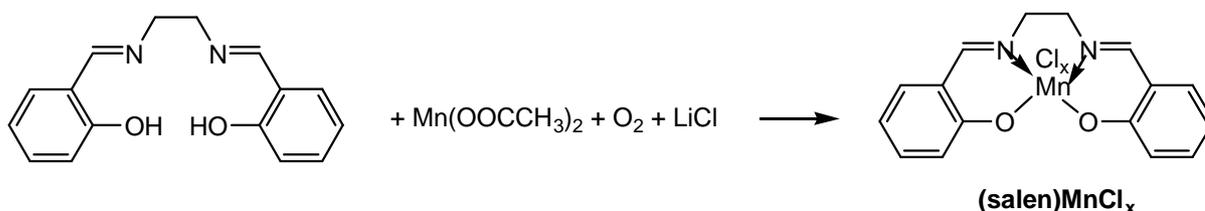
- i) 생성물의 질량 결정하기.
- ii) TLC 를 사용하여 합성한 물질의 순도 정하기.
- iii) 요오드 적정법을 이용하여 화합물에 있는 금속의 산화상태 결정하기.

이름:

학생번호: KOR1

요오드 적정을 위해, 합성한 화합물과 유사한 (salen*)MnCl_x 용액이 제공될 것이다. 제공되는 화합물에 포함된 망간은 합성한 생성물의 망간과 동일한 산화상태를 갖고, 벤젠 고리의 R-치환체는 H, COOH, SO₃H 중 하나이다.

실험을 시작하기 전에 이 실험의 전체 과정을 먼저 읽고, 실험 계획을 세우시오. 주어진 시간 안에 실험을 완결하기 위해서는 어떤 실험 과정들은 동시에 수행해야 할 것이다.

실험 과정**A. (salen)MnCl_x의 합성**

- 1) 나중에 수행할 TLC 실험을 위해 2-3 개의 (salen)H₂ 결정을 작은 바이알에 담아 따로 보관한다.
- 2) 지급된 (salen)H₂(이미 ~1.0g 으로 무게를 잰) 시료를 stirring bar 가 들어있는 250 mL 삼각 플라스크에 넣는다. 이 시약에 35 mL 진한 에탄올을 첨가한다.
- 3) 삼각플라스크를 가열교반기 위에 올려 놓는다. 고체가 녹을 때까지 일정한 속도로 저어주면서 내용물을 가열한다 (일반적으로, 에탄올이 막 끓으려 할 때 완전히 용해된다). 그리고 나서 혼합물이 끓는점 바로 아래에 근접한 온도에서 유지되도록 온도 셋팅을 낮춘다. 혼합물이 끓지 않도록 주의하여 플라스크의 목이 식은 상태로 유지되도록 한다. 플라스크가 너무 뜨거워 맨손으로 잡기 어려우면 종이타월을 접어서 사용한다.
- 4) 가열교반기로부터 플라스크를 빼내고, 미리 바이알에 준비된 약 1.9g 의 Mn(OAc)₂·4H₂O 시료를 플라스크 용액에 더한다. 시료 첨가 후 어두운 갈색이 나타날 것이다. 플라스크를 **즉시** 가열교반기 위에 올려놓는다. 15 분간 계속 저어주며 가열한다. 혼합물이 끓지 않도록 주의하여 플라스크의 목이 식은 상태로 유지되도록 한다.
- 5) 플라스크를 가열교반기로부터 빼내고, 이 내용물에 이미 지급된 1M LiCl 에탄올 용액 (12 mL, 과량)을 더한다. 플라스크를 다시 가열교반기에 올려놓고 10 분간

이름:

학생번호: KOR1

저어주며 계속 가열한다. 혼합물이 끓지 않도록 주의하여 플라스크의 목이 식은 상태로 유지되도록 한다.

- 6) 이 시간이 지나면, 플라스크를 가열교반기로부터 빼낸 후 얼음 bath 에 올려 놓고 30 분간 결정화시킨다. 매 5 분 마다 유리막대로 플라스크의 안쪽 벽의 액체면 아래를 부드럽게 긁어서 (salen)MnCl_x의 결정화를 촉진시킨다. 첫 번째 결정은 냉각시키자마자 즉시 나타나거나, 아니면 10-15 분 후에 나타날 것이다.
- 7) 앞에서 얻은 결정을 후드 안에 있는 진공라인(해당하는 밸브에 "Vacuum" 이란 라벨을 붙여 놓았다)과 작은 깔때기, 감압 플라스크(suction flask)를 사용하여 감압 여과한다. 플라스크를 진공라인에 연결한 상태에서, 이동피펫 (transfer pipette)을 사용하여 아세톤 2-3 방울로 고체 생성물을 세척한다. 진공(suction)을 켜둔 채로 필터 위에 10-15 분간 놔두어 공기건조 시킨다.
- 8) 고체 생성물을 "Product"라는 라벨이 붙어있는 미리 무게를 잰 바이알에 옮긴 후, 그 질량, m_p , 을 측정하여 아래 빈칸에 기록한다. 합성에 사용한 다음 시약들의 질량도 기록한다: (salen)H₂, m_s , 과 Mn(OOCCH₃)₂·4H₂O, m_{Mn} .
- 9) 생성물이 들어있는 "Product"라는 라벨이 붙은 바이알을 지퍼백(zipper bag)에 넣는다.

이름:

학생번호: KOR1

생성물을 담기 위한 빈 바이알의 질량 _____ g

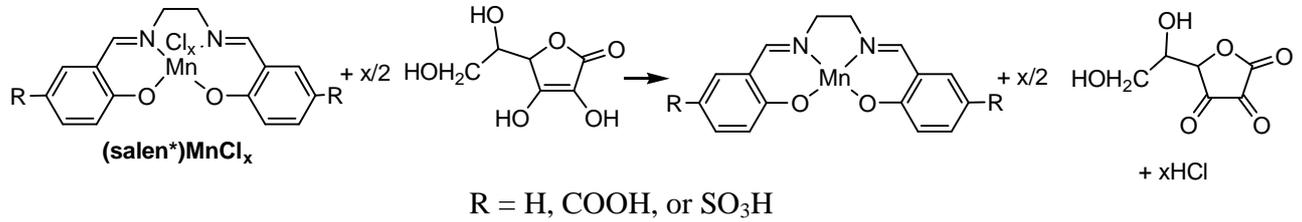
건조된 생성물이 담긴 바이알의 질량 _____ g

생성물의 질량, m_p _____ g

바이알의 라벨에 있는 (salen) H_2 의 질량 (라벨에 있는 값을 적으시오), m_s
_____ g

바이알의 라벨에 있는 $Mn(OOCCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ 의 질량 (라벨에 있는 값을 적으시오),
 m_{Mn} _____ g

B. 제공된 (salen*)MnCl_x 시료의 분석



고무벌브 사용법

- 1) 피펫을 벌브에 끼운다
- 2) 고무 벌브를 꼭 누른다
- 3) 피펫에 용액을 흡입시키기 위하여 "위쪽 화살표" 표시 버튼을 누른다
- 4) 피펫의 용액을 플라스크에 주입하기 위하여 "아래 화살표" 표시 버튼을 누른다

참조: 피펫과 뷰렛은 씻지 않고 바로 사용할 수 있음

- 1) 부피피펫을 이용하여 각자에게 지급된 (salen*)MnCl_x 용액 10.00 mL 를 125 mL 삼각플라스크에 넣는다.
- 2) 이 용액에 5.00 mL 의 아스코르빈산(ascorbic acid) 용액을 첨가한 후 잘 섞는다. 이 용액을 3-4 분 동안 가만히 둔다.
- 3) 아스코르빈산(ascorbic acid)이 공기 중의 O₂에 의하여 산화되는 것을 방지하기 위해 용액을 바로 KI₃ 용액으로 적정한다. 적정 시 1%의 녹말 용액 5 방울을 지시약으로 사용한다. 종말점에서는 파란색 또는 푸른색(blue-green)이 약 30 초간 유지된다.

이름:

학생번호: KOR1

4) 시간이 남으면 결과를 정확하게 얻기 위해 적정 실험을 1, 2 회 반복해서 할 수 있다.

적정 결과를 아래 표에 적으시오:

번호	적정 전 뷰렛의 KI ₃ 용액 눈금, mL	적정 후 뷰렛의 KI ₃ 용액 눈금, mL	들어간 KI ₃ 용액 부피, mL
1			
2			
3			

i. (salen*)MnCl_x 분자량을 계산하고자 한다. 소모된 KI₃ 용액의 부피를 적어라. 실험에 의한 평균값을 쓰거나 또는 가장 신뢰할 만한 값을 선택할 수 있다.

계산에 사용할 KI₃ 용액 부피: _____ mL

(salen*)MnCl_x 농도 (시약병 라벨에 표시되어 있는): _____ mg/mL

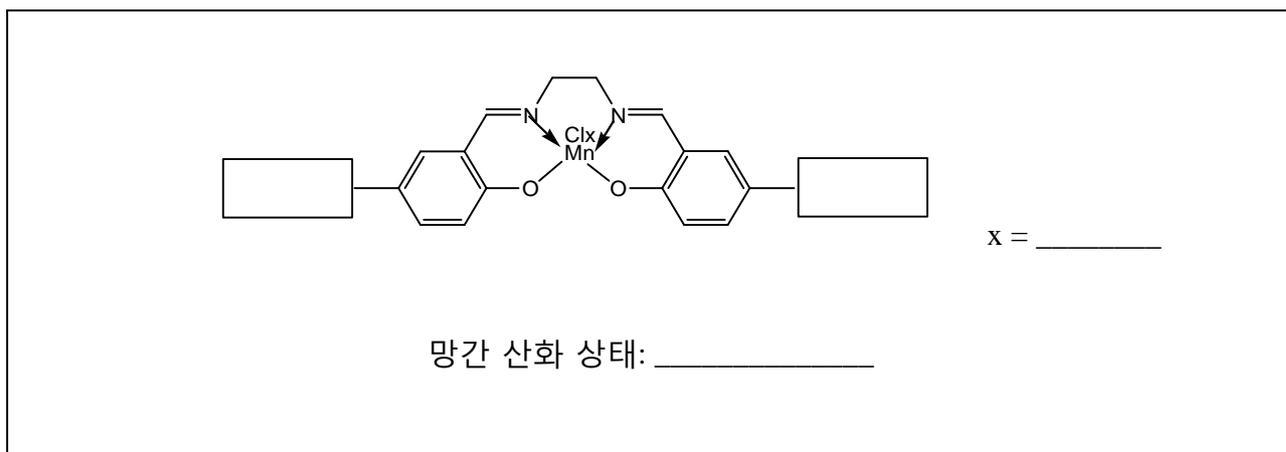
아스코르빈산 농도(시약병 라벨에 표시되어 있는): _____ M

이름:

학생번호: KOR1

ii. 적정 결과와 아래의 표에 나타난 데이터를 이용하여 x 값, 망간의 산화 상태, salen리간드의치환기($R = H, COOH, SO_3H$ 중하나를선택)를밝혀라.

치환기는아래그림의네모안에그린다:



R	x	(이론적인 분자량)/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

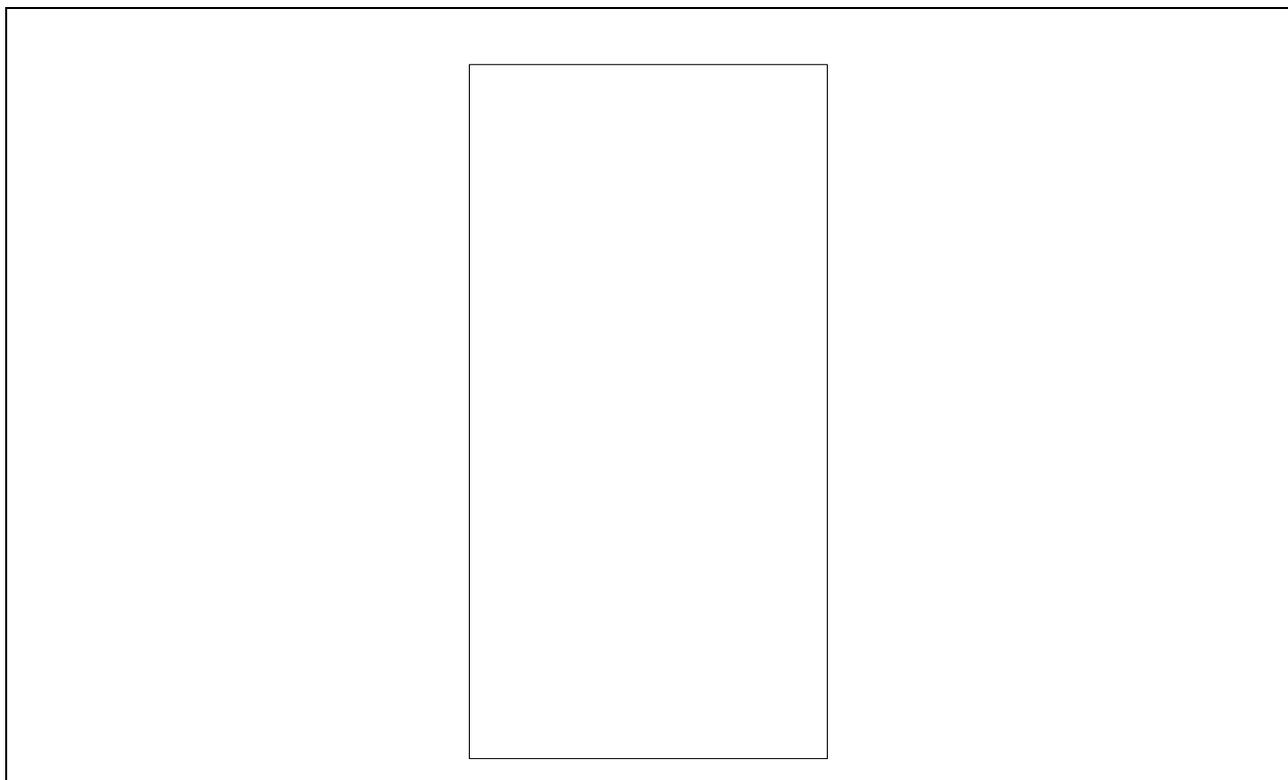
C. (salen)MnCl_x의 TLC 분석

- 1) 실험에서 얻은 (salen)MnCl_x 결정 소량을 작은 바이알에 넣고, 플라스틱 이동피펫(transfer pipette)을 이용하여 진한 에탄올 한 두 방울로 녹인다.
- 2) (salen)H₂ 결정 소량을 다른 작은 바이알에 넣고, 플라스틱 피펫을 이용하여 진한 에탄올 한 두 방울로 녹인다.
- 3) 필요하다면, TLC 판을 가위(실험조교에게 요청 가능-감점 없음)를 이용하여 TLC 전개 비이커 크기에 알맞게 오릴 수 있다.
- 4) 여과지를 접거나 오려서 비이커 높이에 맞추어 넣는다. 이는 비이커 내부를 에탄올 증기로 포화되게 하기 위함이다. 에탄올을 부어 여과지가 젖게 하고 에탄올의 높이가 바닥에서 3-4 mm 가 되게 한다. 비이커를 시계접시(watch glass)로 덮는다.
- 5) TLC 판에 출발선을 그린다.
- 6) 제공된 모세관을 이용하여 두 용액을 TLC 판의 출발선 위에 찍는다.
- 7) 비이커를 시계접시로 덮고 10-15 분간 TLC 를 전개한다
- 8) 용매가 올라간 높이를 연필로 표시하고 TLC 판의 색깔이 나타나는 점들을 표시한다.
- 9) TLC 판을 공기 중에 말린 후 TLC 판을 지퍼백에 넣는다.
- 10) (salen)H₂와 (salen)MnCl_x의 R_f값을 계산한다.

이름:

학생번호: KOR1

i. 답안지에 TLC 판을 그린다.



ii. (salen)H₂와 (salen)MnCl_x의 R_f값을 계산하여 아래에 기록한다.

(salen)H₂의 R_f값: _____

(salen)MnCl_x의 R_f값: _____

실험을 모두 마친 후:

- 액체 폐기물은 **Liquid Waste** 로 표시된 용기에 붓는다.
- 사용한 바이알들은 **Broken Glass Disposal** 로 표시된 용기에 넣는다.
- 사용한 유리기구들은 적당한 박스 “Kit #2”, “Kit #3” and “Kit #4”에 넣는다.