SYR_4

PRACTICAL EXAM

الاختبار التجريبي

51st — International Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019

Making science together!

2019-07-24

2018 ANNÉE DE LA CHIMIE de l'école à l'université 2019

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR, DE LA RECHERCHE ET DE L'INNOVATION

التعليمات العامة

- يتكون دفتر الاختبار التجريبي من 31 صفحة
- قبل البدء بالاختبار التجريبي، عند إعطاء إشارة القراءة (Read)، لديك 15 دقيقة فقط لقراءة دفتر الاختبار التجريبي حيث يُسمح لك القراءة في هذا الوقت حصراً، لا تكتب ولا تستعمل الآلة الحاسبة
- لا تبدأ حتى تُعطى إشارة البدء ولديك خمس ساعات لإنهاء الاختبار
- يمكنك البدء بأي تجربة لكن **يُنصح البدء بالمسألة التجريبية الأولى**
- يجب كتابة الإجابات بشكل واضح بالقلم في المكان المخصص على ورقة الاختبار، لا يتم تقييم أو تصحيح أي كتابة في غير المكان المخصص
- إذا كنت تحتاج لأوراق مسودة عليك استعمال خلف الورقة لكن تذكر أن أي إجابة خارج المكان المخصص لا يتم تقييمها
- النسخة الإنكليزية متوفرة فقط وتستعمل فقط للتوضيح
- إذا كنت ترغب مغادرة المخبر للحمام أو للشرب أو أكل بضع المأكولات، ارفع البطاقة المناسبة الموجودة على طاولة العمل، وستتم مرافقتك من قبل المخبري
- لا تستعمل الرفوف الموجودة أمامك فوق طاولة العمل المخبري وذلك للمساواة بين الجميع
- يجب اتباع قواعد الآمان وفق قواعد IChO ، إذا تم خرق قواعد الآمان سيتم عندها إعطائك إنذار وحيد من المشرف المخبري ، أي خرق آخر فسيتم استبعادك من المخبر وإعطاؤك علامة الصفر
- **يمكن إعادة تذويدك بالمواد الكيميائية والزجاجيات (في حال وجود مادة لا يمكن استبدالها سيتم إعلامكم) لمرة واحدة فقط وبدون أي عقوبة وفي حال التكرار تحسم لك علامة واحدة من أصل 40 علامة**
- ستعطى إشارة تنبيه قبل 30 دقيقة من وإعطاء إشارة انتهاء الامتحان (STOP).
- يجب التوقف فوراً عند إعطاء إشارة التوقف (STOP)، أي خرق بما يتجاوز دقيقة واحدة أو أكثر سيتم إعطاؤك علامة الصفر
- بعد إعطاء إشارة النهاية، سيأتي المشرف على المخبر للتوقيع على دفتر الإجابة
- **بعد التوقيع من قبل والمشرف ومن قبلك، ضع دفتر الإجابة ضمن المغلف وسلمه مع المنتج وصفائح الطبقة الرقيقة TLC**

قواعد المخبر والآمان

- يجب ارتداء الروب المخبري أثناء وجودك في المخبر وجميع الأزرار مغلقة والحذاء مناسب يغطي كامل القدم
- ضع دوما النظارات أو النظارات الطبية أثناء العمل بالمخبر، لا تلبس عدسات لاصقة
- تمنع العلكة والطعام والشراب في المخبر
- العمل فقط في المكان المخصص لك حصرا، اترك مكان العمل دوماً نظيفاً
- لا يسمح بتجارب غير مطلوبة ولا تغيير في التجربة
- لا تسحب أي مادة بالفم ، دوما استعمل الآجاصة بالسحب والتفريغ
- نظف أي إندلاق للمواد الكيميائية أو زجاجيات مكسورة فورا من طاولة المخبر ومن الأرض
- ضع النفايات في المكان المخصص من زجاجيات ومواد كيميائية لمنع أي أذى، يمكن رمي المحاليل المائية فقط في الحوض، توضع المخلفات العضوي في عبوة النفايات العضوية المغلقة التي تم تزويدكم بها

Physical constants and equations

In these tasks, we assume the activities of all aqueous species to be well approximated by their respective concentration in mol L^{-1}. To further simplify formulae and expressions, the standard concentration $c^\circ = 1$ mol L^{-1} is omitted.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}
Universal gas constant:	$R = 8.314$ J mol^{-1} K^{-1}
Standard pressure:	$p^\circ = 1$ bar $= 10^5$ Pa
Atmospheric pressure:	$P_{atm} = 1$ atm $= 1.013$ bar $= 1.013 \cdot 10^5$ Pa
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4$ C mol^{-1}
Watt:	1 W = 1 J s^{-1}
Kilowatt hour:	1 kWh $= 3.6 \cdot 10^6$ J
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34}$ J s
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8$ m s^{-1}
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19}$ C
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{obtained}/P_{applied}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc/\lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{cell}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$
Reaction quotient Q for a reaction a A(aq) + b B(aq) = c C(aq) + d D(aq):	$Q = \frac{[C]^c[D]^d}{[A]^a[B]^b}$
Henderson–Hasselbalch equation:	$pH = pK_a + \log\frac{[A^-]}{[AH]}$
Nernst–Peterson equation:	$E = E^o - \frac{RT}{zF}\ln Q$
where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction	at $T = 298$ K, $\frac{RT}{F}\ln 10 \approx 0.059$ V
Beer–Lambert law:	$A = \varepsilon l c$
Rate laws in integrated form:	
- Zero order:	$[A] = [A]_0 - kt$
- First order:	$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$
- Second order:	$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$
Half-life for a first order process:	$t_{1/2} = \ln 2/k$
Number average molar mass M_n:	$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$
Mass average molar mass M_w:	$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$
Polydispersity index I_p:	$I_p = \frac{M_w}{M_n}$

Note

The unit of molar concentration is either "M" or "mol L^{-1}":

1 M = 1 mol L^{-1} 1 mM = 10^{-3} mol L^{-1} 1 µM = 10^{-6} mol L^{-1}

Periodic table

1																	18
1 H 1.008	2											13	14	15	16	17	2 He 4.003
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -

Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Health hazards

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Environmental hazards

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Chemicals

For all problems

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
Deionized water in: - Wash bottle (bench) - Plastic bottle (bench) - Plastic canister (hood)	**Deionized Water**	Not hazardous
Ethanol, in a wash bottle	**Ethanol**	H225, H319
Sample of white wine, 300 mL in amber plastic bottle	**Wine sample**	H225, H319

For problem P1

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyde, 1.51 g in amber glass vial	**4-nitrobenzaldehyde**	H317, H319
Eluent A, 20 mL in glass vial	**Eluent A**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluent B, 20 mL in glass vial	**Eluent B**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (potassium peroxomonosulfate salt), 7.87 g in plastic bottle	**Oxone®**	H314
Sample of 4-nitrobenzaldehyde for TLC	**TLC standard**	H317, H319

For problem P2

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
1 M potassium thiocyanate solution, 20 mL in plastic bottle	**KSCN 1 M**	H302+H312+H332, H412
0.00200 M potassium thiocyanate solution, 60 mL in plastic bottle	**KSCN 0.00200 M**	Not hazardous
1 M perchloric acid solution, 10 mL in plastic bottle	**$HClO_4$**	H290, H315, H319
0.00200 M iron(III) solution, 80 mL in plastic bottle	**Fe(III) 0.00200 M**	Not hazardous
0.000200 M iron(III) solution, 80 mL in plastic bottle	**Fe(III) 0.000200 M**	Not hazardous
0.3% hydrogen peroxide solution, 3 mL in amber glass bottle	**H_2O_2**	Not hazardous

For problem P3

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
0.01 M iodine solution, 200 mL in amber glass bottle	**I_2**	H372
0.03 M sodium thiosulfate solution, 200 mL in plastic bottle	**$Na_2S_2O_3$**	Not hazardous
1 M NaOH solution, 55 mL in plastic bottle	**NaOH**	H290, H314
2.5 M sulfuric acid solution, 80 mL in plastic bottle	**H_2SO_4**	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solution, 25 mL in plastic bottle	**KI**	H372
Potassium iodate, *ca* 100 mg (exact mass written on the label), in glass vial	**KIO_3**	H272, H315, H319, H335
Starch solution, 25 mL in plastic bottle	**Starch**	Not hazardous

Equipment

For all problems

Personal equipment	Quantity
Pipette filler bulb	1
Safety goggles	1
1 L plastic bottle for organic waste, labeled "**Organic waste**"	1
Paper towels	15 sheets
Precision wipers	30 sheets
Spatula (large)	1
Spatula (small)	1
Stopwatch	1
Pencil	1
Eraser	1
Black pen	1
Felt-tip pen for glassware	1
Ruler	1

Shared equipment	Quantity
UV lamp for TLC visualization	2 per lab
Colorimeter	5 per lab
Gloves	All sizes (S, M, L, XL) available upon request to a lab assistant
Ice bucket	1 per lab

For problem P1

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with: - Clamp holder with small clamp - Clamp holder with large clamp	1 2 1
Erlenmeyer flask with ground joint, 100 mL	1
Erlenmeyer flask with ground joint, 50 mL	1
Reflux condenser	1
Hotplate stirrer	1
Crystallizing dish	1
Magnetic stirring bar	1
Suction flask	1
Büchner funnel with rubber adapter	1
Zipped bag with 3 pieces of filter paper	1
Petri dish	1
TLC elution chamber, labeled "**TLC elution chamber**"	1
Zipped bag with 3 TLC plates (with fluorescence indicator), labeled with Student Code	1
TLC graduated spotters (in the Petri dish)	4
Plastic tweezers	1
Glass rod	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Beaker, 150 mL	2
Plastic powder funnel	1
Disposable plastic pipette	2

Amber glass vial, for TLC sample, 1.5 mL, with stopper, labeled **C** and **R**	2
Pre-weighed amber glass vial, 10 mL, with stopper, labeled with **Student Code**	1
Magnetic stirring bar retriever	1

For problem P2

Personal equipment	Quantity
Volumetric pipette, 10 mL	1
Graduated pipette, 10 mL	3
Graduated pipette, 5 mL	3
Test tube stand	1
Test tube	15
Test tube stopper	7
Colorimeter cuvette, path length 1.0 cm	2
Beaker, 100 mL	2
Disposable plastic pipette	15

For problem P3

Personal equipment	Quantity
Laboratory stand with burette clamp	1
Burette, 25 mL	1
Glass transfer funnel	1
Erlenmeyer flask, 100 mL	3
Erlenmeyer flask, 250 mL	3
Beaker, 150 mL	1
Beaker, 100 mL	2
Volumetric flask, 100 mL, with stopper	1
Volumetric pipette, 50 mL	1
Volumetric pipette, 25 mL	1
Volumetric pipette, 20 mL	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Graduated cylinder, 10 mL	1
Graduated cylinder, 5 mL	1
Disposable plastic pipette	3
Parafilm	20 sheets

Problem P1 13% of total	Question	Yield	Purity	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

المسألة الأولى: الأكسدة الخضراء (الصديقة للبيئة) للنتروبنزألدهيد

Problem P1. Greening the oxidation of nitrobenzaldehyde

في العقود الماضية، حاول الكيميائيون الاستعاضة عن المركبات المضرة في عمليات الأكسدة بغية التخفيف من معالجة المخلفات الخطرة. في هذه المسألة، جرى اختيار بيروكسو أحادي كبريتات البوتاسيوم (potassium peroxomonosulfate) بوصفه عامل مؤكسِد، نظراً لأنه يولّد أملاح كبريتات غير ضارة وغير ملوثة. وسنزودك بها هنا على شكل ®Oxone.

علاوة على ذلك، يجري التفاعل في مزيج من الماء والإيثانول اللذين يعتبران من المذيبات الخضراء.

For the last decades, chemists have tried to replace harmful reagents in oxidation processes in order to reduce hazardous waste treatment. In this problem, potassium peroxomonosulfate has been chosen as oxidizing agent, because it only produces non-toxic and non-polluting sulfate salts. It is provided here as Oxone®.

Furthermore, the reaction itself is performed in a mixture of water and ethanol, which are classified as green solvents.

مهمتك أن تجري أكسدة لـ 4-نترو بنز الألدهيد، إعادة بلورة الناتج، ومقارنة استخدام عدة مذيبات لطبقة TLC وذلك بغية التحقق من نقاء الناتج باستعمال TLC.

ملاحظة: يجب وضع بقايا الإيتانول والمذيبات في قارورة تحمل اسم "المخلفات العضوية".

Your task is to perform the oxidation of 4-nitrobenzaldehyde, to recrystallize the product, to compare TLC eluents and to check the purity of the product using TLC.

Note: Ethanol waste and eluent must be disposed of in the "Organic waste" bottle.

Procedure

طريقة العمل:

I. Oxidation of 4-nitrobenzaldehyde

أكسدة 4-نترو بنزالألدهيد

1. **Mix** 20 mL of water and 5 mL of ethanol.

امزج 20mL من الماء مع 5mL من الإيتانول

2. **Insert** the magnetic bar in the 100 mL **ground-joint** Erlenmeyer flask.

ضع قضيب التحريك المغناطيسي في إيرلينة 100 مل ذات رأس مصنفر.

3. **Transfer** the pre-weighed 1.51 g of 4-nitrobenzaldehyde into the Erlenmeyer flask. **Add** all of the water/ethanol mixture prepared previously. **Clamp** the Erlenmeyer flask to the stand. **Start stirring** the mixture, then **add** the pre-weighed 7.87 g of Oxone®.

انقل الكمية المعطاة والموزونة مسبقاً 1.51 g من 4-نترو بنزالألدهيد إلى الإيرلينة. أضف كامل المزيج من الإيتانول/الماء (20:5) المحضر في الطلب الأول. ثبّت الإيرلينة بالحامل، إبدأ التحريك ثمّ أضف الكمية المعطاة والموزونة مسبقاً من الأوكسون Oxone® قدرها 7.87g .

4. **Attach** the reflux condenser by loosening the large clamp and adjusting the ground joints (see Figure 1). **Raise** your HELP card. A lab assistant will come to turn on the water and set the hotplate.

ثبت مكثّف التقطير المرتد من خلال تحرير الملقط الكبير واضبط الوصلات المصنفرة (انظر الشكل 1). ارفع بطاقة طلب المساعدة HELP. سوف يساعدك المساعد المخبري لكي تفتح الماء وتشغّل التسخين.

5. **Heat** the reaction mixture with a gentle reflux (*ca* 1 drop refluxing per second) for 45 minutes. The mark on the heater corresponds to the necessary power to get a gentle reflux.

سخّن المزيج التفاعلي وفق تقطير مرتد لطيف (بمعدل قطرة مرتدة كل ثانية تقريبا) لمدة 45 دقيقة. الإشارة الموجودة على السخان توافق الاستطاعة اللازمة للوصول إلى التقطير المرتد

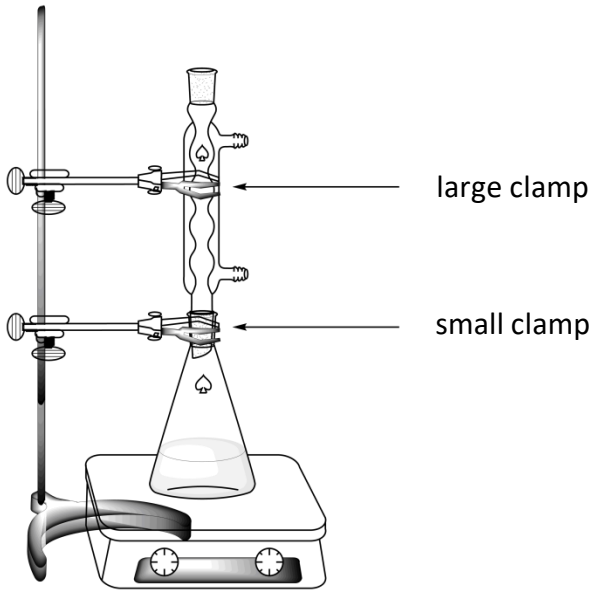


Figure 1. Setup for heating the reaction mixture under reflux

6. Then **turn off** the heating on the hotplate stirrer. **Remove** the hot plate and **let** the reaction mixture cool down for 10 minutes. **Place** it afterwards in the crystallizing dish filled with an ice-water mixture. **Let** it stand for another 10 minutes.

بعد ذلك، أطفئ التسخين. أبعد السخان واترك المزيج التفاعلي ليبرد لمدة 10 دقائق. ضعه بعد ذلك في صحن البلورة المعبّأ بمزيج من الثلج والماء. اتركه لمدة 10 دقائق إضافية.

7. **Set up** a vacuum filtration apparatus (see Figure 2) using a Büchner funnel, a filter paper and a suction flask, that is secured to the laboratory stand with a small clamp. **Raise** your HELP card. A lab assistant will come and show how to connect the suction flask to the vacuum source.

جهّز المونتاج التجريبي الخاص بالترشيح بالتخلية (انظر الشكل 2) وذلك باستعمال قمع بوخنر، ورقة ترشيح ووعاء الشفط الذي جرى تثبيته بالحامل بواسطة ملقط صغير. ارفع بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يحضر مساعد مخبري ويريك كيف توصل وعاء الشفط إلى منبع الخلاء.

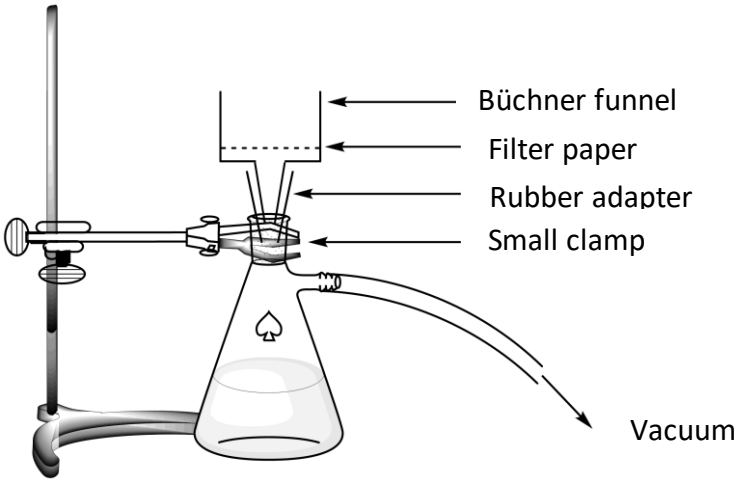


Figure 2. Setup for the vacuum filtration

8. **Wet** the filter paper with water and **ensure** that it covers all the holes of the Büchner funnel.
قم بترطيب ورقة الترشيح وتحقق من أنها تغطي كل الثقوب في قمع بوخنر

9. **Pour** the suspension of the crude product into the Büchner funnel and **apply** vacuum. **Wash** the solid thoroughly with deionized water (at least 4×20 mL).
اسكب معلق الناتج الخام على قمع بوخنز وطبّق الخلاء. اغسل المركب الصلب غسيلاً غزيرا بالماء المقطر منزوع الشوارد (على الأقل 4مرات بحوالي 20mL)

10. **Let** air suck through the precipitate for 5 minutes to pre-dry the product. **Disconnect** the vacuum source. **Use** the small spatula to transfer one tip of spatula of the product in the 1.5 mL amber glass vial, **labeled C**. **Close** the vial and **save** it for part III.
دع الهواء يشفط من خلال الراسب لمدة 5 دقائق لكي تجفف الناتج تجفيفاً أولياً. افصل الخلاء. استعمل سباتولا صغيرة لنقل كمية صغيرة جداً، ما قدره رأس سباتولا، من الناتج إلى قنينة زجاجية عاتمة مسماة C. أغلق القنينة واحتفظ بها للجزء III.

11. **Transfer** all of the remaining solid into the 50 mL ground-joint Erlenmeyer flask.
انقل الناتج الصلب المتبقي إلى إيرلينة مصنفرة الرأس ذات حجم 50 mL.

12. **Discard** the filtrate in the "Organic waste" bottle and **wash** both the suction flask and the Büchner funnel with ethanol and water. **Use** the "Organic waste" bottle to dispose of ethanol waste.
تخلّص من الرشاحة في قنينة "الفضلات العضوية" واغسل كلاً من **زجاجة** الشفط **(ايرلينة مع فتحة شفط جانبية)** وقمع الترشيح بوخنر بالإيتانول والماء. استعمل قنينة "الفضلات العضوية" للتخلص من فضلات الإيتانول.

II. Recrystallization of the product

إعادة بلورة الناتج

1. **Mix** 9 mL of water and 21 mL of ethanol.
امزج 9mL من الماء مع 21mL من الإيتانول

2. **Perform** the recrystallization of the crude product contained in the 50 mL ground-joint Erlenmeyer flask with the appropriate amount of this water/ethanol mixture, using the same setup as for the reflux heating (see Figure 1). **Raise** your HELP card. A lab assistant will come to turn on the water and set the hotplate. **Add** the solvent by the top of the condenser.
أنجز إعادة بلورة الناتج الخام الموجود ضمن الأرلينة المصنفرة التي حجمها 50 mL وذلك باستعمال كمية مناسبة من مزيج ماء/إيتانول السابق، وذلك بالاستعانة بالتجهيز التجريبي ذاته الذي استُعمل للتقطير المرتد (انظر الشكل 1). **ارفع** بطاقة HELP الخاصة بك، وسوف يأتي مساعد مخبري ليفتح الماء ويجهز السخان. **أضف** المذيب من فوهة المكثف العلية، إن لزم الأمر.

3. Once the product has crystallized, **use** the same procedure as described previously (I.7 to I.10) to collect the solid. **Use** the small spatula to transfer one tip of spatula of the recrystallized product in the 1.5 mL amber glass vial, **labeled R**. **Close** the vial and **save** it for part III.
ما إن يتبلور الناتج، **استعمل** الطريقة ذاتها الموصوفة سابقاً في الجزء الأول من المسألة من خلال عملية الترشيح (7 إلى 10) لجمع الناتج الصلب. **استعمل** السباتولا الصغيرة لتأخذ ما مقداره رأس سباتولا من الناتج المعاد بلورته وضعها في القنينة الزجاجية العاتمة ذات السعة 1.5 mL و**المسماة R**. **أغلق** القنينة و**احتفظ** بها للجزء III.

4. **Transfer** the purified solid in the pre-weighed vial labeled with your Student Code. **Close** the vial.
انقل الناتج الصلب المنقّى إلى قنينة سبق وزنها والمسماة باسم رمز الطالب. **أغلق** القنينة.

5. **Discard** the filtrate in the "Organic waste" bottle and **raise** your HELP card. A lab assistant will come to turn off the water of the condenser.
تخلّص من الرشاحة في قنينة "الفضلات العضوية" و**ارفع** بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي مساعد مخبري ليغلق ماء المكثف.

III. TLC analysis

1. **Prepare the elution chamber.** **Load** the elution chamber with *ca* 0.5 cm in height of eluent A. Cover it with a Petri dish. **Wait** for the eluent to saturate the atmosphere in the elution chamber.
حضّر بيشر الجرف (**elution chamber**). **حمّل** بيشر الجرف بما يعادل 0.5 cm تقريباً ارتفاعاً من مذيب الجرف. غطّ الحجرة بطبق بتري. **انتظر** حتى يتشبع جو الحجيرة بمذيب الجرف ضمن الحجرة.

2. **Prepare your samples**. You are provided a sample of 4-nitrobenzaldehyde in an amber glass vial labeled **TLC standard** (referred as **S** on the TLC). You have also kept a small sample of your crude product (vial **C**) and your recrystallized product (vial **R**) in two other amber glass vials. **Add** *ca* 1 mL of ethanol in each of the vials in order to dissolve the samples.
حضّر عيناتك. سوف يجري تزويدك بـ 4-نتروبنز الألدهيد في قنينة زجاجية عاتمة مسماة **معياري TLC** (وارمز لها بـ **S** على ورقة الـ TLC). لديك أيضاً كميات صغيرة سبق أن احتفظت بها من الناتج الخام (القنينة **C**) وناتجك المعاد بلورته (القنينة **R**) وذلك ضمن قنينتين زجاجيتين عاتمتين. **أضف** حوالي 1mL من الإيتانول إلى كل من القناني وذلك لحل العينات.

3. **Prepare your TLC plate**. Use a pencil to **draw** carefully the start line (1 cm above the bottom of the plate) and **mark** the positions in order to spot the 3 samples. **Label** them **S** (Starting material), **C** (Crude product) and **R** (Recrystallized product), as described in Figure 3. On the top left of the plate, **write** your **Student Code**. On the top right of the plate, **write** the eluent you use (first **Eluent A**, then **Eluent B**). **Spot** the three samples on the plate, using capillary spotters.
حضّر صفيحة TLC الخاصة بك. استعمل قلم رصاص **لترسم** بحرص خط البداية (عند 1cm بدءاً من أسفل الصفيحة) و**حدد** المواقع الخاصة بالعينات الثلاث. **قم بتسميتها S** (المواد الابتدائية)، **C** (الناتج الخام) و**R** (الناتج المعاد بلورته) كما هو موضح في الشكل 3. في الزاوية العلوية اليسرى من الصفيحة، اكتب رمز الطالب. على الزاوية العلوية اليمنى من الصفيحة، اكتب اسم المذيب الذي تستعمله (المذيب الجارف الأول **A** ثم المذيب **B**). **ضع بقع** العينات الثلاث على الصفيحة بالاستعانة بالأنابيب الشعرية الخاصة بهذا الغرض والموجودة داخل طبق البتري.

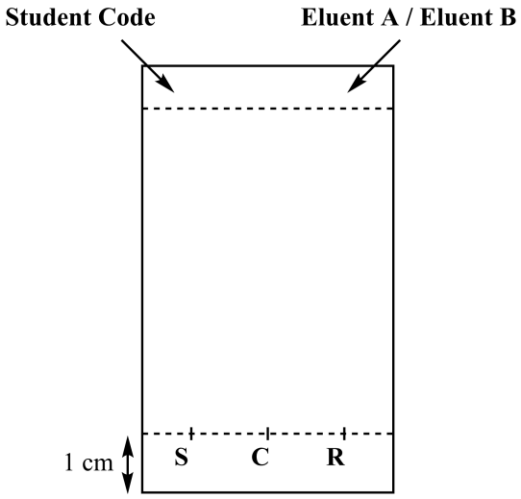


Figure 3. TLC plate preparation

4. **Perform the TLC analysis**. Using tweezers, **insert** the TLC plate into the elution chamber and **cover** it with the Petri dish. **Let** the eluent **reach** approximately 1 cm below the top of the plate. Using tweezers, **remove** the plate, mark the eluent front with a pencil and let the plate air-dry.
قم بالتحليل TLC. بالاستعانة بالملقط البلاستيكي، **ضع** صفيحة الـ TLC في حجيرة الجرف و**غطّها** بطبق بتري. **دع** المذيب الجارف يصل إلى حوالي 1cm تحت الحافة العليا للصفيحة. **اسحب** بالاستعانة بالملقط الصفيحة وحدد حرف المذيب باستعمال قلم رصاص واترك الصفيحة تجف في الهواء.

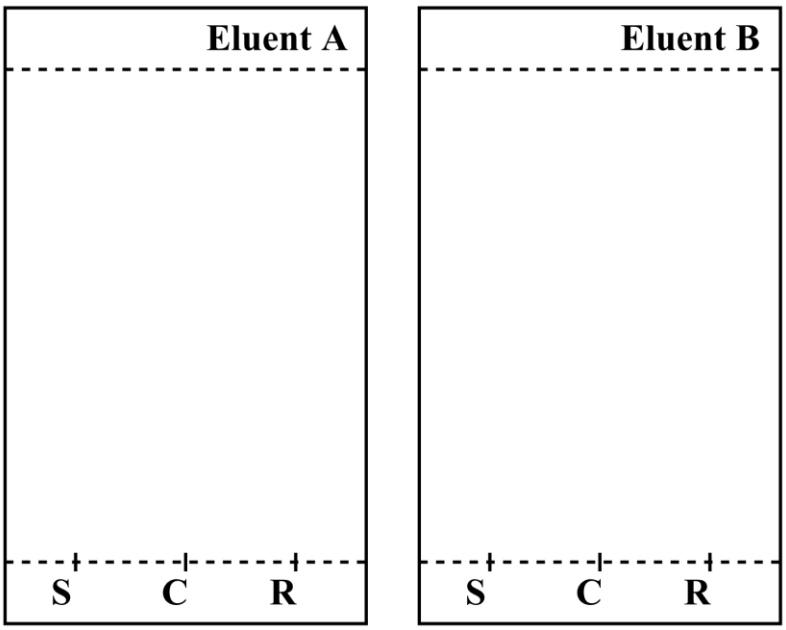
5. **Visualize the TLC plate.** **Place** the TLC plate under the UV lamp kept on the common bench. With a pencil, **circle** all the visible spots.
ظهر الصفيحة TLC. **ضع** صفيحة TLC تحت مصباح الUV الموجود على طاولة مشتركة. وبالاستعانة بقلم رصاص **ارسم دوائر** حول البقع المرئية.

6. **Discard the eluent into the "Organic waste" bottle.**
تخلّص من المحاليل الجارفة في قنينة "الفضلات العضوية".

7. **Repeat** steps 1, 3, 4, 5, and 6 with eluent B.
كرر الخطوات 1,3,4,5,6 باستعمال المذيب الجارف B.

8. **Place** your plates in the zipped bag with your Student Code.
ضع صفائحك في الكيس قابل للغلق الذي يحمل رمزك.

Results of your TLC analysis (**complete** the schemes with your results). You may use these drawings to make a scheme of your TLC plates that may help you answer the following questions. The scheme will not be graded.
نتائج تحليلكTLC (**أتمم** المخططات مع نتائجك). يمكنك أن تستعمل هذه الرسمات لترسم مخططاً لصفائحك الTLC وهذا ما سيساعدك لتجيب على الأسئلة التالية. لن يجري تصويب المخطط.



At the end of the examination, your lab supervisor will pick up the following items:
- Glass vial labeled with your **Student Code** containing your recrystallized product;
- TLC plates A and B in zipped bag labeled with your **Student Code**.

في نهاية الامتحان، سوف يقوم المشرف على المخبر بجمع الأشياء التالية:
- **قناني الزجاج مع رمزك والحاوية على الناتج المعادة بلورته؛**
- **صفيحتا الTLC بالمذيبات A و B ضمن كيس قابل للإغلاق يحمل رمزك.**

Submitted items			
Recrystallized product	□		
TLC plate A	□		
TLC plate B	□		
Signatures			
		Student	Lab Supervisor

Questions

1. **Propose** a structure for the final organic product from the reaction of 4-nitrobenzaldehyde and Oxone®.

اقترح بنية الناتج العضوي النهائي لتفاعل 4-نتروبنزألدهيد مع الأوكسون Oxone®.

2. Based on your results on the TLC analysis, **answer** the following questions.

اعتماداً على نتائج تحليل TLC **أجب** عن الأسئلة التالية

- Which eluent is better to follow the reaction progress?

□ **A**	□ **B**

- The crude product (C) contains traces of 4-nitrobenzaldehyde.

□ **True**	□ **False**

- The recrystallized product (R) contains traces of 4-nitrobenzaldehyde.

□ **True**	□ **False**

Problem P2 14% of total	Question	Calibration	Iron determination	P2.1	P2.2	P2.3	Stoichiometry determination	P2.4	P2.5	Total
	Points	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Score									

المسألة الثانية: العصر الحديدي في النبيذ!!

Problem P2. The iron age of wine

يتواجد عنصر الحديد بشكل طبيعي في النبيذ. عندما يتجاوز تركيزه 10 إلى 15 ملغ/ل يحدث تأكسد أيون الحديد الثنائي ((iron(II)) إلى أيون الحديد الثلاثي ((iron(III)) تؤدي إلى خسارة في الجودة نتيجة تشكيل راسب. لذلك من الضروري مراقبة تركيز الحديد في النبيذ أثناء مراحل التصنيع.
ونظراً للتركيز الضعيف جداً لأيونات الحديد، فإنه يستخدم معقد ملون للحديد الثلاثي ((iron(III)) مع مرتبطة تيوسيانات (SCN^-) لتحديد كمية الحديد من بطريقة المطيافية الضوئية.

تهتم هذه التجربة في تحديد تركيز الحديد الكلي في النبيذ الأبيض المعطى باستعمال طريقة المطيافية الضوئية، وتحديد الستكيومتري لمعقد التيوسيانات مع الحديد الثلاثي.

Iron is an element which can naturally be found in wine. When its concentration exceeds 10 to 15 mg per liter, iron(II) oxidation into iron(III) may lead to quality loss, through the formation of precipitates. It is therefore necessary to assess the iron content of the wine during its production.

Given the very low concentration of iron species, a colored complex of iron(III) with thiocyanate SCN^- as a ligand is used to quantify the iron amount, through spectrophotometric measurements.

Your task is to determine the total iron concentration of the white wine provided, using spectrophotometry, and to determine the stoichiometry of the thiocyanate – iron(III) complex.

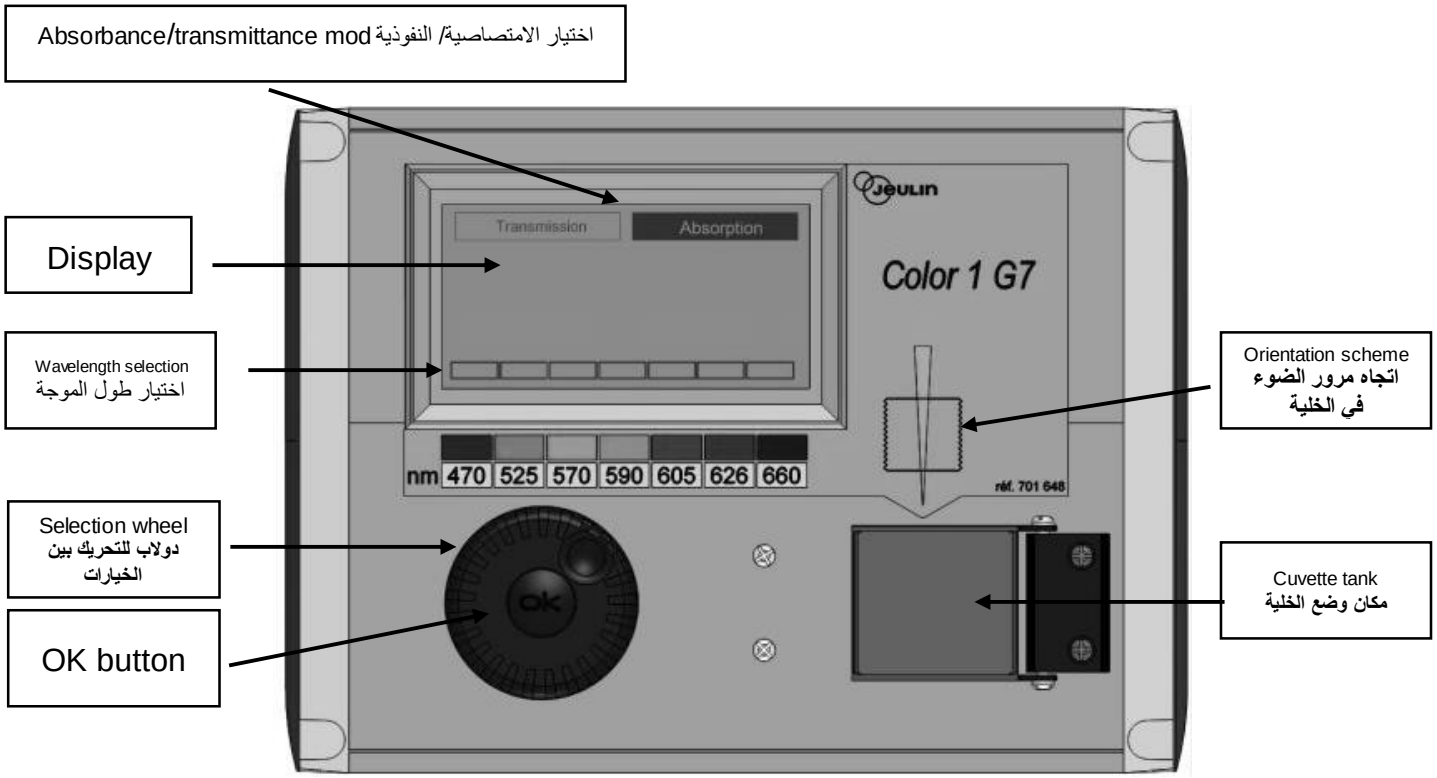
WARNING

ملاحظات هامة:

- **في هذه المسألة، سيتم تزويدكم بمحلولين من الحديد الثلاثي ومحلولين من تيوسيانات البوتاسيوم بتراكيز مختلفة، كن منتبهاً لهذه التراكيز المختلفة ولا تخلط بينها**
- **بعد الانتهاء من تحضير المحاليل لقياس المطيافية الضوئية، قم بالقياس بعد إضافة التيوسيانات خلال فترة زمنية لا تتجاوز كحد أقصى ساعة واحدة بعد الإضافة**
- **عند تحتاج لاستخدام المطيافية الضوئية، قم برفع بطاقة (HELP)، وسيقوم المخبري بإعطائك جهاز المطيافية. سوف يسمح لك باستخدامه لمدة لا تتجاوز 15 دقيقة، بعدها سيقوم المخبري بأخذه مباشرة بعد انتهائك أو عند انتهاء الـ 15 دقيقة المسموحة لك. عند عدم وجود مقياس مطيافية غير محجوز سيتم وضعك على قائمة الانتظار**
- **تعليمات استخدام جهاز المطيافية موجودة في الصفحة التالية**
- **يمكنك طلب جهاز المطيافية الضوئية ثلاث مرات فقط لهذه المسألة.**

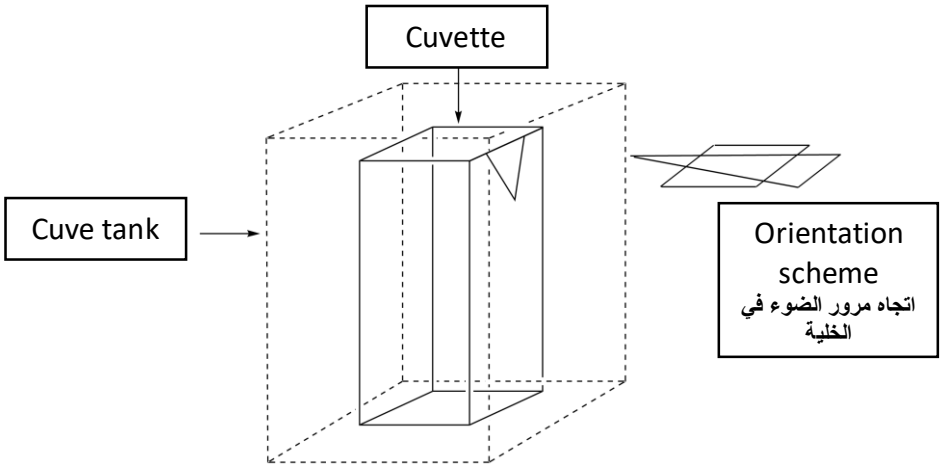
- In this task, you are provided with two iron(III) solutions and two potassium thiocyanate solutions of different concentrations. Be very careful not to confuse them.
- Once the solutions are ready for spectrophotometric measurements, record the absorbance no later than one hour after the addition of thiocyanate.
- When you need a colorimeter, raise your HELP card. A lab assistant will give you a colorimeter labeled. You will have the exclusive use of this colorimeter for up to 15 minutes. The lab assistant will take it back as soon as you have finished or when the 15 minutes are over. If no colorimeter is available at the precise moment, you will be added to a waiting-list.
- Instructions for the colorimeter are presented on the following page.
- You can call for the colorimeter only three times for this problem.

Instructions for the use of the colorimeter



- أوصل مقياس المطيافية الضوئية بالكهرباء
- تأكد من أن خيار الامتصاصية (Absorbance) مضاء. إذا كان غير ذلك قم بتدوير دولاب الخيارات حتى يظهر الخط المقطع حول (Absorption) ثم قم بضغط الزر (OK)
- قم بتدوير دولاب الخيارات حتى ظهور الخط المنقط عند طول الموجة المطلوب (470 nm) ثم قم بضغط الزر (OK)
- قم بوضع الخلية التي تحوي محلول التصفير (blank solution) انتبه لاختيار الاتجاه الصحيح (انظر إلى مخطط الاتجاه على الجهاز، الحزمة الضوئية باتجاه السهم الأصفر، كما هو موضح بالشكل التالي)، قم بضغط الخلية نحو الأسفل لتستقر في مكانها جيداً وأغلق الحجرة
- قم بتدوير دولاب الخيارات حتى يظهر الخط المقطع حول (Absorption) ثم قم بضغط الزر (OK). ثم استخدم الدولاب لإضاءة زر معايرة الجهاز بمحلول التصفير (Calibration) ثم قم بضغط الزر (OK)
- انتظر حتى يظهر على الشاشة القيمة (0.00) أو (–0.00).
- استبدل الخلية بالخلية التي تحوي العينة التي تريد تحليلها. أغلق الحجرة.
- اقرأ وسجل قيمة الامتصاصية

- Plug in the colorimeter.
- Check that "Absorbance" is highlighted. If not, turn the selection wheel until a dashed line appears around "Absorption" and then press the OK button.
- Turn the selection wheel until a dashed line appears around the desired wavelength (470 nm). Press the OK button.
- Place the cuvette with *ca* 3 cm in height of the blank solution in the tank. Be careful to choose the correct orientation (look at the orientation scheme on the colorimeter, the beam is in the direction of the yellow arrow, see figure below), and to push the cuvette down until the final position. Close the lid.
- Turn the selection wheel until a dashed line appears around "Absorption" and then press the OK button. Using the selection wheel, highlight "Calibration" and press the OK button.
- Wait until the display reads 0.00 (or –0.00).
- Place the cuvette with *ca* 3 cm in height of the analyzed solution in the tank. Close the lid.
- Read the absorbance value.



I. Determination of the iron content in the wine

تحديد محتوى الحديد في النبيذ

في هذا الجزء سوف تستخدم محلول الحديد الثلاثي ذو التركيز (0.000200 M) ومحلول ثيوسيانات البوتاسيوم ذو التركيز (1 M)

In this part, you will need the 0.000200 M iron(III) solution and the 1 M potassium thiocyanate solution.

Procedure

طريقة العمل:

3. **Prepare** 6 tubes by adding to each tube the required volumes of the provided solutions, as described in the table below.

قم بتحضير ستة أنابيب اختبار بالحجوم المحددة بالجدول من المواد المعطاة لكم لهذا الجزء.

Tube #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
0.000200 M iron(III) solution	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
1 M perchloric acid solution	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Wine					10.0 mL	10.0 mL
Hydrogen peroxide solution					0.5 mL	0.5 mL
Deionized water	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

4. **Stopper** the tubes and **homogenize**.

أغلق الأنابيب بالسدادة البلاستيكية وقم بخضها ليتجانس المحلول

5. **Add** 1.0 mL of 1 M potassium thiocyanate solution in tubes **1**, **2** **3**, **4** and **5**. Do **not** add in tube **6**. **Stopper** and **homogenize**.

أضف (1.0 mL) من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم ذو التركيز (1 M) في الأنابيب 1،2،3،4،5 ولا تضف للأنبوب 6. أعد الإغلاق بنفس الغطاء وجانس المحلول.

6. When all the tubes are ready, **raise** your HELP card to get a colorimeter from a lab assistant.

عند تقوم بتجهيز جميع الأنابيب، ارفع البطاقة (HELP) لتحصل على جهاز المطيافية الضوئية من المخبري.

7. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 18). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.

حضر مقياس المطيافية الضوئية بالطريقة التي شرحت سابقاً (في الصفحة).

ضع الجهاز للقياس عند طول الموجة (470 nm).

استخدم الماء منزوع الشوارد للتصفير.

8. **Record** the absorbance of each tube (**1** to **6**) at this wavelength. **Report** the results in the following table. **Raise** your HELP card to return the colorimeter.

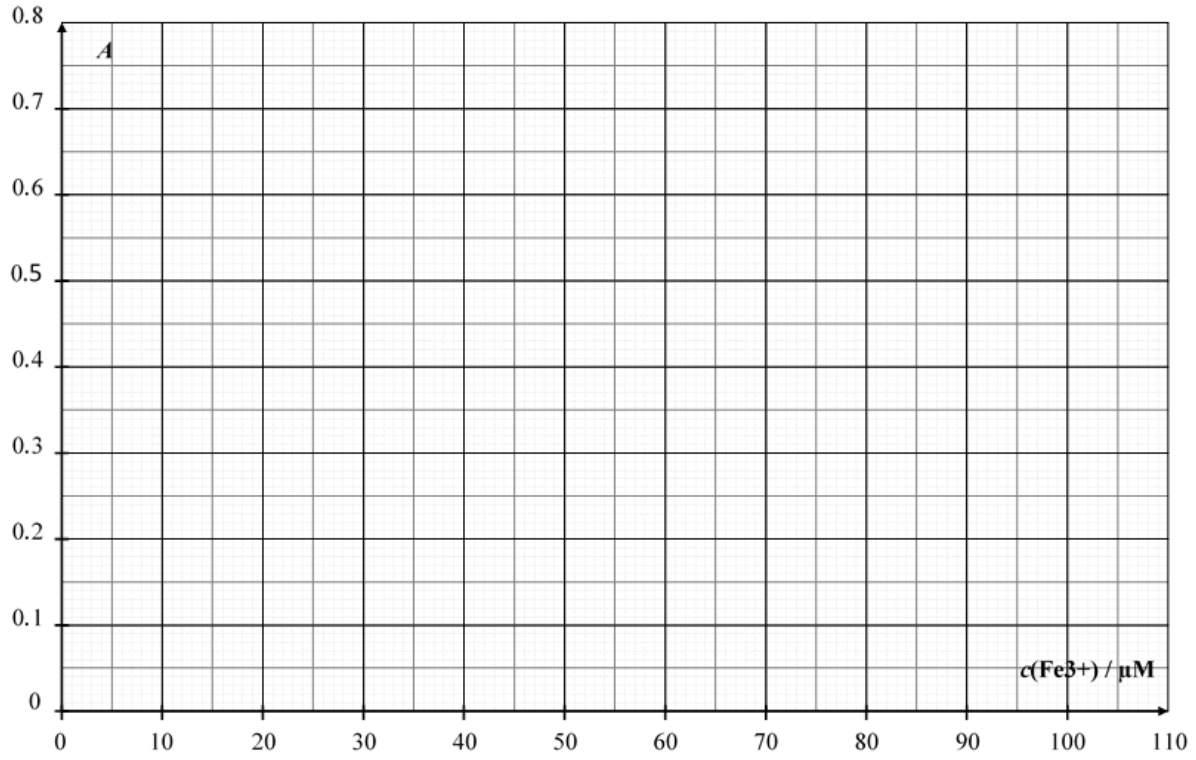
سجل قيم الامتصاصية لكل أنبوب عند طول الموجة المحدد، واملأ الجدول التالي، ارفع بطاقة (HELP) لإعادة جهاز الامتصاصية.

Tube #	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Absorbance (at 470 nm)						
Analytical concentration of Fe^{3+} in the tube $c(Fe^{3+})$ / µM	16	32	64	96		
Colorimeter code رمز جهاز الامتصاصية						

Questions

9. **Plot** the absorbance *A* of tubes **1** to **4** as a function of the analytical concentration of Fe^{3+} in the tube.

ارسم قيم الامتصاصية للأنابيب الممددة من 1 إلى 4 كتابع لتركيز الحديد الثلاثي في الأنبوب.



- In the following, **check** the boxes of the data you will consider for your calibration curve.

ضع إشارة صح على قيم الامتصاصية التي ستستخدمها لرسم خط المعايرة المستقيم مبيناً القيمة المستبعدة إن وجدت بإشارة ضرب

Tube #	**1**	**2**	**3**	**4**
Absorbance values used for the calibration curve				

10. Using the previous plot and the data you have chosen, **draw** the calibration straight line on the previous plot **determine** the analytical concentration (in µmol L^{-1}) of Fe^{3+} in tube **5**.

باستخدام المخطط البياني السابق والقيم التي اخترتها، ارسم خط المعايرة المستقيم الذي يصل بين النقاط وحدد قيمة تركيز الحديد الثلاثي الموجود في الأنبوب **5** مقدراً بـ (µmol L^{-1})

$c(Fe^{3+})_{TUBE\ 5}$ = _____ **µmol L^{-1}**

If you could not calculate $c(Fe^{3+})$, the value $c(Fe^{3+}) = 50\ \mu mol\ L^{-1}$ can be used in the rest of the problem.

إذا لم تستطع حساب قيم تركيز (Fe^{3+}) استعمل القيمة ($c(Fe^{3+}) = 50\ \mu mol\ L^{-1}$) لإتمام بقية الطلبات

11. **Calculate** the mass concentration, in mg per liter, of iron in the studied white wine, (taking in consideration the volume of additives).

احسب التركيز الكتلي للحديد مقدراً بـ ملغ/لتر في عينة النبيذ الأبيض المدروسة (أخذا بعين الاعتبار أن الإضافات الحجمية أدت لتمديد المحلول في أنبوب الاختبار)

c_m**(iron) =** _____ **mg** L^{-1}

II. Determination of the complex stoichiometry

تحديد النسبة الستكيومترية للمعقد

في هذا الجزء سنستخدم محلول الحديد الثلاثي ذو تركيز (0.00200 M) ومحلول ثيوسيانات البوتاسيوم ذو تركيز (0.00200 M)

In this part, you will need the 0.00200 M iron(III) solution and the 0.00200 M potassium thiocyanate solution.

Procedure

طريقة العمل:

في الجزء الأول من المسألة، استعملنا لون معقد ثيوسيانات الحديد الثلاثي لتحديد تركيز الحديد في عينة من النبيذ، أما في الجزء الثاني من هذه المسالة فيهدف إلى دراسة الستكيومتري للمعقد $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (لم نظهر تساندية الماء) حيث (a وb) أعداد صحيحة ليست اكبر من 3.

In part I of this problem, we use the color of the iron(III)-thiocyanate complex to determine the concentration of iron in the sample of wine. Part II of this problem aims at investigating the stoichiometry of the $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ complex (coordination of water is not shown), where *a* and *b* are integers no greater than 3.

سيتم تزويدك بالمحاليل المائية التالية:

- 80 mL من محلول الحديد الثلاثي ذو التركيز (0.00200 M) المحمض سابقاً
- 80 mL من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم ذو التركيز (0.00200 M)

لديك أنابيب الاختبار المتبقية النظيفة (مع السدادات التي يمكن غسلها وتنشيفها)، ماصة مدرجة، خلية للمطيافية الضوئية، مطيافي ضوئي (تطلب كما في الجزء الأول من المسألة)، زجاجيات مختلفة والتي يمكن استخدامها كما ترغب.

You are provided with the following aqueous solutions for this part:

- 0.00200 M iron(III) solution (already acidified) (80 mL)
- 0.00200 M potassium thiocyanate solution (80 mL)

You also have test tubes (with stoppers that you can wash and dry), graduated pipettes, a spectrophotometer cuvette, a colorimeter (upon request), and any other labware on your bench that you think useful.

12. **Fill** the first three lines of the following table with volume values that will allow you to determine the stoichiometry of the complex, by spectrophotometric measurements. *You don't have to fill all the columns*. **Calculate** the molar fraction of iron(III) in each tube, using the following formula.

املأ الصفوف الثلاث الأولى من الجدول التالي بالحجوم والتي سوف تسمح لك بتحديد الستكيومتري للمعقد باستعمال قياسات المطيافية الضوئية. لا تحتاج لملء كل الأعمدة في الجدول. احسب الكسر المولي للحديث الثلاثي في كل أنبوب، باستخدام العلاقة التالية:

$$x(\mathrm{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\mathrm{Fe(III)}}}{V_{\mathrm{Fe(III)}} + V_{\mathrm{SCN^-}}}$$

Tube #	**7**	**8**	**9**	**10**	**11**	**12**	**13**	**14**	**15**
Volume of 0.00200 M iron(III) solution $V_{Fe(III)}$ / mL									
Volume of 0.00200 M potassium thiocyanate solution V_{SCN-} / mL									
Molar fraction in iron(III) $x(Fe^{3+})$									
Absorbance (at 470 nm)									
Colorimeter code رمز جهاز الامتصاصية									

13. **Prepare** the tubes. When all the tubes are ready, **raise** your HELP card to get a colorimeter from a lab assistant.

قم بتجهيز أنابيب اختبار بالحجوم التي حددتها. ارفع البطاقة (HELP) لتحصل على فرصة استعمال جهاز المطيافية الضوئية من المخبري.

14. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 18). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.

جهز مقياس المطيافية الضوئية بالطريقة التي شرحت سابقاً (في الصفحة 18). **ضع** الجهاز للقياس عند طول الموجة (470 nm). **استخدم** الماء منزوع الشوارد للتصفير.

15. **Record** the absorbance of each tube at this wavelength. **Report** the results in the previous table.

سجل قيم الامتصاصية لكل أنبوب عند طول الموجة المحدد، واملأ الجدول السابق.

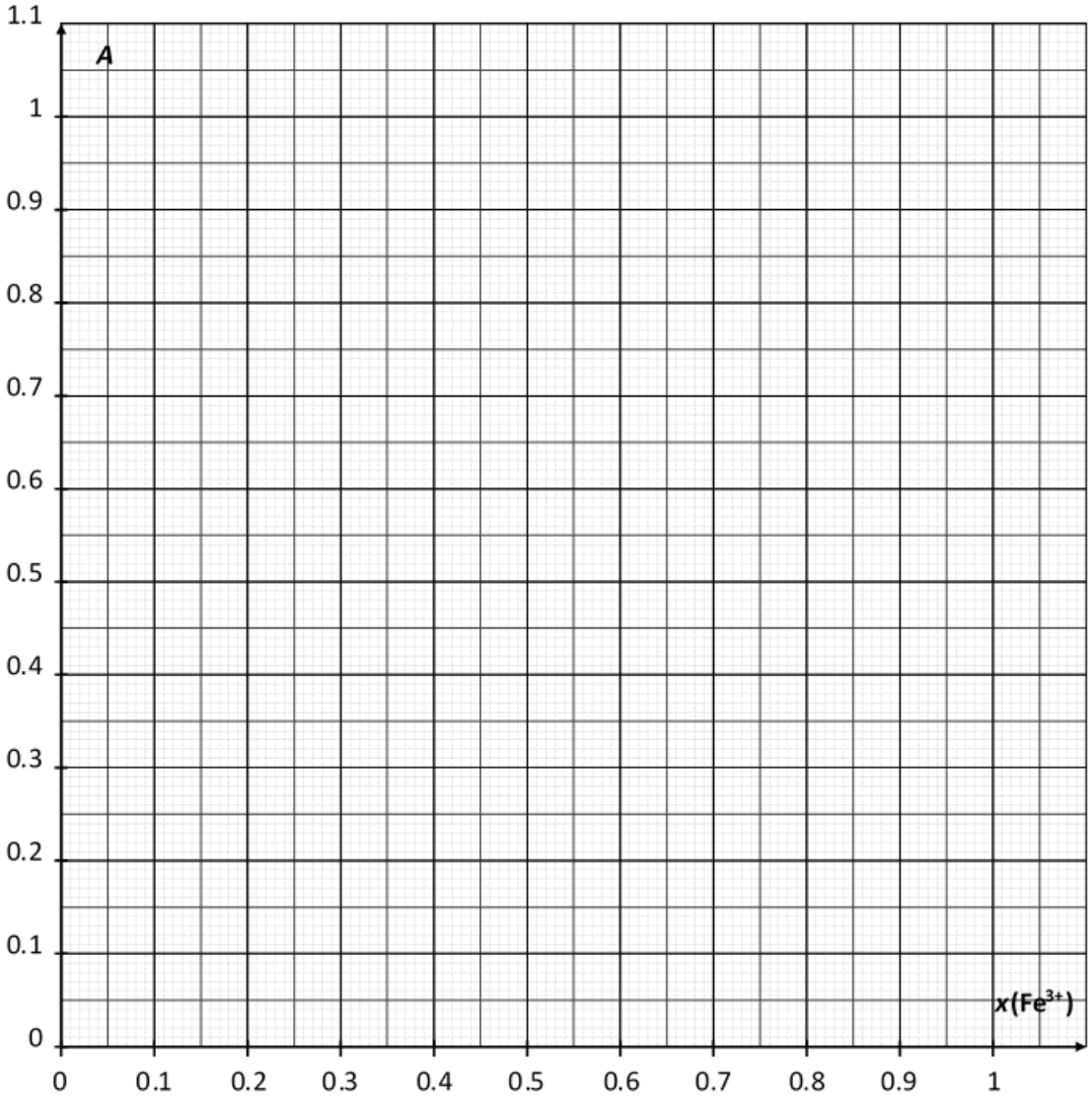
Questions

16. **Plot** the absorbance *A* of the tubes as a function of the molar fraction of iron(III) $x(Fe^{3+})$.

ارسم قيم الامتصاصية كتابع للكسر المولي للحديد الثلاثي

17. Based on the results of the experiments you carried out, **determine** the stoichiometry of the complex $[(Fe)_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$.

بناءاً على نتائج التجربة التي قمت بها. حدد الستكيومتري للمعقد $[(Fe)_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$



a = _____ ***b*** = _____

Problem P3 13% of total	Question	Titration I	Titration II	Titration III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Points	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

المسألة الثالثة: النبيذ للحفظ

Problem P3. Wine for keeping

يُستعمل ثنائي أكسيد الكبريت SO_2 كمادة حافظة في النبيذ، يتفاعل ثنائي أكسيد الكبريت المضاف مع الماء مؤدياً إلى تشكيل أيون ثنائي السلفايت bisulfite HSO_3^- و البروتون H^+ . يمكن أن يتحول bisulfite إلى أيون الكبريتيت SO_3^{2-} بفقد بروتون آخر وفق المعادلات الآتية:

Sulfur dioxide, SO_2, is used as a preservative in wine. When SO_2 is added to wine, it can react with water leading to bisulfite ions, HSO_3^-, and protons, H^+. Bisulfite can also be converted to sulfite, SO_3^{2-}, by the loss of a second proton.

$$SO_2 + H_2O = H^+ + HSO_3^-$$
$$HSO_3^- = H^+ + SO_3^{2-}$$

يمكن أن تتفاعل المركبات الثلاث المتشكلة من أكاسيد الكبريت الموجودة في الماء مع المواد الكيميائية الموجودة في النبيذ مثل أسيت ألدهيد والأصبغة والسكاكر وغيرها من المواد مشكلة النواتج P. إن التركيز الكلي لثنائي أكسيد الكبريت هو مجموع تراكيز الأشكال الحرة من SO_2 و HSO_3^- و SO_3^{2-} و P

إن تركيز المادة الحافظة منظم ومتحكم به بسبب الضرر الذي يسببه ثنائي أكسيد الكبريت و الكبريتيت لبعض الناس. حُدد التركيز المسموح به من محتوى ثنائي أكسيد الكبريت في الاتحاد الأوربي في النبيذ الأحمر عند 100 ملغ/ليتر وفي النبيذ الأبيض والنبيذ ذو اللون الزهري عند 150 ملغ /ليتر

These three different forms of sulfur dioxide in water can react with chemicals in wine such as acetaldehyde, pigments, sugars, etc. forming products P. The total concentration of sulfur dioxide is the sum of the concentration of the "free" forms (SO_2, HSO_3^- and SO_3^{2-}) and P.

The preservative concentration is regulated because sulfites and sulfur dioxide can be harmful to some people. In the EU, the maximum total sulfur dioxide content is set at 100 mg L^{-1} for red wine and 150 mg L^{-1} for white or rosé.

تهتم المسألة الثالثة في تعيين التركيز الكلي لثنائي أكسيد الكبريت للنبيذ الأبيض المعطى بالمعايرة اليودية

Your task is to determine the total sulfur dioxide concentration of the provided white wine by iodometric titration.

Procedure

خطوات العمل والإجراءات

I. Standardization of the sodium thiosulfate solution

I. معايرة محلول من ثيوكبريتات الصوديوم (ثيو سلفات الصوديوم)

1. You are given a sample of *ca* 100 mg of pure potassium iodate KIO_3. The exact mass is written on the label of the vial. **Report** it in the table below.

أعطيت عينة مقدارها حوالي 100 ملغ من يودات البوتاسيوم حيث ذُكر الوزن بدقة على العبوة، **سجل ذلك في الجدول** المذكور أدناه:

2. **Prepare** 100 mL of potassium iodate solution in the 100 mL volumetric flask, using the whole sample of solid potassium iodate and deionized water. This solution is called **S**.

قم بتحضير 100 مل من محلول يودات البوتاسيوم في حوجلة حجمية باستعمال كامل العينة المعطاة من يودات البوتاسيوم مع الماء المقطر المنزوع الشوارد deionized water، نسمي هذا المحلول S

3.In a 100 mL Erlenmeyer flask, **add**:

- 20 mL of solution **S** with a volumetric pipette;
- 5 mL of the potassium iodide solution (0.5 M), using a 5 mL graduated cylinder;
- 10 mL of the sulfuric acid solution (2.5 M) with a 10 mL graduated cylinder.

أضف إلى أرلينة حجمها 100 مل كلاً مما يلي:

- 20 مل من المحلول S مستعملا الماصة الحجمية
- 5 مل من محلول يوديد البوتاسيوم تركيزها (0.5 M) باستعمال الأسطوانة المدرجة التي حجمها 5 مل
- 10 مل من حمض الكبريت تركيزه (2.5 M) مستعملا اسطوانة مدرجة حجمها 10 مل

4. **Swirl** the Erlenmeyer flask, **cover** it with Parafilm and **keep** it in the cupboard for at least five minutes.

حرك محتوى الأرلينة ، قم بتغطية هذه الأرلينة بالبارافيلم واتركها في الخزانة اسفل طاولتك (وأغلقها) لمدة خمس دقائق

5. **Fill** the burette with the provided thiosulfate solution using a beaker. **Titrate** the content of the Erlenmeyer flask with constant swirling. When the liquid turns pale yellow, **add** ten drops of the starch solution and **keep titrating** until the solution becomes colorless. **Record** the titration volume V_1.

إملأ السحاحة بمحلول ثيو **كبريتات** الصوديوم المعطى مستعملاً البيشر، **عاير** محتوى الأرلينة مع التحريك المستمر. عندما يتحول لون المحلول إلى أصفر شاحب، **أضف عشر** قطرات من محلول النشاء **واستمر بالمعايرة** حتى يُصبح المحلول عديم اللون ، **سجل** الحجم المستهلك V_1

6. **Repeat** the procedure (steps 3-5) as needed.

كرر الخطوات من 3-5 إذا دعت الحاجة

Mass of potassium iodate (report the value on the label) كتلة يودات البوتاسوم سجل القيمة الموجودة على اللصاقة	

Analysis n°	**V_1 / mL**
1	
2	
3	
Reported value V_1 / mL	

II. Standardization of the iodine solution

II معايرة محلول اليود

1. With a volumetric pipette, **transfer** 25 mL of the iodine solution labeled **I_2** into a 100 mL Erlenmeyer flask.
باستعمال ماصة حجمية، **خذ** 25 مل من محلول اليود ذو اللصاقة **I_2** وضعها في أرلينة حجمها 100 مل

2. **Titrate** the content of the Erlenmeyer flask with the sodium thiosulfate solution. When the liquid turns pale yellow, **add** ten drops of the starch solution and **keep titrating** until the solution becomes colorless. **Record** the titration volume V_2.
عاير محتوى الأرلينة مع محلول ثيو كبريتات الصوديوم. عندما يتحول لون المحلول إلى أصفر شاحب، **أضف عشر** قطرات من محلول النشاء **واستمر بالمعايرة** حتى يُصبح المحلول عديم اللون، **سجل** الحجم المستهلك V_2

3. **Repeat** the procedure (steps 1-2) as needed.

كرر الخطوات من 1-2 إذا دعت الحاجة

Analysis n°	**V_2 / mL**
1	
2	
3	
Reported value V_2 / mL	

III. Determination of total sulfur dioxide

III تعيين المحتوى الكلي من ثنائي أكسيد الكبريت SO_2

1. With a volumetric pipette, **transfer** 50 mL of wine into a 250 mL Erlenmeyer flask.
باستعمال ماصة حجمية، خذ 50 مل من النبيذ المعطى وضعها في أرلينة حجمها 250 مل

2. **Add** 12 mL of the sodium hydroxide solution (1 M), with a 25 mL graduated cylinder. **Cover** the flask with Parafilm, **swirl** the content then let it stand for at least 20 minutes.
أضف لها 12 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزها (1 M) باستعمال اسطوانة مدرجة حجمها 25 مل، قم بتغطية الأرلينة جيداً بورق البارافيلم، حرك المحتوى **واتركها** لمدة 20 دقيقة

3. **Add** 5 mL of the sulfuric acid solution (2.5 M), and *ca* 2 mL of starch solution using a graduated disposable plastic pipette.

أضف لها 5مل من محلول حمض الكبريت تركيزه (2.5 M) وحوالي 2مل من محلول النشاء باستعمال إحدى الماصات البلاستيكية ذات الاستخدام لمرة واحدة.

4. **Titrate** the content of the Erlenmeyer flask with the iodine solution in the burette, until a dark color appears and persists for at least 15 seconds. **Record** the titration volume V_3.

اغسل السحاحة الموجودة لديك بشكل جيد ثم املأها بمحلول اليود من أجل المعايرة. ثم عاير محتوى الأرلينة مع محلول اليود في السحاحة التي غسلتها سابقا حتى يظهر لون غامق يبقى لحوالي 15 ثانية، سجل حجم المعايرة V_3.

5. **Repeat** the procedure (steps 1-4) as needed.

كرر الخطوات من 1-4 إذا دعت الحاجة

Analysis n°	**V_3 / mL**
1	
2	
3	
Reported value V_3 / mL	

Questions

1. **Write down** the balanced equations of all the reactions occurring during the standardization of the sodium thiosulfate solution.
اكتب المعادلات الكيميائية الموزونة للتفاعلات الحاصلة أثناء معايرة محلول ثيوسلفات الصوديوم

2. **Calculate** the molar concentration of the sodium thiosulfate solution. The molar mass of potassium iodate is $M(KIO_3) = 214.0\ g\ mol^{-1}$.
احسب التركيز المولي لمحلول ثيوسلفات الصوديوم، الكتلة المولية ليودات البوتاسيوم $M(KIO_3) = 214.0\ g\ mol^{-1}$

$$c(S_2O_3^{2-}) = _____\ mol\ L^{-1}$$

If you could not calculate $c(S_2O_3^{2-})$, the value $c(S_2O_3^{2-}) = 0.0500\ mol\ L^{-1}$ can be used in the rest of the problem.
إذا كنت لا تستطيع حساب تركيز $c(S_2O_3^{2-})$، يمكنك استعمال $c(S_2O_3^{2-}) = 0.0500\ mol\ L^{-1}$ في بقية المسألة

3. **Calculate** the molar concentration of the iodine solution.

احسب التركيز المولي لمحلول اليود

$c(I_2)$ = _____ mol L^{-1}

If you could not calculate $c(I_2)$, the value $c(I_2) = 0.00700$ mol L^{-1} can be used in the rest of the problem.

إذا كنت لا تستطيع حساب تركيز $c(I_2)$ ، يمكنك استعمال $c(I_2) = 0.00700$ mol L^{-1} في بقية المسألة

4. **Write down** the equation of the reaction between iodine I_2 and sulfur dioxide SO_2, assuming that sulfur dioxide is oxidized into sulfate ions SO_4^{2-}.

اكتب معادلة التفاعل الحاصل بين اليود و ثنائي أكسيد الكبريت مفترضاً أن ثنائي أكسيد الكبريت قد تأكسد لأيونات الكبريتات

5. **Calculate** the mass concentration, in mg per liter, of total sulfur dioxide in the wine. The molar mass of sulfur dioxide is $M(SO_2) = 64.1$ g mol^{-1}.

احسب التركيز الكتلي بواحدة ملغ/ليتر للمحتوى الكلي لثنائي أكسيد الكبريت في النبيذ، الكتلة المولية لـ $M(SO_2) = 64.1$ g mol^{-1}

$c_m(SO_2)$ = _____ mg L^{-1}

SYR_4

PENALTIES

Incident #	Student signature	Lab supervisor signature
1 (no penalty)		
2		
3		
4		
5		