THA_3

PRACTICAL EXAM

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

General instructions

- ข้อสอบปฏิบัติการนี้มีจำนวน 31 หน้า
- ก่อนเริ่มการสอบปฏิบัติการ เมื่อมีคำสั่ง Read อนุญาตให้อ่านข้อสอบได้เป็นเวลา 15 นาที โดยนักเรียนสามารถ**อ่าน**ข้อสอบได้เท่านั้น **ไม่สามารถเขียนหรือใช้เครื่องคิดเลขได้ในช่วงนี้**
- อนุญาตให้เริ่มทำปฏิบัติการได้เมื่อได้เมื่อมีคำสั่ง Start นักเรียนจะมีเวลา 5 **ชั่วโมง**ในการทำปฏิบัติการให้เสร็จสิ้น
- นักเรียนสามารถเริ่มทำปฏิบัติการเรียงลำดับอย่างไรก็ได้ **แต่ว่าแนะนำให้เริ่มจาก** Problem P1
- ผลการทดลองและคำตอบทั้งหมดจะต้องเขียน**ด้วยปากกาในบริเวณที่กำหนดให้ในข้อสอบเท่านั้น** หากเขียนคำตอบบริเวณอื่น คำตอบจะไม่ได้รับการพิจารณา
- ถ้านักเรียนต้องการกระดาษทด ให้ใช้ด้านหลังของกระดาษคำตอบ และโปรดจำไว้ว่า **คำตอบที่อยู่นอกบริเวณที่กำหนดให้ จะไม่ได้รับการพิจารณา**
- สามารถขอข้อสอบต้นฉบับภาษาอังกฤษได้ ในกรณีที่ต้องการคำอธิบายให้ชัดเจนยิ่งขึ้นเท่านั้น
- ถ้านักเรียนต้องการออกจากห้องปฏิบัติการ (เพื่อเข้าห้องน้ำหรือดื่มน้ำหรือรับประทานของว่าง) ให้ยกแผ่นป้ายที่เหมาะสมขึ้น จากนั้นผู้ช่วยปฏิบัติการจะเป็นผู้พาไป
- เพื่อความเท่าเทียมกัน ไม่อนุญาตให้ใช้ชั้นวางของเหนือโต๊ะปฏิบัติการระหว่างการสอบได้
- 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 ผู้คุมปฏิบัติการจะมาเซ็นที่กระดาษคำตอบของนักเรียน
- หลังจากที่ผู้คุมปฏิบัติการและนักเรียนเซ็นลายมือชื่อเรียบร้อยแล้ว 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 $c° = 1$ 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:	$p° = 1$ 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:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G° = -RT \ln K°$
	$\Delta_r G° = -n\,F\,E_{cell}°$
	$\Delta_r G = \Delta_r G° + RT \ln Q$
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 brown plastic 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						

Problem P1 ปฏิกิริยาออกซิเดชันของ ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ในทศวรรษที่ผ่านมา นักเคมีได้พยายามเปลี่ยนสารเคมีที่เป็นรีเอเจนท์อันตรายในกระบวนการออกซิเดชันเพื่อลดการจัดการของเสียอันตรายที่เกิดขึ้น ในข้อนี้โพแทสเซียมเพอร์ออกโซโมโนซัลเฟทได้ถูกเลือกให้เป็นสารออกซิไดซิงเอเจนท์ เนื่องจากสารนี้เมื่อทำปฏิกิริยาแล้วจะให้เกลือซัลเฟทที่ไม่เป็นพิษและไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม สารนี้มีชื่อว่าออกโซน (Oxone®) นอกจากนี้แล้วปฏิกิริยานี้ยังสามารถทำได้ในสารผสมระหว่างน้ำในเอทานอลซึ่งเป็นสารละลายที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

งานของนักเรียนในข้อนี้คือทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ ตกผลึกผลิตภัณฑ์ที่ได้ เปรียบเทียบสารละลายที่ใช้ใน TLC (TLC eluents) **และตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์โดยใช้** TLC

หมายเหตุ ของเสียเอทานอลและ eluent **จะต้องทิ้งในขวดที่เขียนว่า "ของเสียออร์แกนิค"** (Organic waste)

ขั้นตอนการทำปฏิกิริยา

การทดลองส่วนที่ 1 ปฏิกิริยาออกซิเดชันของ 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์

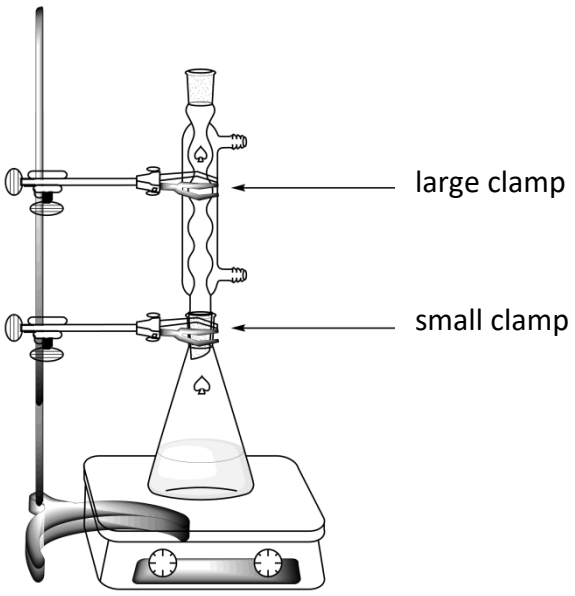
1. **ผสม**น้ำ 20 มิลลิลิตรและเอทานอล 5 มิลลิลิตร

2. **ใส่**แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปใน **ground-joint** Erlenmeyer flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

3. **เท** 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์ปริมาณ 1.51 กรัมที่ได้ชั่งน้ำหนักไว้ก่อนหน้านี้ ลงไปใน Erlenmeyer flask **เติม**สารผสมระหว่างน้ำและเอทานอลที่ได้เตรียมไว้ก่อนหน้านี้ทั้งหมด **ใช้ clamp ยึด** Erlenmeyer flask ไว้กับ stand **เริ่มใช้เครื่อง**คนสาร หลังจากนั้น **เติม**ออกโซน (Oxone®) ปริมาณ 7.87 กรัม ที่ได้ชั่งน้ำหนักไว้ก่อนหน้านี้

4. **ต่อ** reflux condenser โดยคลายที่จับ clamp อันใหญ่ แล้วปรับ ground joints ตามภาพที่1 **ยก**ป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการมาเปิดน้ำและตั้งเครื่องให้ความร้อนให้

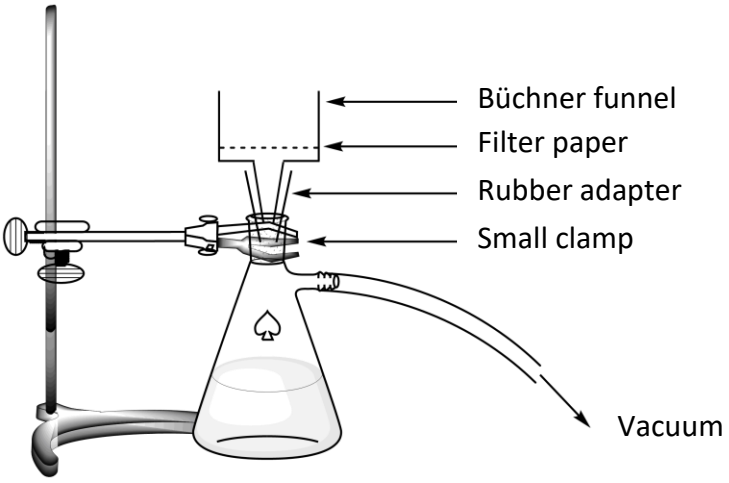
5. **<u>ให้ความร้อน</u>**เพื่อทำให้เกิดการ reflux (ให้ reflux ประมาณ 1 หยดต่อวินาที) เป็นเวลา 45 นาที เครื่องหมายหรือตัวกำหนดบนเครื่องให้ความร้อนจะให้พลังงานที่เพียงพอในการเกิดการ reflux ที่เหมาะสม



ภาพที่1 รูปแบบการเซทอัพเพื่อให้ความร้อนกับสารผสมภายใต้สภาวะ reflux

6. **<u>ปิด</u>**การให้ความร้อนจากเครื่องให้ความร้อน **<u>นำเครื่องให้ความร้อนออก</u>**และ**<u>ปล่อย</u>**ให้ปฏิกิริยาเย็นลงเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้น**<u>นำ</u>**ปฏิกิริยาไปให้ความเย็นโดย ใช้ ชาม recrystallizing dish ที่มีสารผสมระหว่างน้ำแข็งกับน้ำ (ice-water mixture) **<u>ปล่อย</u>**ให้ปฏิกิริยาอยู่ในนั้นเป็นเวลา 10 นาที

7. **<u>ตั้ง</u>**อุปกรณ์การกรองภายใต้สุญญากาศตามภาพที่ 2 โดยใช้กรวยกรอง Büchner กระดาษกรองและ flask สำหรับกรองที่ยึดไว้กับ stand และที่จับ clamp อันเล็ก **<u>ยก</u>**แผ่นป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการมาแสดงวิธีการต่อ flask สำหรับกรองกับแหล่งสุญญากาศ



ภาพที่2 การเซทอัพสำหรับการกรองภายใต้ภาวะสุญญากาศ

8. ทำให้กระดาษกรอง**เปียก**ด้วยน้ำ โดย**ตรวจสอบให้มั่นใจ**ว่ากระดาษกรองได้ปิดช่องทั้งหมดของกรวยกรอง Büchner

9. **เท**สารแขวนลอยของ crude product ลงในกรวยกรอง Büchner และ**เปิด**แหล่งสุญญากาศ **ล้าง**ของแข็งอย่างทั่วถึงและสมบูรณ์ด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน (deionized water) (อย่างน้อย 4 ครั้ง ครั้งละ 20 มิลลิลิตร)

10. **ปล่อย**ให้อากาศผ่านตะกอนเป็นเวลา 5 นาที เพื่อทำให้ผลิตภัณฑ์แห้ง **ถอด**สายสุญญากาศ **ใช้**ที่ตักสารอันเล็ก (small spatula) เพื่อถ่ายเทผลิตภัณฑ์ปริมาณปลายของที่ตักสาร (tip of spatula) ลงไปในขวดแก้ว vial สีชาขนาด 1.5 มิลลิลิตรที่**ติดป้าย C** **ปิด**ขวดแก้วและ**เก็บ**ไว้สำหรับการทดลองส่วนที่ 3

11. **ถ่ายเท**ของแข็งที่เหลือลงใน ground-joint Erlenmeyer flask ขนาด 50 มิลลิลิตร

12. **ทิ้ง**สารละลายที่เหลือจากการกรอง (filtrate) ลงในขวดที่เขียนว่า organic waste **ล้าง**ขวด flask สำหรับกรองและกรวยกรอง Büchner ด้วยเอทานอลและน้ำ **ใช้**ขวดที่เขียนว่า organic waste สำหรับ waste จากเอทานอล

การทดลองส่วนที่ 2 การตกผลึกของผลิตภัณฑ์

1. **ผสม**น้ำปริมาณ 9 มิลลิลิตรกับเอทานอลปริมาณ 21 มิลลิลิตร

2. ทำการตกผลึก crude product ที่อยู่ใน ground-joint Erlenmeyer flask ขนาด 50 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายผสมระหว่างน้ำกับเอทานอลในปริมาณที่เหมาะสม โดยใช้การเซทอัพเครื่องแก้วเดิมเหมือนกับที่ใช้ตอนที่ reflux (ตามภาพที่ 1) **ยก**ป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) เพื่อให้ผู้ช่วยปฏิบัติการเปิดน้ำและตั้งเครื่องให้ความร้อน หากมีความจำเป็น**สามารถเติม**สารละลายจากด้านบนของ condenser ได้

3. เมื่อผลิตภัณฑ์ได้ตกผลึกแล้ว **ใช้**กระบวนการเดิมที่ได้อธิบายไว้แล้วใน ขั้นตอนที่ 1.7 ถึงขั้นตอนที่ 1.10 ในการเก็บของแข็ง **ใช้**ที่ตักสารอันเล็ก (small spatula) เพื่อตักผลิตภัณฑ์ปริมาณปลายของที่ตักสาร (tip of spatula) ลงไปในขวดแก้ว vial สีชาขนาด 1.5 มิลลิลิตรที่**ติดป้าย R** **ปิด**ขวดแก้วและ**เก็บ**ไว้สำหรับการทดลองส่วนที่ 3

4. **ถ่ายเท**ผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำให้บริสุทธิ์แล้วลงในขวดแก้ว vial ที่ได้มีการชั่งน้ำหนักไว้แล้วและมีป้ายรหัสนักเรียนติดอยู่ **ปิด**ขวดแก้ว vial

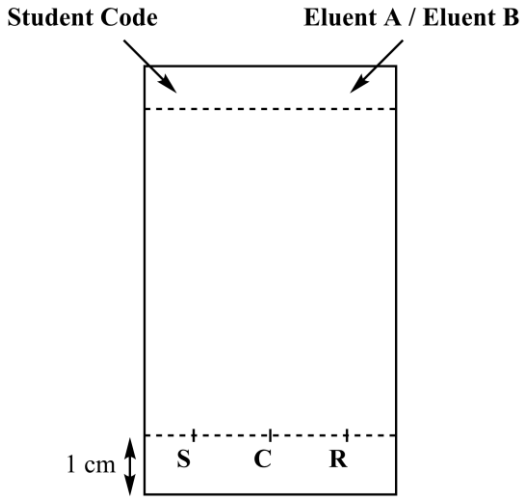
5. **ทิ้ง**สารละลายที่เหลือจากการกรองลงในขวดที่เขียนว่า organic waste และ**ยก**แผ่นป้ายขอความช่วยเหลือ (Help) ผู้ช่วยปฏิบัติการจะมาปิดน้ำของ condenser

การทดลองส่วนที่ 3 การวิเคราะห์ด้วย TLC

1. **เตรียม elution chamber** **เติม**สารละลาย 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 ทีหลัง) **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)

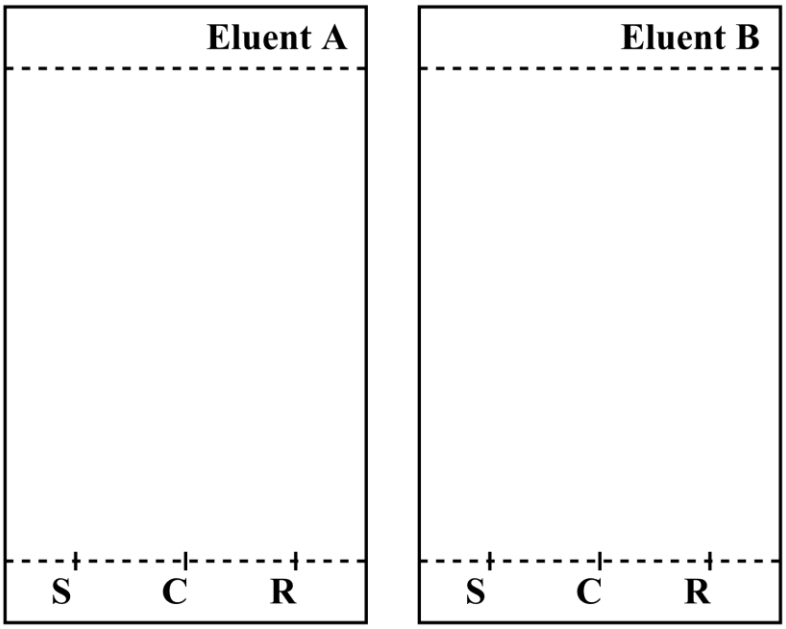
5. **<u>การทำให้แผ่น TLC เห็น (Visualize the TLC plate)</u>** **<u>นำ</u>**แผ่น TLC ไปวางไว้ใต้หลอด UV ที่วางอยู่ที่ส่วนกลาง ใช้ดินสอ**<u>วงกลม</u>**จุดที่มองเห็นทั้งหมด

6. **<u>นำสารละลาย eluent ทิ้งในขวดที่เขียนว่า Organic waste</u>**

7. **<u>ทำการทดลองซ้ำ</u>**สำหรับขั้นตอนที่ 1 3 4 5 และ 6 โดยใช้ eluent B

8. **<u>วาง</u>**แผ่น TLC ที่ได้ทั้งหมดลงใน ถุงที่มีซิปที่มีรหัสนักเรียนติดอยู่

ผลของการวิเคราะห์โดย TLC (**<u>เขียนข้อมูล</u>**ผลที่ได้ลงบนแผนภาพด้านล่างนี้) นักเรียนสามารถใช้การเขียนบนแผนภาพ TLC ด้านล่างนี้เป็นเครื่องช่วยในการหาคำตอบของคำถามหลังจากนี้ แผนภาพด้านล่างนี้จะไม่ถูกนำไปคิดคะแนน



เมื่อเสร็จสิ้นการสอบปฏิบัติการ ผู้ดูแลห้องปฏิบัติการจะเก็บสิ่งของเหล่านี้

- ขวดแก้ว vial ที่มีป้าย**รหัสนักเรียน** ที่ใส่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกผลึก
- แผ่น TLC A และ B ที่อยู่ในถุงที่มีซิปที่มีป้าย**รหัสนักเรียน**

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

คำถาม

1. **<u>เขียน</u>**โครงสร้างผลิตภัณฑ์ออแกนิกสุดท้าย (final organic product) จากปฏิกิริยาระหว่าง 4-ไนโตรเบนซาลดีไฮด์และ Oxone®

2. จากผลการวิเคราะห์ด้วย TLC ของนักเรียน **<u>ตอบ</u>**คำถามต่อไปนี้

- 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

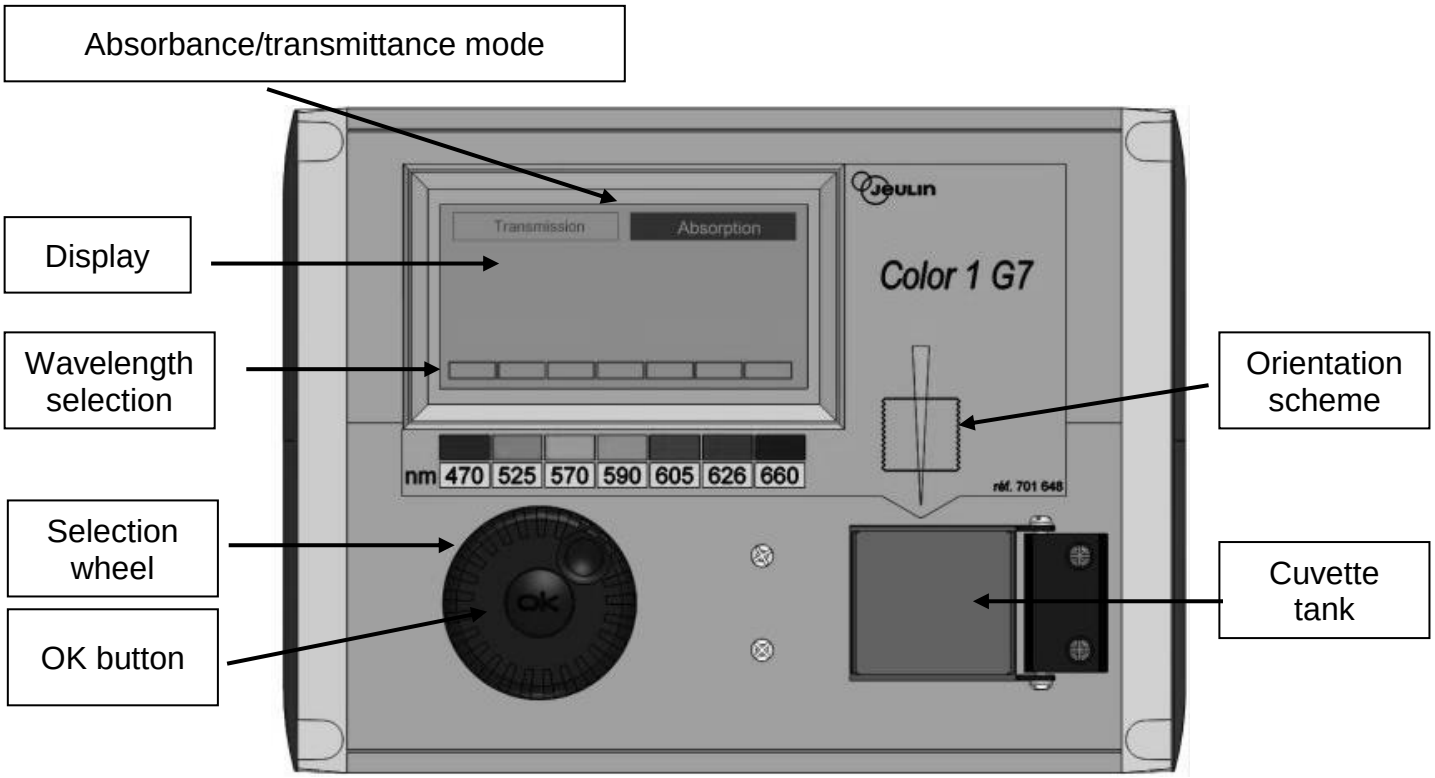
โดยการวิเคราะห์ปริมาณของเหล็กที่มีความเข้มข้นต่ำมากจะสามารถใช้วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีโดยวัดจากสีของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Fe(III) ที่มีลิแกนด์เป็น thiocyanate (SCN^-)

ในการทดลองนี้จะทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นทั้งหมดของ Fe ในไวน์ขาวโดยใช้วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีเพื่อคำนวณหาสูตรเคมีของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Fe(III) และ thiocyanate

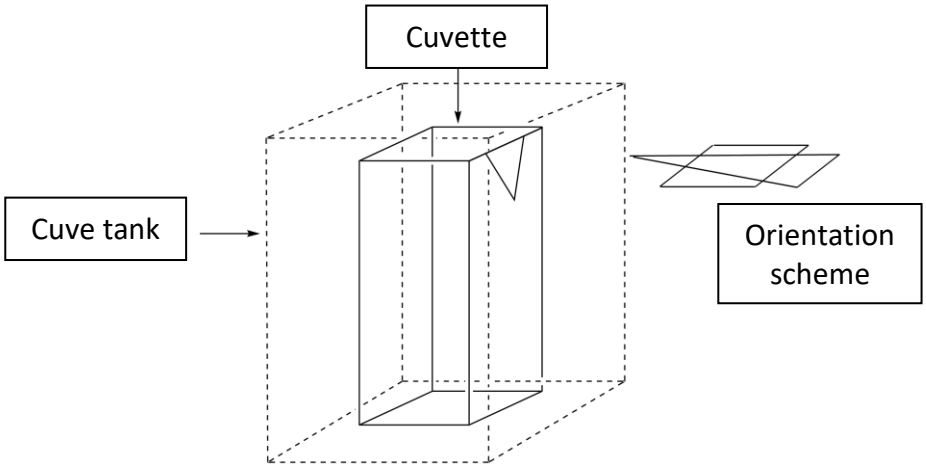
ข้อควรระวัง

- 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
- ตรวจสอบว่ามีแถบไฮไลท์อยู่บนสัญลักษณ์ “Absorbance” หรือไม่ ถ้าไม่มีให้หมุนปุ่ม “Selection wheel” เพื่อให้แถบเส้นประ (dashed line) อยู่ตรงตำแหน่ง “Absorbance” แล้วกดปุ่ม OK
- หมุนปุ่ม “Selection wheel” เพื่อให้แถบเส้นประอยู่ที่**ความยาวคลื่น** 470 nm แล้วกดปุ่ม OK
- เติมน้ำกลั่น (Blank solution) ลงใน cuvette ให้มีความสูงประมาณ 3 เซนติเมตร เปิดฝาช่องใส่ cuvette (Cuvette tank) แล้ววาง cuvette ลงไปให้สุด **โดยให้วางด้านใสของ cuvette ตามแนวที่แสงผ่าน**โดยแสดงตามลูกศรสีเหลือง (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 ให้เป็นสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์โดยเติมสารให้ความสูงประมาณ 3 เซนติเมตร ปิดฝาช่องใส่ cuvette
- อ่านค่า Absorbance ที่ปรากฏ



I.การหาปริมาณของเหล็กในไวน์

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

วิธีการทดลอง

1.**<u>เตรียม</u>**สารละลายในหลอดทดลอง (Tube) จำนวน 6 หลอด โดยเติมสารต่าง ๆ ตามปริมาตรที่ได้กำหนดไว้ดังแสดงในตารางข้างล่าง (หลังจากเติมไวน์ควรจะปิดจุกทันทีเพื่อกันการระเหย)

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.**<u>ปิดหลอดทดลองด้วยจุกยาง</u>**และเขย่าให้เป็น**เนื้อเดียวกัน** (<u>homogenize</u>)

3.**<u>เติม</u>**สารละลาย 1 M potassium thiocyanate ปริมาตร 1.0 mL ลงใน**หลอดทดลองที่** 1, 2, 3, 4, **และ** 5 **เท่านั้น** (หลอดที่ 6 ไม่ต้องเติม) **<u>ปิดหลอดทดลองด้วยจุกยาง</u>**และเขย่าให้เป็น**เนื้อเดียวกัน** (<u>homogenize</u>)

4.เมื่อเตรียมสารละลายเสร็จทั้ง 6 หลอดให้**ยกป้าย** HELP เพื่อขอใช้เครื่อง calorimeter จากผู้ช่วยปฏิบัติการ

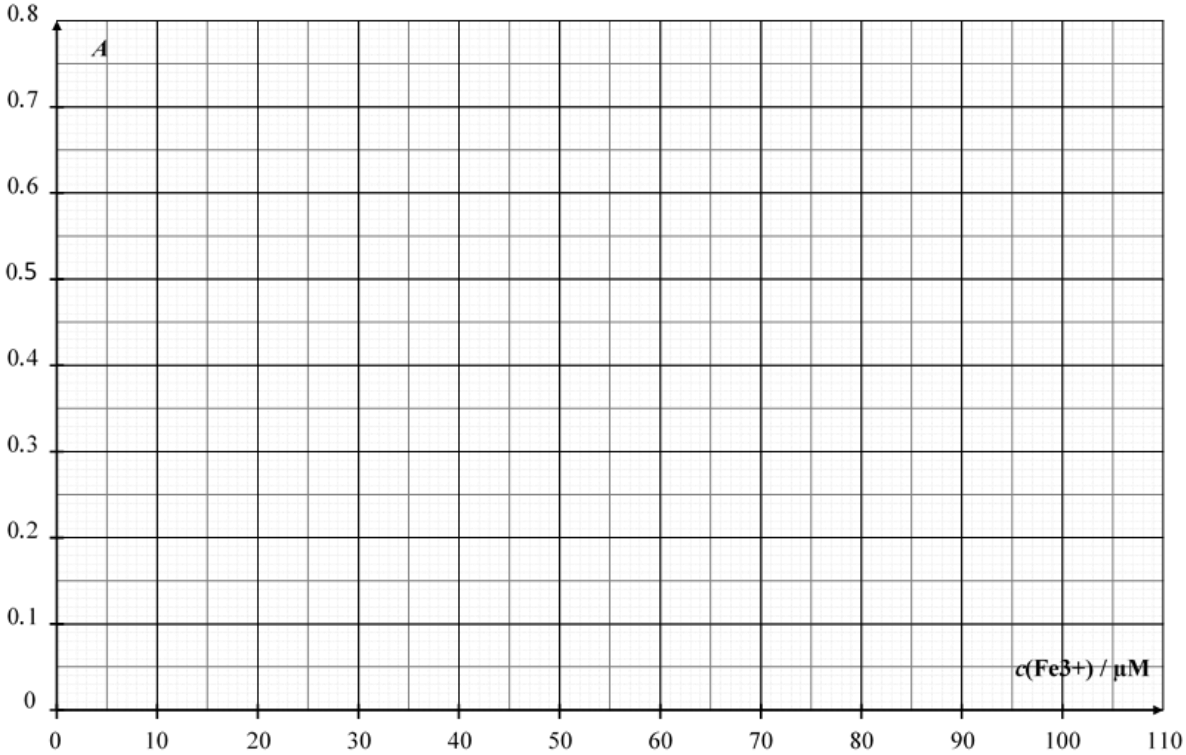
5.**<u>ศึกษาวิธีการใช้</u>**เครื่อง colorimeter ตามที่อธิบายในหน้า 18 ปรับความยาวคลื่นไปที่ 470 nm และใช้ deionized water เป็น Blank solution

6.**<u>วัดและบันทึกค่า absorbance</u>** ของ**หลอดที่** 1-6 ลงตารางด้านล่าง หลังจากใช้เครื่อง colorimeter เสร็จให้ยกป้าย HELP เพื่อแจ้งผู้ช่วยปฏิบัติการ

หมายเลขหลอดทดลอง	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Absorbance (ที่ 470 nm)						
ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในหลอดทดลอง $c(Fe^{3+})$ / μM	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 **<u>วาด</u>** เส้น calibration straight line ลงในกราฟด้านบนและ **<u>คำนวณ</u>**ความเข้มข้น (หน่วย μmol L^{-1}) ของ Fe^{3+} ในหลอดทดลองที่ 5

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

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

3.**<u>คำนวณ</u>** mass concentration ในหน่วย mg/L ของ**เหล็ก**ในสารตัวอย่างไวน์ขาว

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

II. การวิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อน

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

วิธีทำการทดลอง

ในส่วนที่ I นักเรียนจะต้องพิจารณาสีของสารเชิงซ้อน iron(III)-thiocyanate เพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเหล็กในตัวอย่างไวน์ และในส่วนที่ II นักเรียนจะต้องทำการวิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อน $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (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 บนโต๊ะปฏิบัติการที่จำเป็นสำหรับทำการทดลองนี้

1. **<u>ใส่</u>**ข้อมูลปริมาตรของสารละลายที่ใช้ลงในตารางที่กำหนดให้ด้านล่าง (สามแถวแรก) เพื่อที่จะนำข้อมูลดังกล่าวมาใช้วิเคราะห์หาสูตรเคมีของสารเชิงซ้อนโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี (นักเรียนไม่จำเป็นต้องใส่ข้อมูลลงในทุก ๆ คอลัมภ์ในตาราง) **<u>คำนวณ</u>**เศษส่วนโมลาร์ (molar fraction) ของ Fe(III) ในทุก ๆ หลอด โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

หมายเลขหลอดทดลอง	7	8	9	10	11	12	13	14	15
ปริมาตรของสารละลาย 0.00200 M Fe(III) ($V_{Fe(III)}$, mL)									
ปริมาตรของสารละลาย 0.00200 M potassium thiocyanate (V_{SCN^-}, mL)									
เศษส่วนโมลาร์) molar fraction(ของ Fe(III) [$x(Fe^{3+})$]									
ค่าการดูดกลืนคลื่นแสง (ที่470 nm)									
หมายเลขเครื่อง Colorimeter									

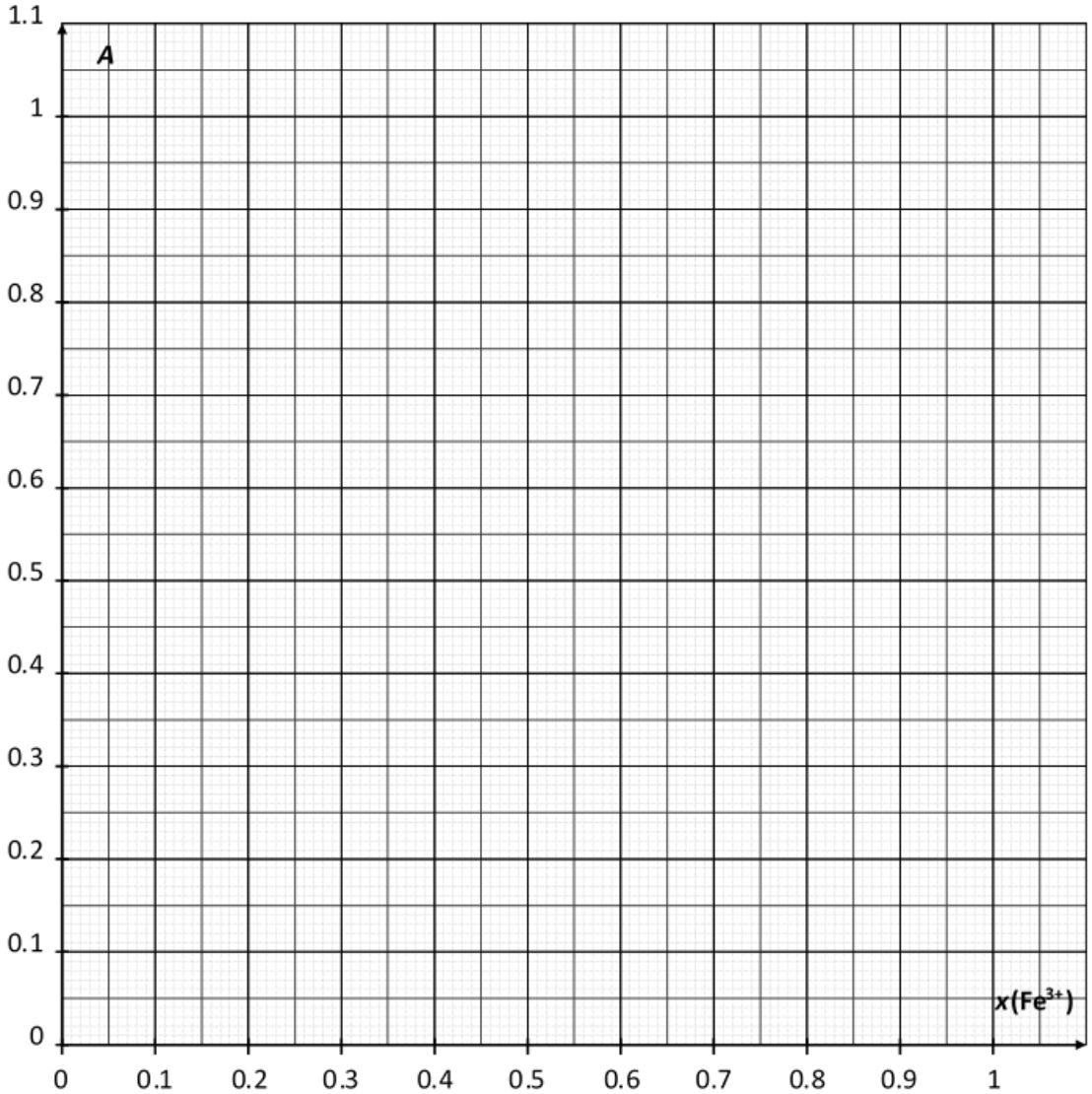
2. **เตรียม**สารละลายลงในหลอดทดลอง **ยก**ป้าย HELP เพื่อที่ผู้ช่วยปฏิบัติการจะนำนักเรียนไปยังเครื่อง colorimeter

3. **ทำการวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 470 nm โดยใช้เครื่อง colorimeter (ซึ่งได้อธิบายวิธีการใช้ไว้ในหน้า 18) ใช้**น้ำปราศจากไอออน (DI water) เป็นสารอ้างอิง (blank)

4. **บันทึก**ค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายในแต่ละหลอดที่ 470 nm ลงในตารางที่กำหนดให้ก่อนหน้านี้

คำถาม

4. **<u>สร้าง</u>**กราฟระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสง (A) กับ เศษส่วนโมลาร์ (molar fraction) ของ Fe(III) [x(Fe3+)]



5.จากผลการทดลองที่ได้ **<u>จงวิเคราะห์หา</u>**สูตรเคมีของสารเชิงซ้อน $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$

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									

Problem P3. Wine for keeping (การเก็บรักษาไวน์)

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

$$SO_2 + H_2O = H^+ + HSO_3^-$$

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

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

1. นักเรียนจะได้รับ potassium iodate (KIO_3) ประมาณ 100 mg โดยค่าน้ำหนักที่แน่นอนจะติด (label) ที่ขวด vial **<u>โดยให้บันทึก</u>**ค่าน้ำหนัก ลงในตารางด้านล่าง

2. **<u>เตรียม</u>** สารละลาย potassium iodate 100 mL ใน volumetric flask ขนาด 100 mL โดยใช้ potassium iodate ทั้งหมดที่ให้มา และ น้ำ DI (deionized water) จะได้สารละลายที่ได้เรียกว่า **สารละลาย** S

3. **<u>เติมสารต่อไปนี้</u>** 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 และ**เก็บใน**ตู้ อย่างน้อย 5 นาที

5. **เติม** สารละลาย thiosulfate ที่ให้มาลงใน burette โดยใช้ beaker Titrate หาปริมาณสารในขวดรูปชมพู่ โดยแกว่งขวดอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นเมื่อสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองอ่อน (pale yellow) **ให้เติม**สารละลายน้ำแป้ง (starch solution) 10 หยด จากนั้น**ไตเตรตต่อไป** จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นไม่มีสี **บันทึก**ค่าเป็น 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 จากนั้น**ไตเตรตต่อไป** จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นไม่มีสี **บันทึก**ค่าเป็น V_2
3. **ทำซ้ำ** (ข้อ 1-2) ถ้าต้องการ

Analysis n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Reported value V_2 / 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 จากนั้นตั้งทิ้งไว้อย่างน่อย 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. **บันทึก**ค่าเป็น V_3

5.**ทำซ้ำ** (ข้อ 1-4) ถ้าต้องการ

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

คำถาม

1.**<u>จงเขียน</u>** balanced equations ของทุก reactions ที่เกิดขึ้นระหว่างการเทียบมาตรฐานสารละลาย sodium thiosulfate

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

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

ถ้านักเรียนไม่สามารถคำนวณค่า $c(S_2O_3^{2-})$ ได้ ให้ใช้ค่า $c(S_2O_3^{2-}) = 0.0500$ mol L^{-1} ในการคำนวณถัดไป

3.**<u>คำนวณ</u>** molar concentration ของสารละลาย iodine

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

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

4.**<u>จงเขียน</u>** equation ของ reaction ระหว่าง iodine (I_2) และ sulfur dioxide (SO_2), โดยสมมุติว่า sulfur dioxide ถูกออกซิไดซ์เป็น sulfate ion (SO_4^{2-})

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

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

PENALTIES

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