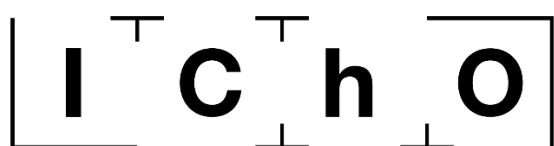


BÀI THI THỰC HÀNH



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

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

Hướng dẫn chung

- Cuốn đề thi và trả lời phần thực hành này gồm 27 trang.
- Trước khi bắt đầu phần thi thực hành, lệnh “**Read**” được cho. Thí sinh sẽ có **15 phút** để đọc tài liệu này. Thí sinh chỉ được đọc trong khoảng thời gian này, không được viết hoặc dùng máy tính cá nhân.
- Thí sinh bắt đầu làm bài ngay sau lệnh “**Start**”. Thí sinh có **5 giờ** để hoàn thành phần thi này.
- Thí sinh có thể làm các bài theo thứ tự bất kì, tuy nhiên **bài P1** được khuyến cáo làm đầu tiên.
- Tất cả các kết quả và câu trả lời phải được viết rõ ràng bằng bút trong phần được thiết kế tương ứng. Viết ra ngoài khu vực này sẽ không được tính điểm.
- Nếu thí sinh cần giấy nháp, có thể dùng mặt sau của cuốn đề thi thực hành. Lưu ý rằng, **phần viết nháp này sẽ không được tính điểm**.
- Thí sinh có thể yêu cầu bản tiếng Anh chính thức của cuốn đề thi thực hành cho việc làm rõ.
- Nếu thí sinh muốn ra khỏi phòng thí nghiệm (để sử dụng nhà vệ sinh, uống nước hoặc ăn nhẹ), giờ nghỉ thích hợp. Một trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đến để đi cùng.
- Không được sử dụng kệ phía trên bàn thí nghiệm trong quá trình làm bài vì mục đích công bằng.
- Thí sinh phải **tuân thủ các quy tắc an toàn** theo quy định của IChO. Nếu vi phạm, thí sinh sẽ nhận được 1 cảnh báo duy nhất. Với vi phạm tiếp theo, thí sinh sẽ bị mời ra khỏi phòng thí nghiệm và không được chấm phần thực hành.
- Hóa chất và dụng cụ phòng thí nghiệm, trừ khi có thông báo khác, sẽ được nạp lại hoặc thay thế mà không bị trừ điểm với sự cố đầu tiên. Mỗi sự cố tiếp theo sẽ bị trừ 1 điểm trong số 40 điểm thi.
- Giám thị sẽ thông báo 30 phút trước khi phát lệnh “**Stop**”.
- Thí sinh phải dừng ngay lập tức khi có lệnh “**Stop**”. Nếu tiếp tục làm hoặc viết, phần thi thực hành sẽ không được tính điểm.
- Sau khi lệnh “**Stop**”, giám thị sẽ đến để ký vào phiếu trả lời của thí sinh.
- Sau khi có đủ chữ ký của giám thị và thí sinh, đặt tập đề thi và trả lời phần thực hành vào phong bì và nộp cùng với sản phẩm và các tấm sắc ký bản mỏng (TLC).

Các quy tắc an toàn phòng thí nghiệm

- Thí sinh phải mặc áo bảo hộ và cài cúc áo. Đi giày phải che hoàn toàn bàn chân và gót chân.
- Luôn đeo kính bảo hộ hoặc kính thuốc khi làm việc trong phòng thí nghiệm. Không đeo kính áp tròng.
- Không được ăn (kể cả kẹo cao su) hoặc uống trong phòng thí nghiệm.
- Chỉ làm việc trong khu vực được chỉ định. Giữ vệ sinh sạch sẽ khu vực chung và khu vực làm việc của thí sinh.
- Không được làm các thử nghiệm khác. Không được sửa đổi các thí nghiệm đã cho.
- Không được dùng miệng để hút pipet. Luôn sử dụng quả bóp cao su.
- Dọn dẹp sự cố đổ hóa chất và đồ thủy tinh vỡ ngay lập tức ở cả bàn thí nghiệm và sàn nhà.
- Các dung dịch nước được phép đổ thẳng xuống bồn rửa. Các chất thải hữu cơ phải được đổ vào bình chứa có nắp.

Các hằng số vật lí và phương trình

Trong tất cả các bài, giả thiết rằng hoạt độ của tất cả các chất trong dung dịch xấp xỉ bằng nồng độ tương ứng, theo đơn vị mol L⁻¹. Để làm gọn các biểu thức và công thức, nồng độ chuẩn c° = 1 mol L⁻¹ được bỏ qua.

Hằng số Avogadro

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Hằng số khí

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Áp suất chuẩn

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Áp suất khí quyển

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Không độ theo thang Celsius

$$273.15 \text{ K}$$

Hằng số Faraday

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Watt

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilowatt giờ

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Hằng số Planck

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Tốc độ ánh sáng trong chân không

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Điện tích nguyên tố

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Công suất dòng điện

$$P = \Delta E \times I$$

Hiệu suất năng lượng

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

Quan hệ Planck-Einstein

$$E = hc / \lambda$$

Phương trình khí lí tưởng

$$pV = nRT$$

Năng lượng tự do Gibbs

$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

Chỉ số phản ứng Q cho một phản ứng
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

$$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$$

Phương trình Henderson–Hasselbalch

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$$

Phương trình Nernst–Peterson

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

Trong đó Q là chỉ số phản ứng của bán phản ứng khử.

$$\text{at } T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

Định luật Beer–Lambert

$$A = \epsilon l c$$

Định luật tốc độ dạng tích phân

- Bậc không

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- Bậc một

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- Bậc hai

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

Thời gian nửa phản ứng bậc một.

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

Khối lượng mol trung bình số M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

Khối lượng mol trung bình khối M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Chỉ số đa phân tán I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Chú ý

Đơn vị của nồng độ mol là “M” or “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Bảng hệ thống tuần hoàn

1 H 1.008																	18 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 -



Các định nghĩa cảnh báo GHS

Các báo cáo nguy hiểm GHS (cụm từ H) liên quan trong tài liệu được giải thích ý nghĩa như sau:

Mối nguy hiểm vật lí

H225 Chất lỏng và hơi nguy cơ cao dễ cháy.
 H226 Chất lỏng và hơi dễ cháy.
 H228 Chất rắn dễ cháy.
 H271 Có thể gây cháy hoặc nổ; chất oxy hóa mạnh.
 H272 Có thể tăng cường cháy; chất oxy hóa.
 H290 Có thể ăn mòn kim loại.

Mối nguy hiểm sức khỏe

H495 Độc nếu nuốt phải.
 H302 Có hại nếu nuốt phải.
 H304 Có thể gây tử vong nếu nuốt và hít phải.
 H311 Độc khi tiếp xúc với da.
 H312 Có hại khi tiếp xúc với da.
 H314 Gây bỏng da nghiêm trọng và tổn thương mắt.
 H315 Gây kích ứng da.
 H317 Có thể gây ra phản ứng dị ứng da.
 H318 Gây tổn thương mắt nghiêm trọng.
 H319 Gây kích ứng mắt nghiêm trọng.
 H31 Độc nếu hít phải.
 H32 Có hại nếu hít phải.
 H333 Có thể có hại nếu hít phải.
 H334 Có thể gây ra các triệu chứng dị ứng hoặc hen suyễn hoặc khó thở nếu hít phải.
 H335 Có thể gây kích ứng đường hô hấp.
 H336 Có thể gây buồn ngủ hoặc chóng mặt.
 H351 Nghi ngờ gây ung thư.
 H361 Nghi ngờ gây tổn hại đến khả năng sinh sản hoặc thai nhi.
 H371 Có thể gây tổn thương cho các cơ quan.
 H372 Gây tổn thương cho các cơ quan thông qua tiếp xúc kéo dài hoặc lặp đi lặp lại.
 H373 Có thể gây tổn thương cho các cơ quan thông qua tiếp xúc kéo dài hoặc lặp đi lặp lại.

Mối nguy hiểm môi trường

H400 Rất độc cho thủy sinh.
 H402 Có hại cho thủy sinh.
 H410 Rất độc cho thủy sinh với tác dụng lâu dài.
 H411 Độc đối với thủy sinh với các tác dụng lâu dài.
 H412 Có hại cho thủy sinh với các tác dụng lâu dài.

Hóa chất**Cho tất cả các bài**

Hóa chất	Nhãn	Cảnh báo GHS
Nước đề ion: - Bình tia (trên bàn) - Chai nhựa (trên bàn) - Can nhựa (trong tủ hood)	Deionized Water	Không nguy hiểm
Ethanol, trong bình tia	Ethanol	H225, H319
Mẫu rượu trắng, 300 mL trong chai nhựa màu hổ phách.	Wine sample	H225, H319

Cho bài P1

Hóa chất	Nhãn	Cảnh báo GHS
4-nitrobenzaldehyde, 1.51 g trong lọ thủy tinh màu hổ phách	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Dung môi sắc ký A, 20 mL trong lọ thủy tinh	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Dung môi sắc ký B, 20 mL trong lọ thủy tinh	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (muối kali peroxomonosulfate), 7.87 g trong chai nhựa	Oxone[®]	H314
Mẫu chuẩn 4-nitrobenzaldehyde cho TLC	TLC standard	H317, H319

Cho bài P2

Hóa chất	Nhãn	Cảnh báo GHS
Dung dịch 1 M potassium thiocyanate, 20 mL trong chai nhựa	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
Dung dịch 0.00200 M potassium thiocyanate, 60 mL trong chai nhựa	KSCN 0.00200 M	Không nguy hiểm
Dung dịch 1 M perchloric acid, 10 mL trong chai nhựa	HClO₄	H290, H315, H319
Dung dịch 0.00200 M iron(III), 80 mL trong chai nhựa	Fe(III) 0.00200 M	Không nguy hiểm
Dung dịch 0.000200 M iron(III), 80 mL trong chai nhựa	Fe(III) 0.000200 M	Không nguy hiểm
Dung dịch 0.3% hydrogen peroxide solution, 3 mL trong chai thủy tinh màu hổ phách.	H₂O₂	Không nguy hiểm

Cho bài P3

Hóa chất	Nhãn	Cảnh báo GHS
Dung dịch 0.01 M iodine, 200 mL trong chai nhựa màu nâu	I_2	H372
Dung dịch 0.03 M sodium thiosulfate, 200 mL trong chai nhựa	$Na_2S_2O_3$	Không nguy hiểm
Dung dịch 1 M NaOH, 55 mL trong chai nhựa	NaOH	H290, H314
Dung dịch 2.5 M sulfuric acid, 80 mL trong chai nhựa	H_2SO_4	H290, H315, H319
Dung dịch 0.5 M potassium iodide, 25 mL trong chai nhựa	KI	H372
Potassium iodate, <i>khoảng</i> 100 mg (khối lượng chính xác ghi trên nhãn), trong lọ thủy tinh	KIO_3	H272, H315, H319, H335
Dung dịch hồ tinh bột, 25 mL in plastic bottle	Starch	Không nguy hiểm

Dụng cụ

Cho tất cả các bài thực hành

Dụng cụ cá nhân	Số lượng
Quả bóp cao su	1
Kính bảo hộ	1
Chai chất thải hữu cơ 1L “Organic waste”	1
Giấy thấm	15 tờ
Precision wipers	30 tờ
Thìa kim loại lớn	1
Thìa kim loại lớn	1
Đồng hồ bấm giây	1
Bút chì	1
Tẩy	1
Bút bi đen	1
Bút dạ kính	1
Thước kẻ	1

Dụng cụ dùng chung	Số lượng
Đèn UV để hiện bản mỏng TLC	2/ phòng TN
Máy đo quang	5/ phòng TN
Găng cao su	Tất cả các cỡ (S, M, L, XL) xin từ các trợ lý phòng thí nghiệm
Thùng đá	1/ phòng TN

Cho bài thực hành P1

Dụng cụ cá nhân	Quantity Số lượng
Giá thí nghiệm	1
- Kẹp nhỏ	2
- Kẹp lớn	1
Bình tam giác cổ nhám 100 mL	1
Bình tam giác cổ nhám 50 mL	1
Sinh hàn hồi lưu	1
Máy khuấy từ gia nhiệt	1
Đĩa thủy tinh	1
Con khuấy từ	1
Bình lọc hút	1
Phễu Büchner có vòng cao su	1
Túi ziplock có ba miếng giấy lọc	1
Đĩa Petri	1
Bình (cốc) sắc ký, có nhãn “TLC elution chamber”	1
Túi ziplock có chứa 3 bản mỏng TLC (có chỉ thị huỳnh quang), có ghi Mã thí sinh	1
Ống mao quản chấm chất (trong đĩa Petri)	4
Kẹp nhựa	1
Đĩa thủy tinh	1
Ống đong 25 mL	1
Cốc 150 mL	2
Phễu nhựa	1
Công tơ hút nhựa	2
Lọ thủy tinh đựng mẫu TLC 1,5 mL màu hồ phách có	2

nắp, ghi nhãn C và R	
Lọ thủy tinh 10 mL màu hổ phách có nắp đã được cân bì trước, có Mã thí sinh	1
Que thử để hút khuấy từ	1

Cho bài thực hành P2

Dụng cụ riêng	Số lượng
Pipet bầu, 10 mL	1
Pipet chia vạch, 10 mL	3
Pipet chia vạch, 5 mL	3
Giá để ống nghiệm	1
Ống nghiệm	15
Nắp ống nghiệm	7
Cuvet, bề dày 1.0 cm	2
Cốc, 100 mL	2
Pipet nhựa dùng một lần	15

Cho bài thực hành P3

Dụng cụ riêng	Số lượng
Giá và kẹp buret	1
Buret, 25 mL	1
Phễu thủy tinh	1
Bình tam giác, 100 mL	3
Bình tam giác, 250 mL	3
Cốc thủy tinh, 150 mL	1
Cốc thủy tinh, 100 mL	2
Bình định mức, 100 mL, có nắp	1
Pipet bầu, 50 mL	1
Pipet bầu, 25 mL	1
Pipet bầu, 20 mL	1
Ống đong, 25 mL	1
Ống đong, 10 mL	1
Ống đong, 5 mL	1
Pipet nhựa dùng một lần	3
Giấy Parafilm	20 tờ

Bài thực hành P1	Câu hỏi	Hiệu suất	Độ tinh khiết	TLC	P1.1	P1.2	Tổng điểm
13% tổng điểm	Thang điểm	12	12	8	2	3	37
	Điểm						

Bài thực hành P1. “Xanh hóa” quá trình oxy hóa nitrobenzaldehyde

Trong những thập kỷ qua, các nhà hóa học đã cố gắng thay thế những tác nhân độc hại trong nhiều quá trình oxy hóa để giảm bớt việc xử lý chất thải độc hại (sau phản ứng). Trong bài thi này, kali peroxomonosulfate được chọn làm tác nhân oxy hóa, bởi vì nó chỉ tạo ra muối sunfat không độc và không gây ô nhiễm. Hợp chất này được có tên thương mại là Oxone®.

Hơn nữa, phản ứng này được thực hiện trong dung môi hỗn hợp nước và ethanol, là các dung môi không gây ô nhiễm.

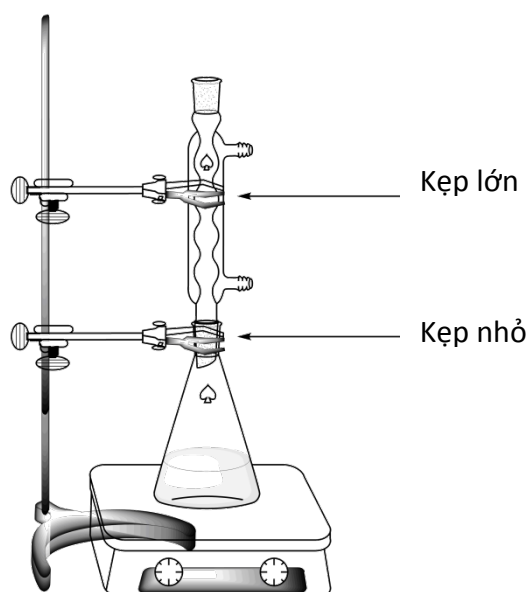
Nhiệm vụ của thí sinh là thực hiện quá trình oxy hóa 4-nitrobenzaldehyde, kết tinh lại sản phẩm, so sánh các dung môi sắc ký TLC và kiểm tra độ tinh khiết của sản phẩm bằng TLC.

Lưu ý: Chất thải ethanol và các dung môi sắc ký phải được đổ vào trong chai dán nhãn “Chất thải hữu cơ” (“Organic waste”).

Qui trình:

I. Oxy hóa 4-nitrobenzaldehyde

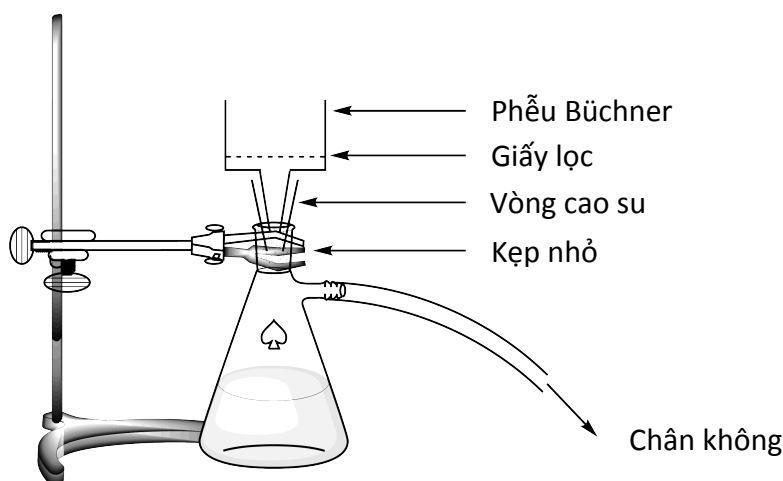
- Trộn** 20 mL nước và 5 mL etanol.
- Thả** con từ vào bình tam giác cổ nhám 100 mL.
- Chuyển** 1.51 g 4-nitrobenzaldehyde được cân trước (cho sẵn) vào bình tam giác trên. Thêm tất cả hỗn hợp nước / ethanol đã chuẩn bị trước đó. **Kẹp** bình tam vào giá đỡ. **Khuấy** hỗn hợp, rồi **thêm** 7.87 g Oxone® được cân trước vào hỗn hợp phản ứng.
- Lắp** sinh hàn hồi lưu bằng cách nối lồng kẹp lớn và điều chỉnh các khớp nối cho khít (xem Hình 1). **Giờ** thẻ HELP (TRỢ GIÚP) của mình nếu cần, khi đó một trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đến giúp mở nước và điều chỉnh máy khuấy từ gia nhiệt.
- Đun** hồi lưu nhẹ hỗn hợp phản ứng (khoảng 1 giọt hồi lưu mỗi giây) trong 45 phút. Dấu trên thang điều chỉnh nhiệt tương ứng với công suất cần thiết để có hồi lưu nhẹ phản ứng.



Hình 1. Cách lắp hệ thống phản ứng đun hồi lưu

6. Sau đó **tắt** nhiệt trên máy khuấy từ gia nhiệt. **Bỏ** máy khuấy ra và để hỗn hợp phản ứng nguội trong 10 phút. Sau đó, **đặt** bình phản ứng trong bát thủy tinh chứa hỗn hợp nước đá thêm 10 phút nữa.

7. **Lắp** hệ thống lọc chân không (xem Hình 2) gồm phễu Büchner, giấy lọc và bình hút, được gắn chặt vào giá đỡ phòng thí nghiệm bằng kẹp nhỏ. **Giơ** thẻ HELP nếu cần. Trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đến và chỉ cho thí sinh cách kết nối bình hút với nguồn chân không.



Hình 2. Lắp hệ lọc chân không

8. **Làm ướt** giấy lọc bằng nước và **đảm bảo** rằng giấy lọc che hết tất cả các lỗ trong phễu Büchner.

9. **Rót** hỗn dịch chứa sản phẩm thô vào phễu Büchner và mở van chân không. Rửa kỹ chất rắn bằng nước de-ion trong bình tia (ít nhất 4 lần, mỗi lần 20 mL).

10. **Tiếp tục hút chân không cho** không khí đi qua chất rắn trong 5 phút để làm khô sản phẩm sơ bộ. **Đóng van và ngắt kết nối** nguồn chân không. **Sử dụng** thìa kim loại nhỏ để chuyển một lượng nhỏ sản phẩm ở đầu thìa vào lọ mẫu thủy tinh 1.5 mL màu hổ phách, **có nhãn C**. **Đóng nắp lọ** và **giữ mẫu lại** cho phần III.

11. **Chuyển** tất cả chất rắn còn lại vào bình tam giác cổ nhám 50 mL.

12. **Đổ** dịch lọc vào chai “Organic waster” rồi rửa cả bình hút và phễu Büchner bằng ethanol và nước. Sau đó đổ dịch rửa vào chai “Organic waster”.

II. Kết tinh lại sản phẩm

1. **Trộn** 9 mL nước với 21 mL ethanol.

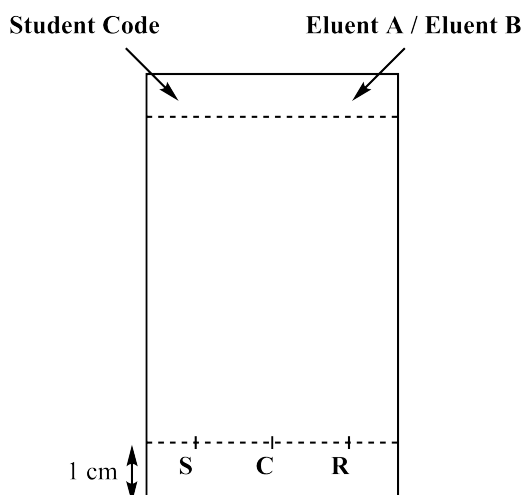
2. **Thực hiện** qui trình kết tinh lại sản phẩm thô trong bình tam giác cổ nhám 50 mL, sử dụng hệ thống đun hồi lưu (như Hình 1), với lượng vừa phải hỗn hợp nước / ethanol trên. **Giơ** thẻ HELP nếu cần. Trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đến để bật nước và đặt máy khuấy từ gia nhiệt. **Thêm tiếp** hỗn hợp dung môi qua đầu trên của bình hàn **nếu cần**.

3. Khi sản phẩm kết tinh ra hết, **sử dụng** quy trình tương tự như được mô tả trước đây (I.7 đến I.10) để thu chất rắn. Sử dụng thìa kim loại nhỏ để chuyển một lượng nhỏ sản phẩm kết tinh lại qua đầu thìa vào lọ thủy tinh 1.5 mL màu hổ phách, **có nhãn R**. **Đóng nắp lọ** và **giữ mẫu lại** cho phần III.

4. **Chuyển** chất rắn đã tinh chế vào lọ đã được cân bì trước có dán Mã của thí sinh. **Đóng nắp** lọ lại.
5. **Đổ** dịch lọc vào chai “Organic waste” và giơ thẻ HELP. Trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đến để tắt nước của sinh hàn.

III. Phân tích sắc ký bản mỏng (TLC)

1. **Chuẩn bị bình (cốc) sắc ký.** Rót dung môi sắc ký A vào bình với chiều cao khoảng 0,5 cm. Đậy nắp bình bằng đĩa Petri. **Đợi** cho dung môi bão hòa không khí trong bình sắc ký.
2. **Chuẩn bị mẫu của thí sinh.** Mỗi thí sinh được cung cấp một mẫu 4-nitrobenzaldehyde trong lọ thủy tinh màu hồ phách có nhãn **TLC standard (nguyên liệu chuẩn ban đầu)** (gọi là **S** trên bản TLC). Thí sinh đã giữ mẫu sản phẩm thô (lọ **C**) và sản phẩm kết tinh lại (lọ **R**) trong hai lọ thủy tinh nhỏ màu hồ phách. Thêm khoảng 1 mL ethanol vào mỗi lọ để hòa tan các mẫu
3. **Chuẩn bị bản mỏng TLC của thí sinh.** Sử dụng bút chì để **vẽ** cẩn thận đường bắt đầu (cao hơn 1 cm so với đáy của tấm) và **đánh dấu** các vị trí để chấm 3 mẫu. **Ghi nhãn S** (Nguyên liệu ban đầu), **C** (Sản phẩm thô) và **R** (Sản phẩm kết tinh lại), như được mô tả trong Hình 3. Ở phía trên bên trái của bản mỏng, viết **Mã của thí sinh (Student code)**. Ở phía trên bên phải của bản mỏng, **ghi** dung môi sắc ký (Bản mỏng đầu tiên là **Eluent A**, bản mỏng thứ hai là **Eluent B**). Sử dụng các ống mao quản, **chấm** ba mẫu lên bản mỏng.



Hình 3. Chuẩn bị bản mỏng

4. **Thực hiện phân tích sắc ký bản mỏng TLC.** Dùng kẹp nhựa **đặt** bản mỏng TLC vào bình sắc ký và **đậy nắp** bằng đĩa Petri. **Đổ** dung dịch sắc ký **chạy đến** khoảng 1 cm dưới đỉnh của tấm. Dùng kẹp nhựa **lấy** bản mỏng ra, đánh dấu vết dung môi cao nhất (tiền tuyến) bằng bút chì và để khô bản.
5. **Hiện hình bản mỏng TLC.** Đặt bản mỏng TLC dưới đèn UV ở trên bàn thí nghiệm chung. Dùng bút chì **khoanh tròn** tất cả các vết nhìn thấy.
6. **Đổ dung môi vào chai “Organic waste”.**
7. **Lặp lại** các bước 1, 3, 4, 5 và 6 với dung môi sắc ký B.
8. **Đặt** các bản mỏng vào túi ziplock có Mã thí sinh.

Kết quả phân tích TLC của thí sinh (vẽ các sơ đồ sau với kết quả của thí sinh). Thí sinh có thể vẽ lại các sắc đồ của mình trên các hình vẽ này để trả lời các câu hỏi sau. Không chấm điểm các sơ đồ này.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Cuối buổi thi, giám thị sẽ thu các mẫu sau:

- Lọ thủy tinh có **Mã thí sinh** chứa sản phẩm kết tinh lại;
- Các bản mỏng TLC A và B trong túi ziplock có **Mã thí sinh**.

Các mẫu vật phải nộp Sản phẩm kết tinh lại ☐ Bản mỏng TLC A ☐ Bản mỏng TLC B ☐	
Chữ ký	_____ Thí sinh _____ Giám thị

Câu hỏi

1. Vẽ công thức cấu tạo của sản phẩm hữu cơ cuối cùng từ phản ứng của 4-nitrobenzaldehyde và Oxone[®].

2. Dựa trên kết quả phân tích sắc ký TLC, **trả lời** các câu hỏi sau.

- Dung môi sắc ký nào dùng để theo dõi tiến trình phản ứng tốt hơn?

☐ **A** ☐ **B**

- Sản phẩm thô (C) có chứa lượng vết 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Có** ☐ **Không**

- Sản phẩm kết tinh lại (R) có chứa lượng vết 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Có** ☐ **Không**

Bài thực hành P2 14% tổng điểm	Câu hỏi	Đường chuẩn	Xác định hàm lượng sắt	P2.1	P2.2	P2.3	Xác định hệ số tỉ lượng	P2.4	P2.5	Tổng
	Thang điểm	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Điểm									

Bài thực hành P2. Xác định sắt trong rượu vang trắng

Sắt là nguyên tố có mặt tự nhiên trong rượu vang. Khi hàm lượng sắt trong một lít vượt vang quá 10 đến 15 mg thì sắt(II) bị oxi hoá thành sắt(III) có thể làm giảm chất lượng rượu vang do hình thành các kết tủa. Do vậy, việc đánh giá hàm lượng sắt trong rượu vang trong quá trình sản xuất là rất cần thiết.

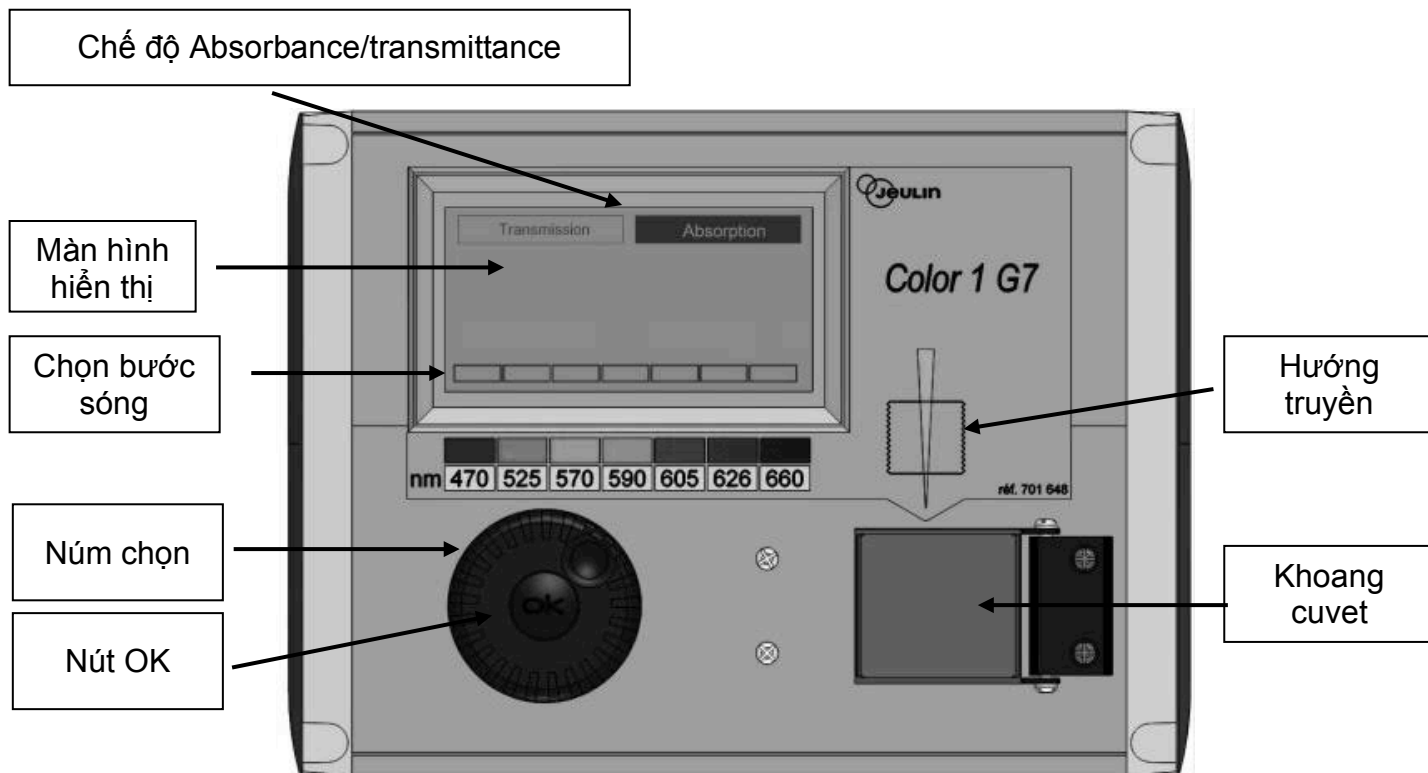
Khi nồng độ của các dạng tồn tại của sắt rất nhỏ, phức màu đỏ của sắt(III) và phối tử thiocyanate SCN^- được dùng để định lượng hàm lượng bằng phương pháp đo quang.

Bài thực hành này xác định hàm lượng tổng của sắt trong mẫu rượu vang trắng bằng phương pháp đo quang và xác định thành phần của phức thiocyanate – sắt(III).

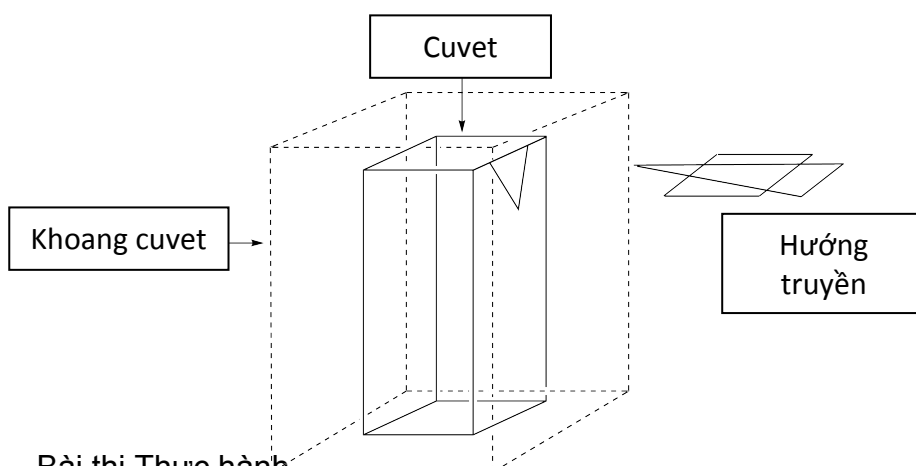
LƯU Ý

- Trong bài này, thí sinh được cung cấp hai dung dịch sắt(III) (Fe(III)) và hai dung dịch potassium thiocyanate (kali thiocianat, KSCN) có nồng độ khác nhau. Chú ý không nhầm lẫn giữa các dung dịch này.
- Ngay thí sinh đã chuẩn bị xong mẫu dung dịch để đo quang, cần đo độ hấp thụ quang trong khoảng thời gian một tiếng tính từ khi cho thiocyanate.
- Khi thí sinh cần máy đo quang, gọi cao thẻ HELP. Trợ lý phòng thí nghiệm sẽ đưa cho thí sinh máy đo quang. Thí sinh chỉ được phép sử dụng máy đo quang trong 15 phút. Trợ lý phòng thí nghiệm sẽ thu máy lại khi hết 15 phút hoặc ngay khi thí sinh đo xong. Nếu tất cả các máy đo quang đều đang được sử dụng thì thí sinh sẽ được ghi tên vào danh sách chờ.
- Hướng dẫn sử dụng máy đo quang ghi ở trang sau.
- Thí sinh chỉ được phép sử dụng máy đo quang tối đa 3 lần trong bài này.

Hướng dẫn sử dụng máy đo quang



- Cắm điện máy đo quang.
- Kiểm tra chế độ “Absorbance” có sáng đèn không. Nếu không, chỉnh núm chọn cho đến khi đường nét đứt xuất hiện xung quanh chế độ “Absorbance” sau đó ấn nút OK.
- Chỉnh núm chọn cho đến khi đường nét đứt xuất hiện xung quanh bước sóng cần đo (470 nm). Ấn nút OK.
- Đặt cuvet có đựng dung dịch trắng (khoảng 3 cm chiều cao dung dịch) vào khoang cuvet. Chú ý đặt đúng chiều (nhìn vào kí hiệu hướng truyền ngay cạnh khoang cuvet, tia tới sẽ đi theo hướng mũi tên màu vàng, xem hình vẽ dưới đây), đẩy cuvet vào trong khoang đến vị trí sâu nhất. Đậy nắp.
- Chỉnh núm chọn cho đến khi đường nét đứt xuất hiện xung quanh chế độ “Absorbance” sau đó ấn nút OK. Tiếp tục dùng núm chọn để chọn chế độ “Calibration” và ấn nút OK.
- Chờ cho đến khi màn hình hiển thị 0.00 (hoặc -0.00).
- Đặt cuvet có dung dịch cần đo (khoảng 3 cm chiều cao dung dịch) vào khoang cuvet. Đậy nắp.
- Đọc giá trị độ hấp thụ quang.



I. Xác định hàm lượng sắt trong rượu

Trong phần này, thí sinh sẽ cần dung dịch iron(III) 0.000200 M và dung dịch potassium thiocyanate KSCN 1 M.

Qui trình

- Chuẩn bị** 6 ống nghiệm, thêm vào từng ống các thể tích dung dịch được cho trong bảng sau (giả thiết thể tích thu được bằng tổng các thể tích thành phần).

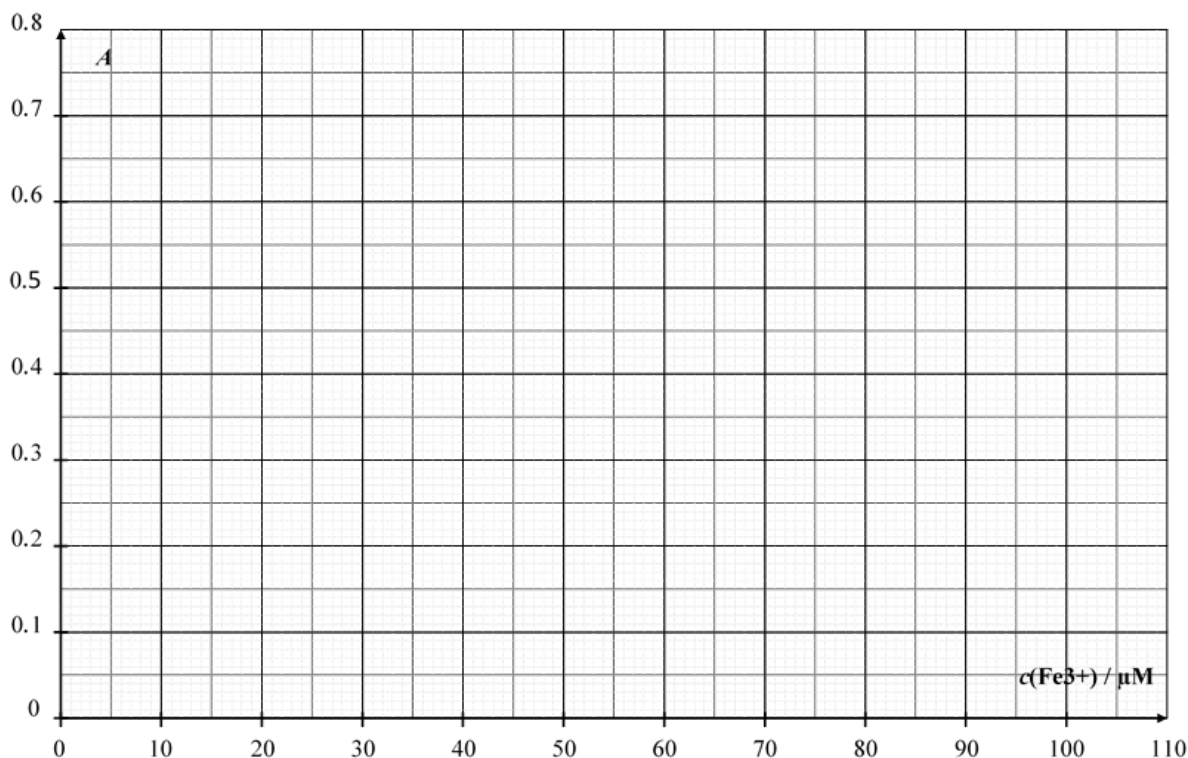
Ống số #	1	2	3	4	5	6
Dung dịch iron(III) 0.000200 M	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Dung dịch pecloric acid 1 M	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Rượu vang					10.0 mL	10.0 mL
Dung dịch Hydrogen peroxide (H_2O_2)					0.5 mL	0.5 mL
Deionized Water (Nước đề-ion)	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

- Đậy** các ống nghiệm và **trộn đều**.
- Thêm** 1.0 mL dung dịch KSCN 1 M vào ống số 1, 2, 3, 4, và 5. **Không** cho vào ống số 6. **Đậy** nắp ống nghiệm và **trộn đều**.
- Khi chuẩn bị xong tất cả các ống, **giơ cao** thẻ HELP để đăng kí máy đo quang với trợ lí phòng thí nghiệm.
- Chuẩn bị** máy đo quang theo hướng dẫn ghi ở trang 16. **Đặt** bước sóng đo ở 470 nm. **Dùng** nước đề ion (deionized water) làm dung dịch trắng.
- Đo** độ hấp thụ quang của mỗi ống (từ 1 đến 6) ở bước sóng đã chọn. **Ghi lại** giá trị độ hấp thụ quang vào bảng dưới. **Giơ cao** thẻ HELP để trả lại máy đo quang.

Ống số #	1	2	3	4	5	6
Độ hấp thụ quang (ở 470 nm)						
Nồng độ Fe^{3+} trong ống $c(Fe^{3+}) / \mu M$	16	32	64	96		
Mã số của máy đo quang						

Câu hỏi

1. Vẽ đồ thị biểu diễn độ hấp thụ quang A của ống số từ **1** đến **4** theo nồng độ Fe^{3+} trong ống.



- Ghi các giá trị chọn dùng để vẽ đường chuẩn vào bảng dưới đây

Ống số #	1	2	3	4
Giá trị độ hấp thụ quang được dùng để dựng đường chuẩn				

2. Sử dụng đồ thị trên và các số liệu đã chọn, vẽ đường chuẩn vào đồ thị trên, xác định nồng độ (theo $\mu\text{mol L}^{-1}$) của Fe^{3+} trong ống số **5**.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{ống 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Nếu không tính được $c(\text{Fe}^{3+})$, sử dụng giá trị $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ cho các tính toán tiếp theo.

3. **Tính toán** cụ thể nồng độ khối lượng, theo mg trong một lít, của sắt trong mẫu rượu vang trắng.

$$c_m(\text{iron}) = \text{_____} \text{ mg L}^{-1}$$

II. Xác định thành phần của phức

Trong phần này, thí sinh sẽ sử dụng dung dịch iron(III) nồng độ 0.00200 M và dung dịch potassium thiocyanate KSCN nồng độ 0.00200 M.

Qui trình

Trong phần I của bài này, màu của phức sắt(III)-thiocyanat được dùng để xác định nồng độ của sắt trong rượu vang. Phần II của bài này xác định hệ số tỉ lượng của phức $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (bỏ qua nước phối trí), trong đó a và b là các số nguyên không lớn hơn 3.

Thí sinh được cung cấp các dung dịch sau cho phần thực hành này:

- Dung dịch 0.00200 M iron(III) (đã được axit hoá) (80 mL)
- Dung dịch 0.00200 M potassium thiocyanate KSCN (80 mL)

Thí sinh sử dụng các ống nghiệm (với các nút đậy đã được rửa sạch và làm khô), pipet bầu, cuvet đo quang, máy đo quang (cần yêu cầu), và bất cứ thiết bị thí nghiệm trong bộ dụng cụ nếu cần.

- Điền** 3 hàng đầu tiên của bảng dưới đây các giá trị thể tích để xác định được hệ số tỉ lượng của phức bằng phương pháp đo quang. *Thí sinh không nhất thiết phải điền tất cả các cột.* **Tính** phần mol của sắt(III) trong mỗi ống theo công thức sau:

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

Ống số #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Thể tích dung dịch iron(III) 0.00200 M $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Thể tích của dung dịch potassium thiocyanate KSCN 0.00200 M $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Phần mol của iron(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Độ hấp thụ quang (ở 470 nm)									
Mã số máy đo quang									

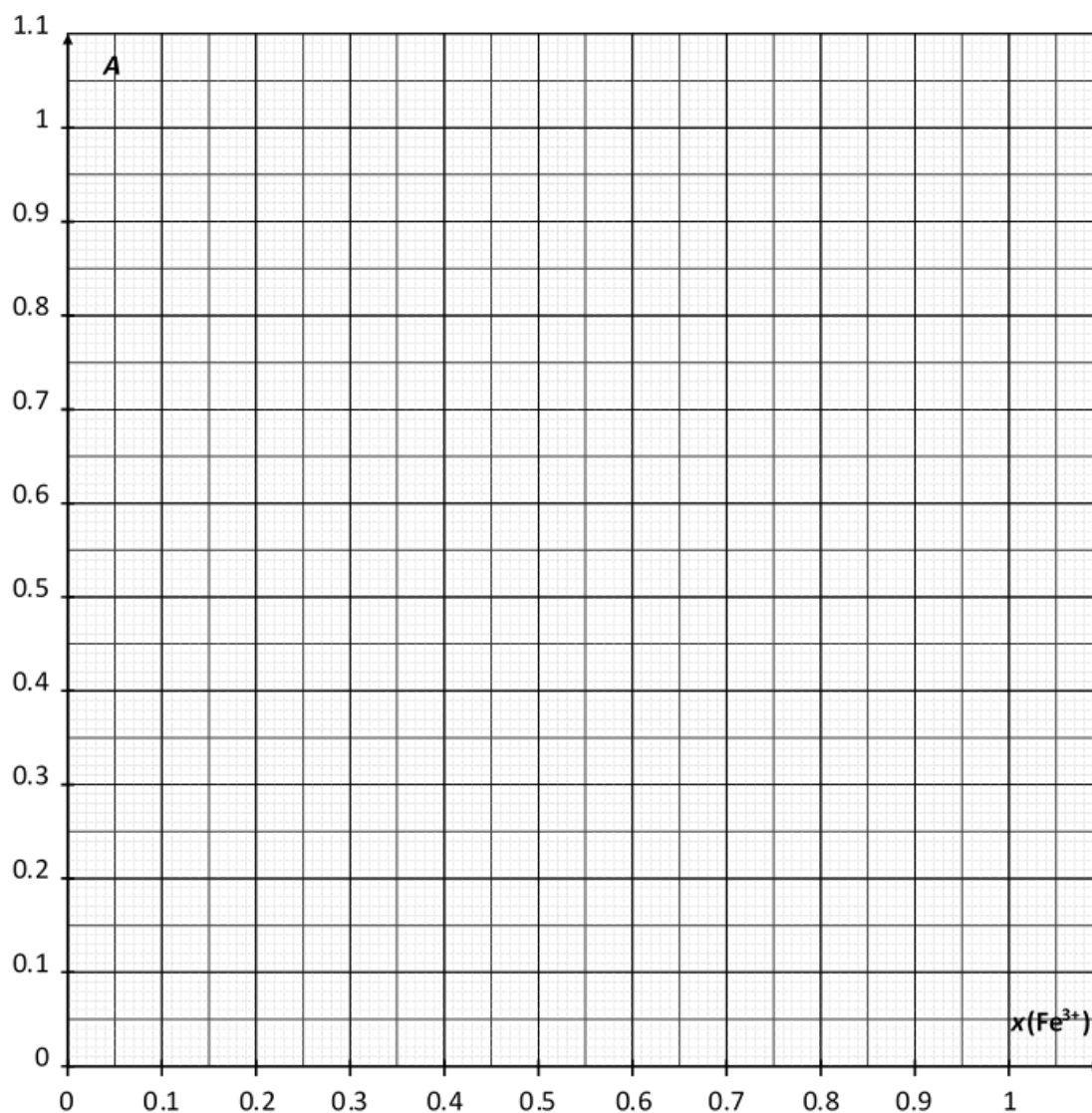
- Chuẩn bị** các ống nghiệm. Khi tất cả các ống được chuẩn bị xong, **giơ cao** thẻ HELP để lấy máy đo quang từ trợ lí phòng thí nghiệm.

- Chuẩn bị** máy đo quang như hướng dẫn ở trang 16. **Đặt** bước sóng đo ở 470 nm. **Sử dụng** nước deionized làm dung dịch trắng.

- Đo** độ hấp thụ quang của mỗi ống ở bước sóng đã chọn. **Ghi** các giá trị độ hấp thụ quang vào bảng trên.

Câu hỏi

4. Vẽ đồ thị biểu diễn độ hấp thụ quang A của các ống theo phần mol của sắt(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. Dựa trên kết quả thực nghiệm, **xác định** hệ số tỉ lượng của phức $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

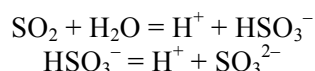
$a =$ _____

$b =$ _____

Bài thực hành P3 13% tổng điểm	Câu hỏi	Chuẩn độ I	Chuẩn độ II	Chuẩn độ III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Tổng
	Thang điểm	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Điểm									

Bài thực hành P3. Bảo quản rượu vang

Sulfur dioxide, SO_2 , được dùng làm chất bảo quản trong rượu vang. Khi SO_2 được thêm vào trong rượu, nó phản ứng với nước để tạo ra ion bisulfite HSO_3^- và H^+ . Ion bisulfite có thể chuyển thành ion sulfite, SO_3^{2-} , bằng cách phân li proton thứ hai.



Ba dạng tồn tại này của SO_2 trong nước có thể phản ứng với các hợp chất khác trong rượu, như acetaldehyde, chất màu, đường, v.v... sinh ra các sản phẩm tương ứng kí hiệu là P. Nồng độ tổng của SO_2 là tổng nồng độ các dạng tồn tại tự do (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) và P.

Nồng độ chất bảo quản phải tuân theo qui định vì sulfite (SO_3^{2-}) và sulfur dioxide (SO_2) có thể gây hại cho sức khoẻ người. Ở châu Âu, nồng độ tổng của SO_2 lớn nhất được qui định trong rượu vang đỏ là 100 mg L^{-1} và trong rượu vang trắng là 150 mg L^{-1} .

Bài thực hành này xác định nồng độ tổng của SO_2 của mẫu rượu vang trắng bằng phương pháp chuẩn độ iot.

Qui trình

I. Chuẩn hoá dung dịch sodium thiosulfate $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

- Thí sinh được phát một ống chứa khoảng 100 mg potassium iodate KIO_3 tinh khiết. Khối lượng chính xác của mẫu được viết trên nhãn của ống. **Ghi lại** khối lượng mẫu vào bảng dưới đây.
- Pha** 100 mL dung dịch KIO_3 trong bình định mức 100 mL, sử dụng toàn bộ mẫu KIO_3 rắn và nước deionized. Dung dịch này được kí hiệu là S.
- Dùng bình tam giác 100 mL, **thêm vào** đó:
 - 20 mL dung dịch S, dùng pipet bầu;
 - 5 mL dung dịch potassium iodide KI (0.5 M), dùng ống đong 5 mL;
 - 10 mL dung dịch sulfuric acid H_2SO_4 (2.5 M), dùng ống đong 10 mL.
- Lắc đều** bình tam giác, **đậy** bình bằng giấy Parafilm và **giữ** bình trong tủ phía dưới bàn làm thí nghiệm trong ít nhất là 5 phút.
- Làm đầy** buret bằng dung dịch thiosulfate $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dùng cốc thuỷ tinh. **Chuẩn độ** dung dịch trong bình tam giác, lắc đều trong lúc chuẩn độ. Khi dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt, **thêm** 10 giọt dung dịch hồ tinh bột và **tiếp tục chuẩn độ** cho đến khi dung dịch chuyển sang không màu. **Ghi lại** thể tích đã dùng V_1 .
- Lặp lại** phép chuẩn độ (bước 3-5) nếu cần.

Khối lượng potassium iodate (ghi lại giá trị ghi trên nhãn)	
Phép chuẩn độ số	V_1 / mL
1	
2	
3	
Giá trị báo cáo V_1 / mL	

II. Chuẩn hoá dung dịch iodine I_2

- Dùng pipet bầu, lấy 25 mL dung dịch iodine có nhãn I_2 vào bình tam giác 100 mL.
- Chuẩn độ dung dịch trong bình tam giác bằng dung dịch sodium thiosulfate $Na_2S_2O_3$. Khi dung dịch chuyển sang màu vàng nhạt, thêm 10 giọt dung dịch hồ tinh bột và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển sang không màu. Ghi lại thể tích đã dùng V_2 .
- Lặp lại phép chuẩn độ (bước 1-2) nếu cần

Phép chuẩn độ số	V_2 / mL
1	
2	
3	
Giá trị báo cáo V_2 / mL	

III. Xác định nồng độ tổng sulfur dioxide

1. Dùng pipet bầu, lấy 50 mL mẫu rượu vang vào bình tam giác 250 mL.
2. Thêm 12 mL dung dịch sodium hydroxide NaOH (1 M), dùng ống đong 25 mL. Đậy kín bình tam giác bằng giấy Parafilm, lắc đều các chất trong bình và để yên dung dịch ít nhất 20 phút.
3. Thêm 5 mL dung dịch sulfuric acid H_2SO_4 (2.5 M), và khoảng 2 mL dung dịch hồ tinh bột, dùng pipet nhựa dùng 1 lần có vạch chia.
4. Chuẩn độ dung dịch trong bình tam giác với dung dịch iodine I_2 cho đến khi xuất hiện màu đậm (dark color) bền trong ít nhất 15 giây.
5. Lặp lại phép chuẩn độ (bước 1-4) nếu cần.

Phép chuẩn độ số	V_3 / mL
1	
2	
3	
Giá trị báo cáo V_3 / mL	

Câu hỏi

1. **Viết** và cân bằng các phương trình của các phản ứng xảy ra trong phép chuẩn hoá dung dịch sodium thiosulfate $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

2. **Tính toán** cụ thể nồng độ mol của dung dịch sodium thiosulfate $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Khối lượng mol của potassium iodate là $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

Nếu không tính được $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, dùng giá trị $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ cho các tính toán tiếp theo.

3. **Tính toán** cụ thể nồng độ mol của dung dịch iodine I_2 .

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Nếu không tính được $c(I_2)$, dùng giá trị $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ cho các tính toán tiếp theo.

4. **Viết** và cân bằng phương trình phản ứng giữa I_2 và SO_2 , giả thiết SO_2 trong môi trường thích hợp bị oxi hoá thành SO_4^{2-} .

5. **Tính toán** cụ thể nồng độ khối lượng, theo mg L^{-1} , của tổng SO_2 trong rượu. Khối lượng mol của sulfur dioxide là $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

TRỪ ĐIỂM

Phạm lỗi #	Chữ kí của thí sinh	Chữ kí của giám thị
1 (không trừ)		
2		
3		
4		
5		