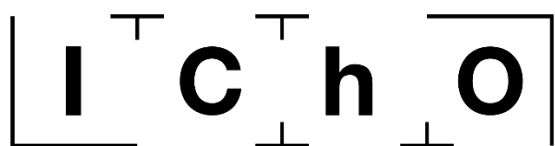


PRACTICAL EXAM



**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

General instructions

- ข้อสอบปฏิบัติการนี้มีจำนวน 31 หน้า
- ก่อนเริ่มการสอบปฏิบัติการ เมื่อมีคำสั่ง Read อนุญาตให้อ่านข้อสอบได้เป็นเวลา 15 นาที โดยนักเรียนสามารถอ่านข้อสอบได้เท่านั้น **ไม่สามารถเขียนหรือใช้เครื่องคิดเลขได้ในช่วงนี้**
- อนุญาตให้เริ่มทำปฏิบัติการได้เมื่อใดเมื่อมีคำสั่ง Start นักเรียนจะมีเวลา 5 ชั่วโมงในการทำปฏิบัติการให้เสร็จสิ้น
- นักเรียนสามารถเริ่มทำปฏิบัติการเรียงลำดับอย่างไรก็ได้ **แต่ว่าแนะนำให้เริ่มจาก Problem P1**
- ผลการทดลองและคำตอบทั้งหมดจะต้องเขียนด้วยปากกาในบริเวณที่กำหนดให้ในข้อสอบเท่านั้น หากเขียนคำตอบบริเวณอื่น คำตอบจะไม่ได้รับการพิจารณา
- ถ้านักเรียนต้องการกระดากทศ ให้ใช้ด้านหลังของกระดาษคำตอบ และโปรดจำไว้ว่า **คำตอบที่อยู่นอกบริเวณที่กำหนดให้ จะไม่ได้รับการพิจารณา**
- สามารถขอข้อสอบต้นฉบับภาษาอังกฤษได้ ในกรณีที่ต้องการคำอธิบายให้ชัดเจนยิ่งขึ้นเท่านั้น
- ถ้านักเรียนต้องการออกจากห้องปฏิบัติการ (เพื่อเข้าห้องน้ำหรือดื่มน้ำหรือรับประทานอาหารว่าง) ให้ยกแผ่นป้ายที่เหมาะสมขึ้น จากนั้นผู้ช่วยปฏิบัติการจะเป็นผู้พาไป
- เพื่อความเท่าเทียมกัน ไม่อนุญาตให้ใช้ชิ้นวางของเหนือโต๊ะปฏิบัติการระหว่างการสอบได้
- นักเรียนจะต้อง**ปฏิบัติตามระเบียบความปลอดภัย**ตามที่กำหนดไว้ในกฎข้อบังคับของ IChO ถ้านักเรียนทำผิดกฎจะได้รับการเตือนจากผู้ช่วยปฏิบัติการเพียงหนึ่งครั้ง การฝ่าฝืนระเบียบหลังจากถูกเตือนครั้งแรก นักเรียนจะถูกเชิญออกจากห้องสอบ และการสอบปฏิบัติการถือเป็นโมฆะ
- สารเคมีและอุปกรณ์ต่างๆ ถ้าหากไม่มีการแจ้งเพิ่มเติม สามารถเติมหรือเปลี่ยนได้ โดยไม่ถูกลงโทษในครั้งแรก ในเหตุการณ์ครั้งต่อไปแต่ละครั้งจะถูกหักคะแนน 1 คะแนนจาก 40 คะแนนของการสอบปฏิบัติการ
- ผู้คุมปฏิบัติการจะประกาศเตือนก่อนประกาศคำสั่ง Stop เป็นเวลา 30 นาที
- นักเรียนจะต้องหยุดทำปฏิบัติการทันทีเมื่อได้ยินคำสั่ง Stop หากไม่หยุดทำหรือเขียนภายใน 1 นาที ผู้คุมปฏิบัติการจะให้การสอบปฏิบัติการของนักเรียนเป็นโมฆะ
- หลังจากคำสั่ง Stop ผู้คุมปฏิบัติการจะมาเห็นที่กระดาษคำตอบของนักเรียน
- หลังจากผู้คุมปฏิบัติการและนักเรียนเซ็นลายมือชื่อเรียบร้อยแล้ว ให้ใส่ข้อสอบลงในซอง และส่งข้อสอบไปตรวจพร้อมกับผลิตภัณฑ์และแผ่น TLC ที่นักเรียนได้จากการทำปฏิบัติการ

ข้อปฏิบัติและความปลอดภัยในห้องปฏิบัติการ

- ต้องใส่เสื้อกาวน์และติดกระดุมทุกเม็ด ต้องใส่รองเท้าที่หุ้มเท้าและส้นเท้า
- สวมแว่นตานิรภัยหรือแว่นสายตาที่สั่งตัดขณะทำปฏิบัติการเสมอ ห้ามใส่คอนแทคเลนส์
- ห้ามรับประทานอาหารหรือดื่มน้ำในห้องปฏิบัติการ ไม่อนุญาตให้เคี้ยวหมากฝรั่ง
- ทำการทดลองในบริเวณที่จัดให้เท่านั้น รักษาความเรียบร้อยของบริเวณที่ทำงานและส่วนกลาง
- ห้ามทำการทดลองที่ไม่อนุญาต ห้ามดัดแปลงการทดลองใดๆทั้งสิ้น
- ห้ามใช้ปิเปตด้วยปาก ให้ใช้ลูกยางปิเปตเสมอ
- ทำความสะอาดสารเคมีที่หกและเครื่องแก้วที่แตกทันทีทั้งที่อยู่บนโต๊ะปฏิบัติการและพื้น
- ให้ทิ้งของเสียอย่างเหมาะสมเพื่อป้องกันการปนเปื้อนและการบาดเจ็บ เทของเสียที่ไม่อันตรายและสารละลายด้วยน้ำลงในอ่างล้าง ให้ทิ้ง Organic waste ลงในภาชนะปิดที่มีป้ายกำกับ

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 $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ is omitted.

Avogadro's constant:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Universal gas constant:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Standard pressure:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Atmospheric pressure:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Zero of the Celsius scale:	273.15 K
Faraday constant:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatt hour:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Planck constant:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Speed of light in vacuum:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Elementary charge:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Electrical power:	$P = \Delta E \times I$
Power efficiency:	$\eta = P_{\text{obtained}}/P_{\text{applied}}$
Planck-Einstein relation:	$E = hc/\lambda$
Ideal gas equation:	$pV = nRT$
Gibbs free energy:	$G = H - TS$

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

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

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

Reaction quotient Q for a reaction
 $a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} = c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

Nernst–Peterson equation:

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

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

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

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon l c$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

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

- First order:

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

- Second order:

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

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”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

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 ₂ O ₂	Not hazardous

For problem P3

Chemicals	Labeled as	GHS hazard statements
0.01 M iodine solution, 200 mL in brown plastic bottle	I₂	H372
0.03 M sodium thiosulfate solution, 200 mL in plastic bottle	Na₂S₂O₃	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	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solution, 25 mL in plastic bottle	KI	H372
Potassium iodate, <i>ca</i> 100 mg (exact mass written on the label), in glass vial	KIO₃	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:	1
- Clamp holder with small clamp	2
- Clamp holder with large clamp	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	Question	Yield	Purity	TLC	P1.1	P1.2	Total
13% of total	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

Problem P1 ปฏิริยาออกซิเดชันของ ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ในทศวรรษที่ผ่านมา นักเคมีได้พยายามเปลี่ยนสารเคมีที่เป็นรีเอเจนต์อันตรายในกระบวนการออกซิเดชันเพื่อลดการจัดการของเสียอันตรายที่เกิดขึ้น ในข้อนี้โพแทสเซียมเพอร์ออกไซด์ในซัลเฟตไดถูกเลือกให้เป็นสารออกซิไดซิงเอเจนต์ เนื่องจากสารนี้เมื่อทำปฏิกิริยาแล้วจะให้เกลือซัลเฟตที่ไม่เป็นพิษและไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม สารนี้มีชื่อว่าออกโซน (Oxone®) นอกจากนี้แล้วปฏิกิริยานี้ยังสามารถทำได้ในสารผสมระหว่างน้ำในเอทานอลซึ่งเป็นสารละลายที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

งานของนักเรียนในข้อนี้คือทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ ตกลงผลิตภัณฑ์ที่ได้เปรียบเทียบกับสารละลายที่ใช้ใน TLC (TLC eluents) และตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์โดยใช้ TLC

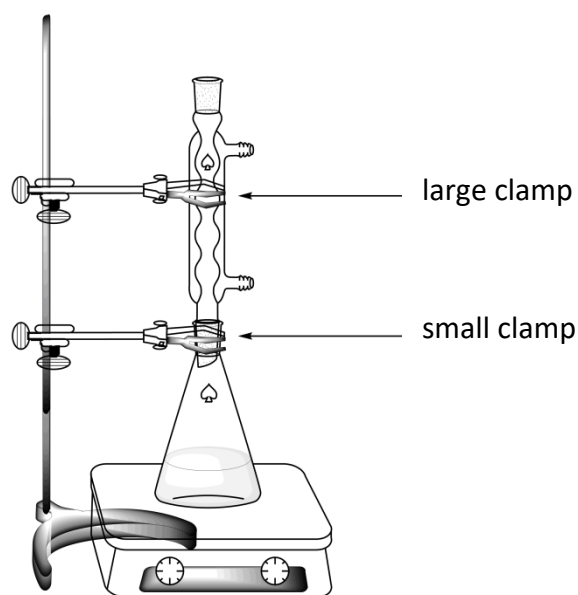
หมายเหตุ ของเสียเอทานอลและ eluent จะต้องทิ้งในขวดที่เขียนว่า “ของเสียออร์แกนิก” (Organic waste)

ขั้นตอนการทำปฏิกิริยา

การทดลองส่วนที่ 1 ปฏิริยาออกซิเดชันของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์

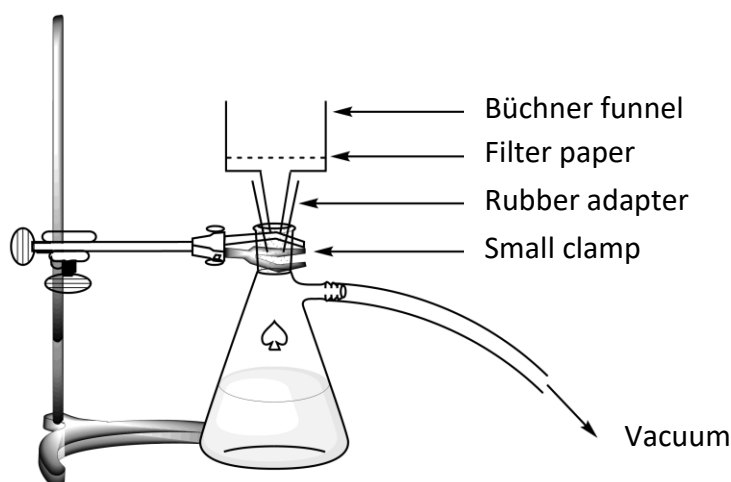
1. ผสมน้ำ 20 มิลลิลิตรและเอทานอล 5 มิลลิลิตร
2. ใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปใน ground-joint Erlenmeyer flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
3. เท 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ปริมาณ 1.51 กรัมที่ได้ชั่งน้ำหนักไว้ก่อนหน้านี้ ลงไปใน Erlenmeyer flask เติมสารผสมระหว่างน้ำและเอทานอลที่ได้เตรียมไว้ก่อนหน้านี้ทั้งหมด ใช้ clamp ยึด Erlenmeyer flask ไว้กับ stand เริ่มใช้เครื่องคนสาร หลังจากนั้น เติมออกโซน (Oxone®) ปริมาณ 7.87 กรัม ที่ได้ชั่งน้ำหนักไว้ก่อนหน้านี้
4. ต่อ reflux condenser โดยคลายที่จับ clamp อันใหญ่ แล้วปรับ ground joints ตามภาพที่ 1 ยกป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการมาเปิดน้ำและตั้งเครื่องให้ความร้อนให้

5. ให้ความร้อน เพื่อทำให้เกิดการ reflux (ให้ reflux ประมาณ 1 หยดต่อวินาที) เป็นเวลา 45 นาที เครื่องหมายหรือตัวกำหนดบนเครื่องให้ความร้อนจะให้พลังงานที่เพียงพอในการเกิดการ reflux ที่เหมาะสม



ภาพที่ 1 รูปแบบการเซตอัพเพื่อให้ความร้อนกับสารผสมภายใต้สภาวะ reflux

6. ปิดการให้ความร้อนจากเครื่องให้ความร้อน นำเครื่องให้ความร้อนออกและปล่อยให้ปฏิกิริยาเย็นลงเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นนำปฏิกิริยาไปให้ความเย็นโดยใช้ ชาม recrystallizing dish ที่มีสารผสมระหว่างน้ำแข็งกับน้ำ (ice-water mixture) ปล่อยให้ปฏิกิริยาอยู่ในนั้นเป็นเวลา 10 นาที
7. ตั้งอุปกรณ์การกรองภายใต้สุญญากาศตามภาพที่ 2 โดยใช้กรวยกรอง Büchner กระดาษกรองและ flask สำหรับกรองที่ยึดไว้กับ stand และที่จับ clamp อันเล็ก ยกแผ่นป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการมาแสดงวิธีการต่อ flask สำหรับกรองกับแหล่งสุญญากาศ



ภาพที่ 2 การเซตอัพสำหรับการกรองภายใต้ภาวะสุญญากาศ

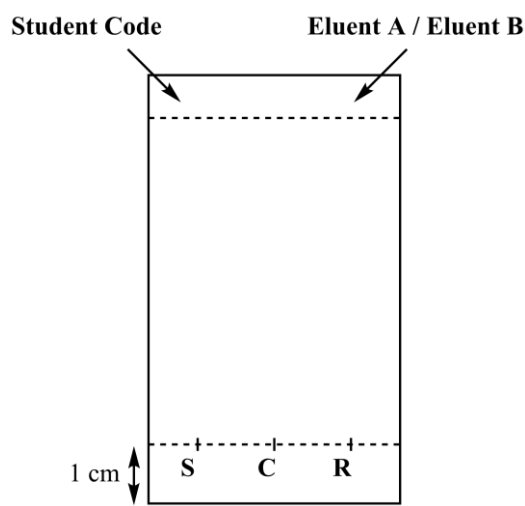
8. ทำให้กระดาษกรองเปียกด้วยน้ำ โดยตรวจสอบให้มั่นใจว่ากระดาษกรองได้ปิดช่องทั้งหมดของกรวยกรอง Büchner
9. เทสารแขวนลอยของ crude product ลงในกรวยกรอง Büchner และเปิดแหล่งสุญญากาศ ล้างของแข็งอย่างทั่วถึงและสมบูรณ์ด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน (deionized water) (อย่างน้อย 4 ครั้ง ครั้งละ 20 มิลลิลิตร)
10. ปล่อยให้อากาศผ่านตะกอนเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้ผลิตภัณฑ์แห้ง ถอดสายสุญญากาศ ใช้ที่ตักสารอันเล็ก (small spatula) เพื่อถ่ายเทผลิตภัณฑ์ปริมาณปลายของที่ตักสาร (tip of spatula) ลงไปในขวดแก้ว vial สีชาขนาด 1.5 มิลลิลิตรที่ติดป้าย C ปิดขวดแก้วและเก็บไว้สำหรับการทดลองส่วนที่ 3
11. ถ่ายเทของแข็งที่เหลือลงใน ground-joint Erlenmeyer flask ขนาด 50 มิลลิลิตร
12. ทิ้งสารละลายที่เหลือจากการกรอง (filtrate) ลงในขวดที่เขียนว่า organic waste ล้างขวด flask สำหรับกรองและกรวยกรอง Büchner ด้วยเอทานอลและน้ำ ใช้ขวดที่เขียนว่า organic waste สำหรับ waste จากเอทานอล

การทดลองส่วนที่ 2 การตกผลึกของผลิตภัณฑ์

1. ผสมน้ำปริมาณ 9 มิลลิลิตรกับเอทานอลปริมาณ 21 มิลลิลิตร
2. ทำการตกผลึก crude product ที่อยู่ใน ground-joint Erlenmeyer flask ขนาด 50 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายผสมระหว่างน้ำกับเอทานอลในปริมาณที่เหมาะสม โดยใช้การเซทอัพเครื่องแก้วเดิมเหมือนกับที่ใช้ตอนที่ reflux (ตามภาพที่ 1) ยกป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการเปิดน้ำและตั้งเครื่องให้ความร้อน หากมีความจำเป็นสามารถเดิมสารละลายจากด้านบนของ condenser ได้
3. เมื่อผลิตภัณฑ์ได้ตกผลึกแล้ว ใช้กระบวนการเดิมที่ได้อธิบายไว้แล้วใน ขั้นตอนที่ 1.7 ถึงขั้นตอนที่ 1.10 ในการเก็บของแข็ง ใช้ที่ตักสารอันเล็ก (small spatula) เพื่อตักผลิตภัณฑ์ปริมาณปลายของที่ตักสาร (tip of spatula) ลงไปในขวดแก้ว vial สีชาขนาด 1.5 มิลลิลิตรที่ติดป้าย R ปิดขวดแก้วและเก็บไว้สำหรับการทดลองส่วนที่ 3
4. ถ่ายเทผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำให้บริสุทธิ์แล้วลงในขวดแก้ว vial ที่ได้มีการชั่งน้ำหนักไว้แล้วและมีป้ายรหัสนักเรียนติดอยู่ ปิดขวดแก้ว vial
5. ทิ้งสารละลายที่เหลือจากการกรองลงในขวดที่เขียนว่า organic waste และยกแผ่นป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) ผู้ช่วยปฏิบัติการจะมาปิดน้ำของ condenser

การทดลองส่วนที่ 3 การวิเคราะห์ด้วย TLC

1. **เตรียม elution chamber** เติมสารละลาย eluent A ลงใน elution chamber ให้มีความสูงประมาณ 0.5 เซนติเมตร ปิดด้วย Petri dish **รอ**ให้ eluent อิ่มตัวภายใน elution chamber
2. **เตรียมสารตัวอย่าง** นักเรียนจะได้รับสารตัวอย่างของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ในขวดแก้วสีชาที่มีป้ายว่า**สารมาตรฐานสำหรับ TLC (TLC standard)** (เรียกว่า S บนแผ่น TLC) นักเรียนได้เก็บสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยของ ผลิตภัณฑ์เบื้องต้นครูด (crude product, vial C) และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกผลึก (vial R) ในขวดแก้วสีชาสองอันก่อนหน้านี้ **เติม**เอทานอลปริมาณประมาณ 1 มิลลิลิตรลงในขวดแก้ว vial แต่ละใบเพื่อละลายสารตัวอย่าง
3. **เตรียมแผ่น TLC** ใช้ดินสอ**เขียน**เส้นเริ่มต้นอย่างระมัดระวัง (ให้มีความสูง 1 เซนติเมตรจากด้านล่างของแผ่น) และ**ขีด**เส้นเพื่อกำหนดตำแหน่งที่จะจุดสารตัวอย่างทั้ง 3 ชนิด **เขียนตัวอักษร**ตำแหน่ง S (สารตั้งต้น) ตำแหน่ง C (ผลิตภัณฑ์เบื้องต้นครูด crude product) และตำแหน่ง R (ผลิตภัณฑ์จากการตกผลึก) ตามภาพที่ 3 **เขียน**รหัสนักเรียน ที่มุมบนด้านซ้ายของแผ่น **เขียน** eluent ที่ใช้ที่มุมบนด้านขวาของแผ่น (ใช้ Eluent A ก่อนแล้วค่อยใช้ Eluent B ที่หลัง) **จุด**สารทั้งสามลงบนแผ่นตามที่กำหนดโดยใช้ capillary spotters



ภาพที่3 การเตรียมแผ่น TLC

4. **ทำการวิเคราะห์ด้วย TLC** ใช้ที่คีบ **ใส่**แผ่น TLC ลงใน elution chamber **ปิด**ด้วย Petri dish **ปล่อย**ให้ eluent ขึ้นไปจน**เหลือ**ประมาณ 1 เซนติเมตรก่อนถึงปลายของแผ่น ใช้ที่คีบ **นำแผ่นออก** แล้วเขียนเส้นที่ eluent ไปถึงด้วยดินสอ และปล่อยให้แผ่น TLC แห้งด้วยอากาศ (air-dry)

5. การทำให้แผ่น TLC เห็น (Visualize the TLC plate) นำแผ่น TLC ไปวางไว้ใต้หลอด UV ที่วางอยู่ที่ส่วนกลาง ใช้ดินสอวงกลมจุดที่มองเห็นทั้งหมด
6. นำสารละลาย eluent ทั้งในขวดที่เขียนว่า Organic waste
7. ทำการทดลองซ้ำ สำหรับขั้นตอนที่ 1 3 4 5 และ 6 โดยใช้ eluent B
8. วางแผ่น TLC ที่ได้ทั้งหมดลงใน ถังที่มีชิปที่มีรหัสนักเรียนติดอยู่

ผลของการวิเคราะห์โดย TLC (เขียนข้อมูลผลที่ได้ลงบนแผนภาพด้านล่างนี้) นักเรียนสามารถใช้การเขียนบนแผนภาพ TLC ด้านล่างนี้เป็นเครื่องช่วยในการหาคำตอบของคำถามหลังจากนี้ แผนภาพด้านล่างนี้จะไม่ถูกนำไปคิดคะแนน

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

เมื่อเสร็จสิ้นการสอบปฏิบัติการ ผู้ดูแลห้องปฏิบัติการจะเก็บสิ่งของเหล่านี้

- ขวดแก้ว vial ที่มีป้ายรหัสนักเรียน ที่ใส่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกผลึก
- แผ่น TLC A และ B ที่อยู่ในถังที่มีชิปที่มีป้ายรหัสนักเรียน

Submitted items

Recrystallized product ☐

TLC plate A ☐

TLC plate B ☐

Signatures

Student

Lab Supervisor

คำถาม

1. เขียนโครงสร้างผลิตภัณฑ์ออกแกนิกสุดท้าย (final organic product) จากปฏิกิริยาระหว่าง 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์และ Oxone[®]

2. จากผลการวิเคราะห์ด้วย TLC ของนักเรียน ตอบคำถามต่อไปนี้

- สารละลาย TLC อันไหนดีที่สุดในการติดตามการเกิดปฏิกิริยา

☐ A ☐ B

- ผลิตภัณฑ์เบื้องต้นครูด (crude product, C) มีปริมาณ traces ของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์

☐ True ☐ False

- ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกผลึก(R) มีปริมาณ traces ของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์

☐ 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									

Problem P2. The iron age of wine

ธาตุเหล็กสามารถพบได้ตามธรรมชาติในไวน์ เมื่อธาตุเหล็กมีความเข้มข้นมากกว่า 10 – 15 mg/L Fe(II) จะถูกออกซิไดซ์เป็น Fe (III) ทำให้เกิดการตกตะกอน ซึ่งจะทำให้คุณภาพของไวน์ลดลง ดังนั้นกระบวนการผลิตไวน์จะต้องควบคุมปริมาณของธาตุเหล็กให้เหมาะสม

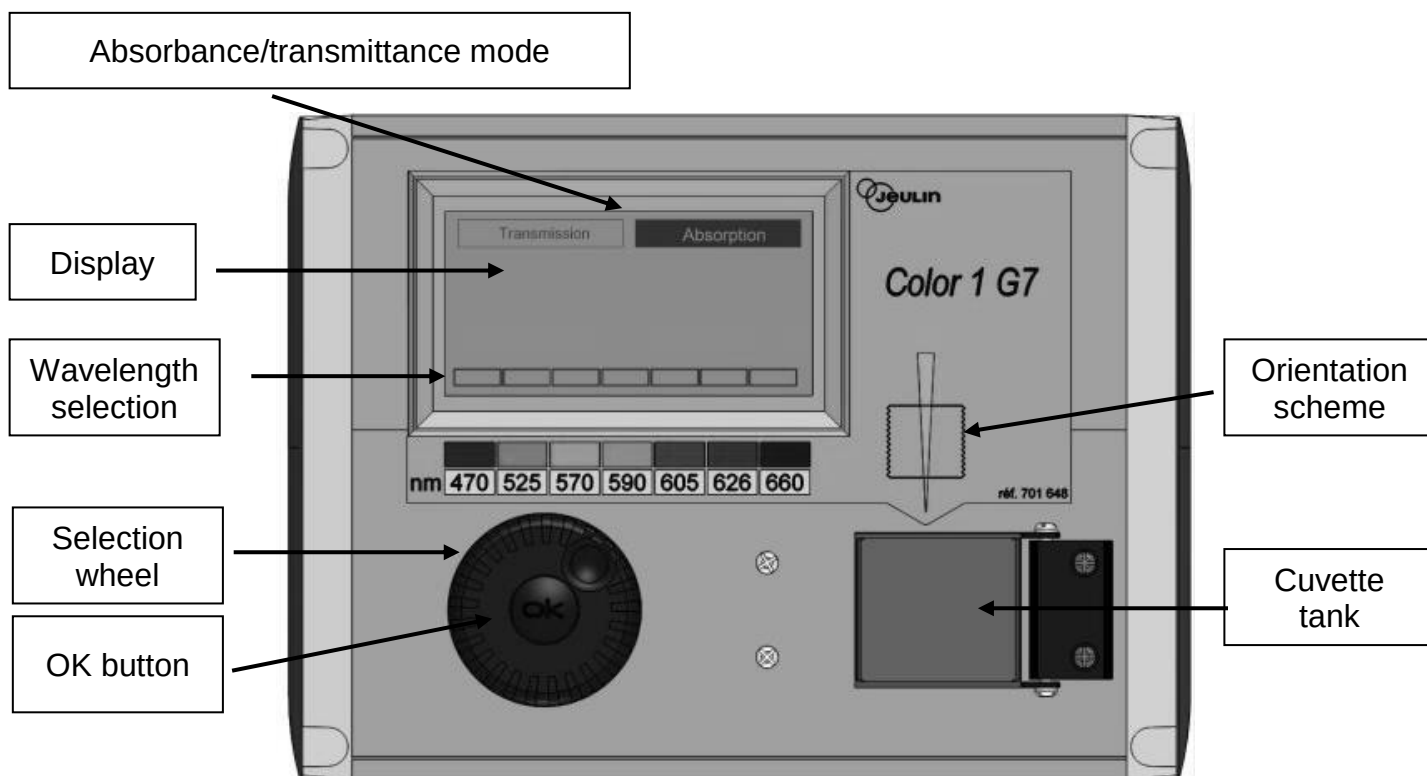
โดยการวิเคราะห์ปริมาณของเหล็กที่มีความเข้มข้นต่ำมากจะสามารถใช้วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีโดยวัดจากสีของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Fe(III) ที่มีลิแกนด์เป็น thiocyanate (SCN^-)

ในการทดลองนี้จะทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นทั้งหมดของ Fe ในไวน์ขาวโดยใช้วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีเพื่อคำนวณหาสูตรเคมีของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Fe(III) และ thiocyanate

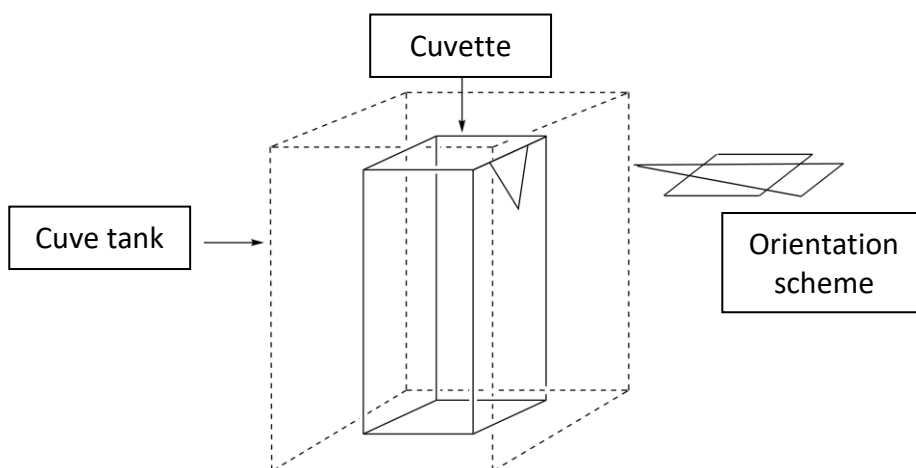
ข้อควรระวัง

- ในการทดลองนี้นักเรียนจะได้รับสารละลาย Fe (III) สองความเข้มข้นที่ไม่เท่ากัน และ potassium thiocyanate สองความเข้มข้นที่ไม่เท่ากัน
- หลังจากเติม thiocyanate ลงในสารละลายแล้ว จะต้องทำการวัดค่า absorbance ภายใน 1 ชม.
- เมื่อนักเรียนต้องการใช้เครื่อง colorimeter ให้ยกป้าย HELP
 - จากนั้นผู้ช่วยปฏิบัติการจะให้ colorimeter labeled ซึ่งนักเรียนจะสามารถใช้เครื่องได้นาน 15 นาที หลังจากใช้เครื่องเสร็จหรือหมดเวลา 15 นาที ผู้ช่วยปฏิบัติการจะเก็บ colorimeter labeled คืน
 - ถ้าในขณะนั้นไม่มีเครื่องว่างให้ผู้ช่วยปฏิบัติการจะลงคิวให้เป็น waiting-list สำหรับการใช้เครื่องเป็นลำดับถัดไป
- วิธีการใช้เครื่อง colorimeter จะอยู่ในหน้าถัดไป
- นักเรียนสามารถขอใช้เครื่อง colorimeter ได้ทั้งหมด 3 ครั้ง

วิธีการใช้เครื่อง colorimeter



- เสียบปลั๊กเครื่อง colorimeter
- ตรวจสอบว่ามีแถบไฮไลต์อยู่บนสัญลักษณ์ **"Absorbance"** หรือไม่ ถ้าไม่มีให้หมุนปุ่ม "Selection wheel" เพื่อให้แถบเส้นประ (dashed line) อยู่ตรงตำแหน่ง **"Absorbance"** แล้วกดปุ่ม OK
- หมุนปุ่ม "Selection wheel" เพื่อให้แถบเส้นประอยู่ที่ความยาวคลื่น 470 nm แล้วกดปุ่ม OK
- เติมน้ำกลั่น (Blank solution) ลงใน cuvette ให้มีความสูงประมาณ 3 เซนติเมตร เปิดฝาช่องใส่ cuvette (Cuvette tank) แล้ววาง cuvette ลงไปให้สุด โดยให้วางด้านใสของ cuvette ตามแนวที่แสงผ่านโดยแสดงตามลูกศรสีเหลือง (ดูจากรูปหน้าถัดไป) แล้วปิดฝา
- หมุนปุ่ม "Selection wheel" เลือกให้แถบเส้นประ dashed line อยู่ตรงตำแหน่ง **"Absorbance"** แล้วกดปุ่ม OK หลังจากนั้นให้ หมุนปุ่ม "Selection wheel" เลือก **"Calibration"** แล้วกดปุ่ม OK
- รอจนหน้าจอแสดงค่า 0.00 (หรือ -0.00)
- เปลี่ยนสารละลายใน cuvette ให้เป็นสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์โดยเติมน้ำกลั่นให้มีความสูงประมาณ 3 เซนติเมตร ปิดฝาช่องใส่ cuvette
- อ่านค่า Absorbance ที่ปรากฏ



1. การหาปริมาณของเหล็กในไวน์

ในส่วนนี้ นักเรียนจะได้รับสารละลาย 0.000200 M ของ Fe(III) และ 1 M ของ potassium thiocyanate

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายในหลอดทดลอง (Tube) จำนวน 6 หลอด โดยเติมสารต่าง ๆ ตามปริมาณที่ได้กำหนดไว้ดังแสดงในตารางข้างล่าง (หลังจากเติมไวน์ควรจะต้องปิดจุกทันทีเพื่อป้องกันการระเหย)

หมายเลขหลอดทดลอง	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

2. ปิดหลอดทดลองด้วยจุกยางและเขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน (homogenize)

3. เติมสารละลาย 1 M potassium thiocyanate ปริมาตร 1.0 mL ลงในหลอดทดลองที่ 1, 2, 3, 4, และ 5 เท่านั้น (หลอดที่ 6 ไม่ต้องเติม) ปิดหลอดทดลองด้วยจุกยางและเขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน (homogenize)

4. เมื่อเตรียมสารละลายเสร็จทั้ง 6 หลอดให้ยกป้าย HELP เพื่อขอใช้เครื่อง calorimeter จากผู้ช่วยปฏิบัติการ

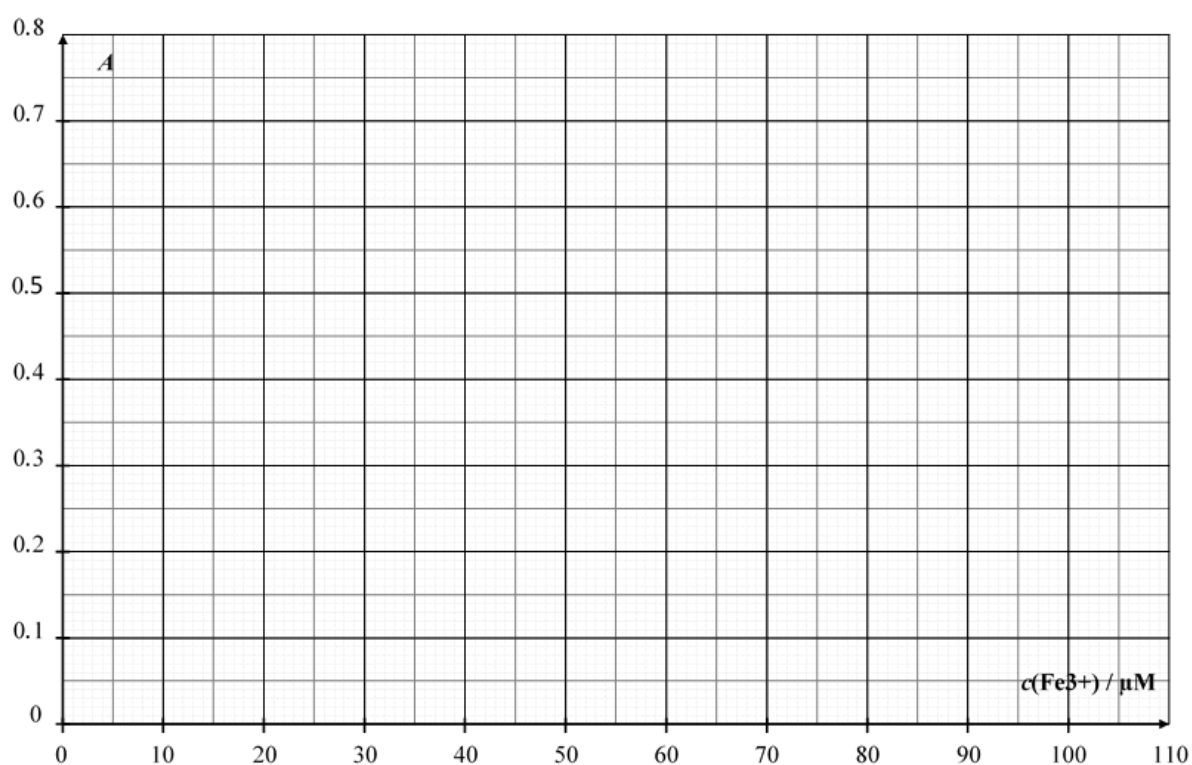
5. ศึกษาวิธีการใช้เครื่อง colorimeter ตามที่อธิบายในหน้า 18 ปรับความยาวคลื่นไปที่ 470 nm และใช้ deionized water เป็น Blank solution

6. วัดและบันทึกค่า absorbance ของหลอดที่ 1-6 ลงตารางด้านล่าง หลังจากใช้เครื่อง colorimeter เสร็จให้ยกป้าย HELP เพื่อแจ้งผู้ช่วยปฏิบัติการ

หมายเลขหลอดทดลอง	1	2	3	4	5	6
Absorbance (ที่ 470 nm)						
ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในหลอดทดลอง $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
หมายเลขเครื่อง Colorimeter						

คำถาม

1. พลอตกราฟระหว่าง ค่า absorbance (A) ของหลอดที่ 1-4 และ ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในแต่ละหลอด



- ใส่เครื่องหมายถูกลงในตารางด้านล่าง เพื่อเลือกข้อมูลจากหลอดทดลองนั้นมาสร้าง calibration curve

หมายเลขหลอดทดลอง	1	2	3	4
ใช้ค่า Absorbance values เพื่อทำ calibration curve				

2. ใช้กราฟและข้อมูลที่เลือก เพื่อ วาด เส้น calibration straight line ลงในกราฟด้านบนและ คำนวณ ความเข้มข้น (หน่วย $\mu\text{mol L}^{-1}$) ของ Fe^{3+} ในหลอดทดลองที่ 5

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

ถ้าไม่สามารถคำนวณค่า $c(\text{Fe}^{3+})$ ให้ใช้ค่า $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ ในการคำนวณถัดไป

3. คำนวณ mass concentration ในหน่วย mg/L ของ เหล็ก ในสารตัวอย่างไวน์ขาว

$$c_{\text{m}}(\text{iron})_{\text{สารตัวอย่างไวน์ขาว}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

II. การวิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อน

ในส่วนนี้ นักเรียนจะได้รับสารละลาย 0.00200 M ของ Fe(III) และ 0.00200 M ของ potassium thiocyanate

วิธีการทดลอง

ในส่วนที่ I นักเรียนจะต้องพิจารณาสีของสารเชิงซ้อน iron(III)-thiocyanate เพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเหล็กในตัวอย่างไวน์ และในส่วนที่ II นักเรียนจะต้องทำการวิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อน $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (ไม่แสดงการเกิดพันธะของน้ำ) โดย a และ b คือตัวเลขจำนวนเต็มซึ่งมีค่าไม่เกิน 3

ในส่วนนี้นักเรียนจะได้รับสารละลายดังต่อไปนี้

- สารละลาย 0.00200 M ของ Fe(III) (สารละลายกรด) (80 mL)
- สารละลาย 0.00200 M ของ potassium thiocyanate (80 mL)

นักเรียนจะได้รับหลอดทดลอง (พร้อมจุกปิดซึ่งนักเรียนสามารถล้างและทำให้แห้ง), graduated pipettes, spectrophotometer cuvette, colorimeter (ถ้าต้องการ) พร้อมทั้งวัสดุและเครื่องแก้วต่าง ๆ บนโต๊ะปฏิบัติการที่จำเป็นสำหรับการทดลองนี้

1. ใส่ข้อมูลปริมาตรของสารละลายที่ใช้ลงในตารางที่กำหนดให้ด้านล่าง (สามแถวแรก) เพื่อที่จะนำข้อมูลดังกล่าวมาใช้วิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อนโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี (นักเรียนไม่จำเป็นต้องใส่ข้อมูลลงในทุก ๆ คอลัมน์ในตาราง) คำนวณ เศษส่วนโมลาร์ (molar fraction) ของ Fe(III) ในทุก ๆ หลอด โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

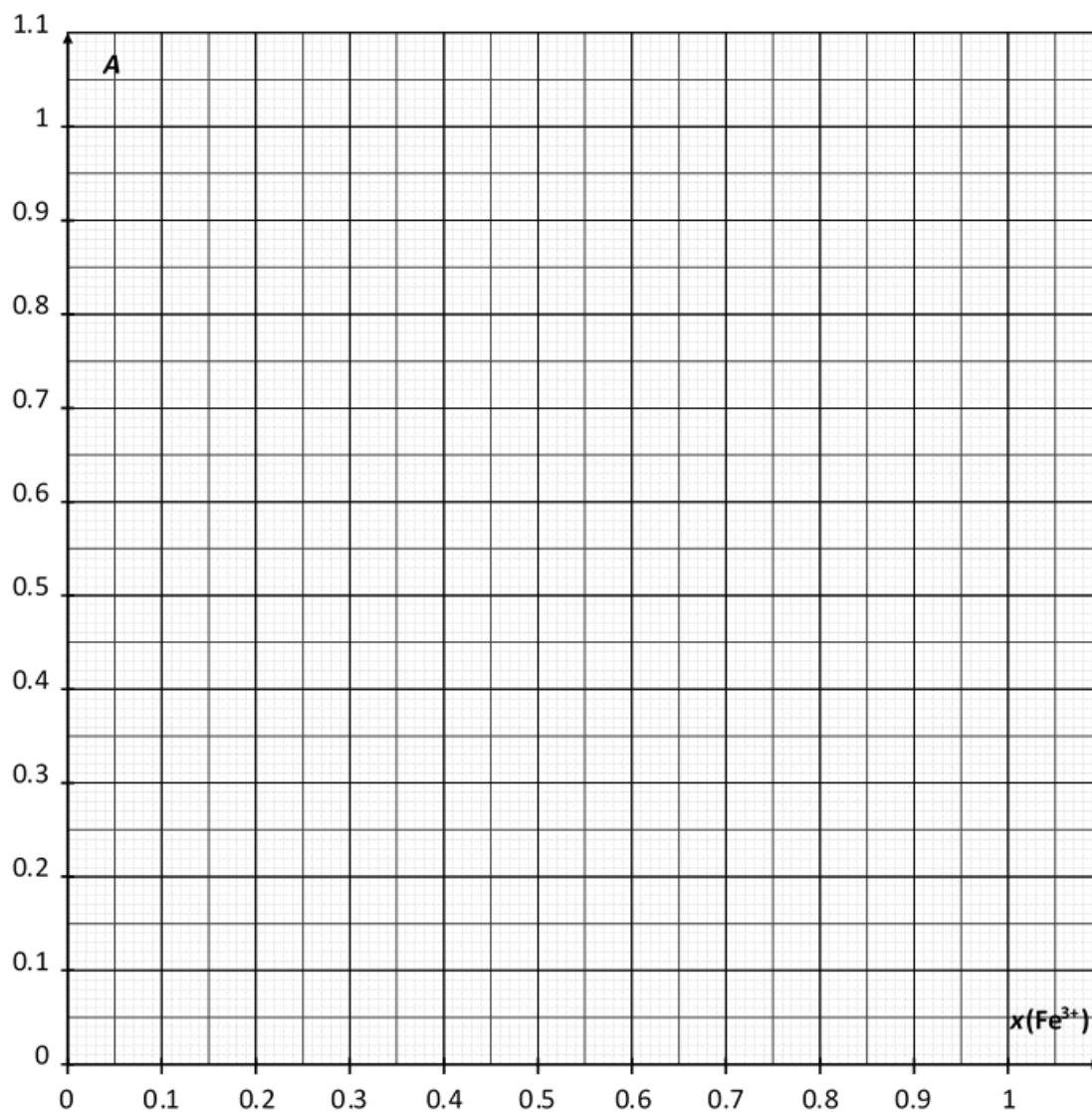
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

หมายเลขหลอดทดลอง	7	8	9	10	11	12	13	14	15
ปริมาตรของสารละลาย 0.00200 M Fe(III) ($V_{\text{Fe(III)}}$, mL)									
ปริมาตรของสารละลาย 0.00200 M potassium thiocyanate (V_{SCN^-} , mL)									
เศษส่วนโมลาร์) molar fraction(ของ Fe(III) [$x(\text{Fe}^{3+})$]									
ค่าการดูดกลืนคลื่นแสง (ที่ 470 nm)									
หมายเลขเครื่อง Colorimeter									

2. เตรียมสารละลายลงในหลอดทดลอง ยกป้าย HELP เพื่อที่ผู้ช่วยปฏิบัติการจะนำนักเรียนไปยังเครื่อง colorimeter
3. ทำการวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 470 nm โดยใช้เครื่อง colorimeter (ซึ่งได้อธิบายวิธีการไว้ใน หน้า 18) ใช้น้ำปราศจากไอออน (DI water) เป็นสารอ้างอิง (blank)
4. บันทึกค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายในแต่ละหลอดที่ 470 nm ลงในตารางที่กำหนดให้ก่อนหน้า

คำถาม

4. สร้างกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (A) กับ เศษส่วนโมลาร์ (molar fraction) ของ Fe(III) [$x(\text{Fe}^{3+})$]



5. จากผลการทดลองที่ได้ จงวิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อน $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$

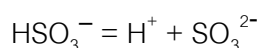
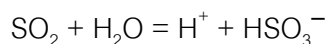
$a =$ _____

$b =$ _____

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									

Problem P3. Wine for keeping (การเก็บรักษาไวน์)

Sulfur dioxide (SO_2) ถูกใช้เป็นสารกันบูดในไวน์ โดยเมื่อ SO_2 ถูกเติมลงไปไวน์, SO_2 จะทำปฏิกิริยากับน้ำ เกิดเป็น bisulfite ion (HSO_3^-) และ proton (H^+) ซึ่ง bisulfite ion สามารถเกิดเป็น sulfite ion (SO_3^{2-}) เมื่อสูญเสีย proton ตัวที่ 2



โดยรูปแบบที่แตกต่างกันของ Sulfur dioxide ในน้ำทั้ง 3 แบบที่ปรากฏในสมการด้านบน สามารถทำปฏิกิริยากับสารที่อยู่ในไวน์ เช่น acetaldehyde, pigment, น้ำตาล และสารอื่นๆ เกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ขึ้น โดยความเข้มข้นรวมของ sulfur dioxide หาจากผลรวมของความเข้มข้นของ free forms (SO_2 , HSO_3^- and SO_3^{2-}) และสารผลิตภัณฑ์

ความเข้มข้นของสารกันบูดได้ถูกควบคุม เนื่องจาก sulfite และ sulfur dioxide เป็นอันตรายต่อสุขภาพ ตามข้อกำหนดของสหภาพยุโรป (EU) ค่าสูงสุดของความเข้มข้นรวมของ sulfur dioxide ในไวน์แดงอยู่ที่ 100 mg/L และในไวน์ขาว/ไวน์กุหลาบ อยู่ที่ 150 mg/L

จงคำนวณหาความเข้มข้นรวม (total concentration) ของ sulfur dioxide ในไวน์ขาว ด้วยวิธี iodometric titration

วิธีการทดลอง

I. การเทียบมาตรฐานสารละลาย sodium thiosulfate

- นักเรียนจะได้รับ potassium iodate (KIO_3) ประมาณ 100 mg โดยค่าน้ำหนักที่แน่นอนจะติด (label) ที่ขวด vial โดยให้บันทึกค่าน้ำหนัก ลงในตารางด้านล่าง
- เตรียม สารละลาย potassium iodate 100 mL ใน volumetric flask ขนาด 100 mL โดยใช้ potassium iodate ทั้งหมดที่ให้มา และ น้ำ DI (deionized water) จะได้สารละลายที่ได้เรียกว่า สารละลาย S
- เติมสารต่อไปนี้ ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 mL
 - สารละลาย S ปริมาตร 20 mL ด้วย volumetric pipette;
 - สารละลาย potassium iodide (0.5 M) 5 mL โดยใช้ กระบอกตวง ขนาด 5 mL;
 - สารละลาย sulfuric acid (2.5 M) 10 mL โดยใช้ กระบอกตวง ขนาด 10 mL

4. แกว่ง (swirl) ขวดรูปชมพู่, ปิดด้วย Parafilm และเก็บในตู้ อย่างน้อย 5 นาที
5. เติม สารละลาย thiosulfate ที่ให้มาลงใน burette โดยใช้ beaker Titrate หาปริมาณสารในขวดรูปชมพู่ โดยแกว่งขวดอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นเมื่อสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองอ่อน (pale yellow) ให้เติม สารละลาย น้ำแป้ง (starch solution) 10 หยด จากนั้นไตเตรตต่อไป จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นไม่มีสี บันทึกค่า เป็น V_1
6. ทำซ้ำ (ข้อ 3-5) ถ้าต้องการ

Mass of potassium iodate (บันทึกค่าที่ระบุไว้ข้างขวด)	
Analysis n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Reported value V_1 / mL	

II. การเทียบมาตรฐานสารละลาย iodine

1. ปิเปต สารละลาย iodine (ที่ labeled ว่า I_2) มา 25 mL ด้วย volumetric pipette ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 100 mL
2. Titrate หาปริมาณสารในขวดรูปชมพู่ โดยใช้สารละลาย sodium thiosulfate เมื่อสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองอ่อน (pale yellow) ให้เติม สารละลายน้ำแป้ง (starch solution) 10 หยด จากนั้นไตเตรตต่อไป จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นไม่มีสี บันทึกค่า เป็น V_2
3. ทำซ้ำ (ข้อ 1-2) ถ้าต้องการ

Analysis n°	V ₂ / mL
1	
2	
3	
Reported value V₂ / mL	

III. การหาปริมาณรวมของ sulfur dioxide (Determination of total sulfur dioxide)

1. ปิเปต ไวน์มา 50 mL โดยใช้ volumetric pipette ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
2. เติม สารละลาย 1 M sodium hydroxide ปริมาตร 12 mL โดยใช้ กระบอกตวง ขนาด 25 mL. ปิดด้วย Parafilm, แกว่งขวด (swirl) เพื่อให้สารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 20 นาที
3. เติม สารละลาย 2.5 M sulfuric acid ปริมาตร 5 mL และเติมสารละลายน้ำแป้ง (starch solution) ประมาณ 2 mL โดยใช้ หลอดหยดพลาสติก (graduated disposable plastic pipette)
4. ใส่สารละลาย iodine ใน burette จากนั้น Titrate หาปริมาณสารในขวดรูปชมพู่ ไตเตรตจนกระทั่งได้สีเข้ม (dark color) เกิดขึ้น และคงอยู่อย่างน้อย 15 วินาที. บันทึกค่า เป็น V₃
5. ทำซ้ำ (ข้อ 1-4) ถ้าต้องการ

Analysis n°	V ₃ / mL
1	
2	
3	
Reported value V₃ / mL	

คำถาม

1. จงเขียน balanced equations ของทุก reactions ที่เกิดขึ้นระหว่างการเทียบมาตรฐานสารละลาย sodium thiosulfate

2. คำนวณ molar concentration ของ สารละลาย sodium thiosulfate โดยกำหนด molar mass ของ potassium iodate (KIO_3) = 214.0 g/mol

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

ถ้านักเรียนไม่สามารถคำนวณค่า $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ ได้ ให้ใช้ค่า $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ ในการคำนวณถัดไป

3. คำนวณ molar concentration ของสารละลาย iodine

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

ถ้านักเรียนไม่สามารถคำนวณค่า $c(I_2)$ ได้ ให้ใช้ค่า the value $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ ในการคำนวณต่อไป

4. จงเขียน equation ของ reaction ระหว่าง iodine (I_2) และ sulfur dioxide (SO_2), โดยสมมติว่า sulfur dioxide ถูกออกซิไดซ์เป็น sulfate ion (SO_4^{2-})

5. คำนวณ mass concentration (mg per liter) ของ total sulfur dioxide ในไวน์ โดยกำหนด molar mass ของ sulfur dioxide (SO_2) = 64.1 g/mol

$$c_m(\text{SO}_2) = \text{_____} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

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