

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 تعليمات عامة

- This practical booklet contains 33 pages. يحتوي كتيب الاختبار العملي على 33 صفحة.
- Before the start of the practical exam, the **Read** command is given. You will have 15 minutes to read the exam booklet. You may only **read** during this time; **do not write nor use the calculator**. قبل بدء الامتحان العملي، يتم إعطاء أمر القراءة. سيكون لديك 15 دقيقة لقراءة كتيب الامتحان. يمكنك القراءة فقط خلال هذا الوقت. لا تكتب ولا تستخدم الآلة الحاسبة.
- You may begin working as soon as the **Start** command is given. You will then have **5 hours** to complete the exam. يمكنك البدء في العمل بمجرد إعطاء الأمر **Start** سيكون لديك بعد ذلك 5 ساعات لإكمال الاختبار.
- You may work on the tasks in any order, but **starting with problem P1 is advised**. يمكنك العمل في أي ترتيب، ولكن ننصح بالبدء بالتجربة **P1**.
- All results and answers must be clearly written **in pen in their respective designed areas** on the exam papers. Answers written outside the answer boxes will not be graded. جميع النتائج والإجابات يجب أن تكتب بوضوح وبالقلم الأزرق في المناطق المخصصة لكل منها على أوراق الامتحان. لن يتم تصحيح الإجابات المكتوبة خارج مربعات الإجابات.
- If you need scratch paper, use the backside of the exam sheets. Remember that **nothing outside the designed areas will be graded**. إذا كنت بحاجة إلى ورق مسودة، فاستخدم مؤخر أوراق الاختبار. تذكر أنه لن يتم تصحيح أي شيء خارج المناطق المخصصة.
- The official English version of the exam booklet is available upon request and serves for clarification only. النسخة الإنجليزية الرسمية من كتيب الامتحان متوفرة عند الطلب وتقدم للتوضيح فقط.
- If you need to leave the laboratory (to use the restroom or have a drink or snack), raise the appropriate card. A lab assistant will come to accompany you. إذا كنت بحاجة إلى مغادرة المختبر (للاستخدام دورة المياه أو تناول مشروب أو وجبة خفيفة)، فقم برفع البطاقة المناسبة. سوف يأتي مساعد مختبر لمرافقتك.
- Shelves above the benches are not to be used during the task for the purpose of equality. لا تستخدم الرفوف فوق المقاعد أثناء التجربة.
- You must **follow the safety rules** given in the IChO regulations. If you break the safety rules, you will receive only one warning from the lab assistant. Any safety rule violation after the first warning will result in your dismissal from the laboratory and the nullification of your practical examination. يجب عليك اتباع قواعد السلامة الواردة في لوائح IChO. إذا قمت بمخالفة قواعد السلامة، فستتلقى تحذيرًا واحدًا فقط من مساعد المختبر. أي انتهاك لقواعد السلامة بعد التحذير الأول سيؤدي إلى إبعادك من المختبر وإلغاء امتحانك العملي.
- Chemicals and labware, unless otherwise noticed, will be refilled or replaced without penalty only for the first incident. Each further incident will result in the deduction of 1 point from your 40 practical exam points. سيتم إعادة ملء أو استبدال المواد الكيميائية وأجهزة المختبرات، دون عقوبة في المرة الأولى، إلا إذا لوحظ عدم الحاجة لذلك. كل طلب إضافي بعد ذلك سيؤدي إلى خصم نقطة واحدة من 40 نقطة في الامتحان العملي.
- The lab supervisor will announce a 30 minutes warning before the **Stop** command. سيعلم مشرف المختبر تنبيه قبل نهاية الوقت بنصف ساعة.
- You must stop your work immediately when the **Stop** command is announced. Failure to stop working or writing by one minute or longer will lead to nullification of your practical exam. يجب إيقاف العمل مباشرة عند إطلاق أمر التوقف **Stop**. عدم التوقف عن العمل أو الكتابة لمدة دقيقة واحدة أو أكثر سيؤدي إلى إلغاء امتحانك العملي.
- After the **Stop** command has been given, the lab supervisor will come to sign your answer sheet. بعد إعطاء أمر التوقف **Stop**، سيأتي المشرف للتوقيع على ورقة إجابتك.

- After both the supervisor and you sign, place this exam booklet in the envelope and submit it for grading together with your product and thin-layer chromatography (TLC) plates.
بعد توقيع كل من المشرف وتوقيعك، ضع كتيب الامتحان هذا في مظروف وسلمه مع ناتجك وشريحة التحليل الكروماتوجرافي (TLC).

قواعد السلامة في المختبر Lab rules and safety

- You must wear a lab coat and keep it buttoned up. Footwear must completely cover the foot and the heel.
يجب أن ترتدي معطف المختبر وتغلق أزراره. ويجب أن يغطي الحذاء القدم والكعب بالكامل.
- Always wear safety glasses or prescription glasses when working in the lab. Do not wear contact lenses.
استخدم دوما النظارات الطبية عند العمل في المختبر. لا تضع العدسات اللاصقة.
- Do not eat or drink in the lab. Chewing gums are not allowed.
لا تأكل ولا تشرب في المختبر. ولا يسمح بمضغ العلك.
- Work only in the designated area. Keep your work area and the common work areas tidy.
العمل فقط في المنطقة المخصصة لك. حافظ على منطقة عملك ومناطق العمل المشتركة مرتبة.
- No unauthorized experiments are allowed. No modification of the experiments is allowed.
لا يسمح بإجراء تجارب غير مصرح بها. لا يسمح بتعديل التجارب.
- Do not pipette with your mouth. Always use a pipette filler bulb.
لا تستخدم الماصة بالفم. دائما استخدام مألئة الماصة الكروية البلاستيكية.
- Clean up spills and broken glassware immediately from both the bench and the floor.
نظف الانسكابات والأواني الزجاجية المكسورة فوراً من الطاولة والأرض.
- All waste must be properly discarded to prevent contamination or injury. Water solutions are eligible for sink disposal. Organic waste must be disposed of in the marked capped container.
يجب التخلص من جميع النفايات بشكل صحيح لمنع التلوث أو الإصابة. المحاليل المائية يمكن التخلص منها في الحوض. يجب التخلص من النفايات العضوية في الحاوية المشار إليها والمغطاة.

Physical constants and equations الثوابت الفيزيائية والمعادلات

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.

في هذه التجارب، نفترض أن أنشطة جميع المحاليل المائية يتم تقريبها جيداً من خلال تركيز كل منها في mol L⁻¹. تم حذف التركيز القياسي $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ لتبسيط الصيغ والتعبيرات.

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:

$$273.15 \text{ K}$$

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”:

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

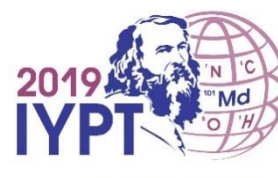
$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

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

Periodic table

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 -



Definition of GHS statements

تعريف بيانات GHS

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

يشار إلى البيانات الخاصة بخطر GHS (عبارات- H) المرتبطة بالمواد المستخدمة في الأسئلة. معانيها هي على النحو التالي.

Physical hazards المخاطر الفيزيائية

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 المخاطر الصحية

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 المخاطر البيئية

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	HClO₄	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	H₂O₂	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, <i>ca</i> 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:	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
Zippered bag with 3 pieces of filter paper	1
Petri dish	1
TLC elution chamber, labeled “ TLC elution chamber ”	1
Zippered 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. Greening the oxidation of nitrobenzaldehyde

التجربة P1 جعل أكسدة nitrobenzaldehyde صديقة للبيئة

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

على مدار العقود الماضية، حاول الكيميائيون استبدال الكواشف الضارة في عمليات الأكسدة من أجل تقليل معالجة النفايات الخطرة. في هذه التجربة، تم اختيار potassium peroxomonosulfate كعامل مؤكسد، لأنه يعطي فقط أملاح كبريتات غير سامة وغير ملوثة. يتم توفيرها هنا بالشكل Oxone®.

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

علاوة على ذلك، يتم إجراء التفاعل نفسه في خليط من الماء والإيثانول، المصنفين كمذيبات صديقة للبيئة.

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

مهمتك هي القيام بأكسدة 4-nitrobenzaldehyde، لإعادة بلورة الناتج، ومقارنة سوائل الإزاحة TLC والتحقق من نقاوة الناتج باستخدام TLC.

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

ملاحظة: يجب التخلص من نفايات الإيثانول ومحاليل الإزاحة في زجاجة "النفايات العضوية".

Procedure

طريقة العمل

I. Oxidation of 4-nitrobenzaldehyde

أكسدة 4-nitrobenzaldehyde.

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

امزج 20 mL من الماء مع 5 mL من الإيثانول.

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

أدخل المحرك المغناطيسي في دورق الارلنماير ذو الفوهة المصنفة 100 mL.

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

انقل 1.51 g الموزون مسبقاً من 4-nitrobenzaldehyde إلى دورق الارلنماير.

أضف كل خليط الماء/الإيثانول المحضر مسبقاً.

ثبت دورق الارلنماير بالماسك المعدني الى الحامل.

ابدأ في تحريك الخليط، ثم أضف 7.87 g الموزون مسبقاً من Oxone®.

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

قم بتوصيل المكثف الانعكاسي عن طريق تخفيف إغلاق الماسك المعدني الكبير وضبط المفصل الأرضية (انظر الشكل 1). **ارفع** بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي المسؤول المخبري لتشغيل الماء وضبط قرص التسخين.

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

سخن خليط التفاعل مع التقطير العكسي (حوالي 1 قطرة واحدة في الثانية) لمدة 45 دقيقة. توافق العلامة الموجودة على قرص التسخين القوة اللازمة للحصول على تقطير عكسي جيد.

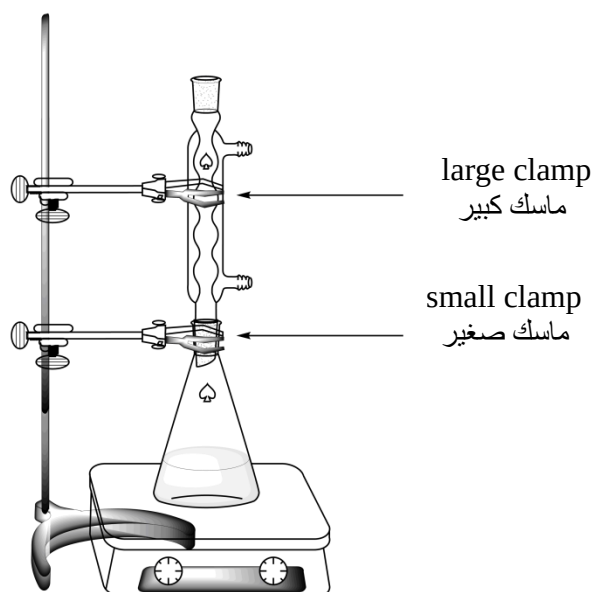


Figure 1. Setup for heating the reaction mixture under reflux

الشكل 1. تجهيز التجربة لتسخين خليط التفاعل تحت التقطير العكسي

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

بعد ذلك **أطفئ** السخان على قرص التحريك.

ازح قرص التحريك **واترك** خليط التفاعل ليبرد لمدة 10 دقائق.

ضع دورق الارلنماير بعد ذلك في طبق التبلور المليء بمزيج من الماء - الثلج. **واتركه** بدون تحريك لمدة 10 دقائق أخرى.

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

قم بإعداد جهاز الترشيح تحت التفريغ (انظر الشكل 2) باستخدام قمع بوخنر وورقة ترشيح وقارورة الشفط، المثبتة على حامل المعمل بالماسك الصغير.

ارفع بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي مساعد مخبري ويوضح كيفية توصيل قارورة الشفط بمصدر التفريغ.

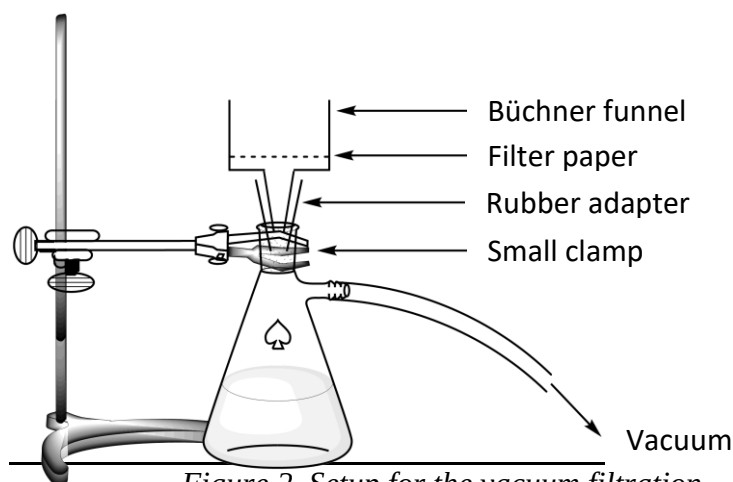


Figure 2. Setup for the vacuum filtration
الشكل 2. اعداد جهاز الترشيح بوخنر

8. **Wet** the filter paper with water and **ensure** that it covers all the holes of the Büchner funnel.

بلل ورق الترشيح بالماء **وتأكد** من أنه يغطي جميع فتحات قمع بوخنر

9. **Pour** the suspension of the crude product into the Büchner funnel and **apply** vacuum. **Wash** the solid thoroughly with deionized water (at least 4×20 mL).

صب المعلق الناتج الخام في قمع بوخنر **وشغل** جهاز التفريغ .
اغسل المادة الصلبة بشكل جيد بالماء منزوع الأيونات (على الأقل 4×20 mL)

10. **Let** air suck through the precipitate for 5 minutes to pre-dry the product. **Disconnect** the vacuum source. **Use** the small spatula to transfer one tip of spatula of the product in the 1.5 mL amber glass vial, **labeled C**. **Close** the vial and **save** it for part III.

اسمح للهواء بالامتصاص خلال الراسب لمدة 5 دقائق لتجفيف الناتج.
افصل مصدر التفريغ.

استخدم المعلقة الصغيرة لنقل جزء واحد من الناتج بطرف المعلقة الى القارورة الزجاجية البنية 1.5 mL، **المعنونة بالرمز C**.
أغلق القارورة **واحفظها** للجزء III.

11. **Transfer** all of the remaining solid into the 50 mL ground-joint Erlenmeyer flask.

انقل كل المادة الصلبة المتبقية إلى دورق إرلنماير ذات الفوهة المصنفة 50 mL.

12. **Discard** the filtrate in the "Organic waste" bottle and **wash** both the suction flask and the Büchner funnel with ethanol and water. **Use** the "Organic waste" bottle to dispose of ethanol waste.

تخلص من الرشاحة في زجاجة "النفايات العضوية" **واغسل** جيدا كل من قارورة الشفط وقمع بوخنر بالإيثانول والماء. **استخدم** زجاجة "النفايات العضوية" للتخلص من نفايات الإيثانول.

II. Recrystallization of the product

إعادة بلورة الناتج

1. **Mix** 9 mL of water and 21 mL of ethanol.

امزج 9 mL من الماء و 21 mL من الإيثانول.

2. **Perform** the recrystallization of the crude product contained in the 50 mL ground-joint Erlenmeyer flask with the appropriate amount of this water/ethanol mixture, using the same setup as for the reflux heating (see Figure 1). **Raise** your HELP card. A lab assistant will come to turn on the water and set the hotplate. **Add** the solvent by the top of the condenser, if needed.

قم بإعادة بلورة الناتج الخام الموجود في ورق إرلنماير ذو الفوهة المصنفة 50 mL مع الكمية المناسبة من خليط الماء/الإيثانول، باستخدام نفس الجهاز للتقطير العكسي بالتسخين (انظر الشكل 1).
ارفع بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي المسؤول المخبري لتشغيل الماء وضبط قرص التسخين.
أضف المذيب عن طريق الفوهة العلوية من المكثف عند الحاجة.

3. Once the product has crystallized, **use** the same procedure as described previously (I.7 to I.10) to collect the solid. **Use** the small spatula to transfer one tip of spatula of the recrystallized product in the 1.5 mL amber glass vial, **labeled R**. **Close** the vial and **save** it for part III.

بمجرد تبلور الناتج، **استخدم** نفس الإجراء كما هو موضح سابقاً (من I.7 إلى I.10) لجمع المادة الصلبة.
استخدم الملاعة الصغيرة لنقل جزء واحد من الناتج المعاد بلورته بطرف الملاعة إلى القارورة الزجاجية البنية 1.5 mL، المعنونة بالرمز R. **أغلق** القارورة **واحفظها** للجزء III.

4. **Transfer** the purified solid in the pre-weighed vial labeled with your Student Code. **Close** the vial.

انقل المادة الصلبة النقية إلى القارورة الموزونة مسبقاً مع الكود الخاص بك. **أغلق** القارورة.

5. **Discard** the filtrate in the "Organic waste" bottle and **raise** your HELP card. A lab assistant will come to turn off the water of the condenser.

تخلص من الرشاحة في زجاجة "النفايات العضوية" و**ارفع** بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي المسؤول المخبري لقفل ماء المكثف.

III. TLC analysis

تحليل TLC

1. **Prepare the elution chamber. Load** the elution chamber with ca 0.5 cm in height of eluent A. Cover it with a Petri dish. **Wait** for the eluent to saturate the atmosphere in the elution chamber.

جهز غرفة الازاحة elution chamber. اضع كمية تصل إلى ارتفاع حوالي 0.5 cm من سائل الإزاحة A في غرفة الازاحة. قم بتغطيتها بطبق بتري. **انتظر** حتى يتم تشبع الجو المحيط بسائل الازاحة في غرفة الازاحة.

2. **Prepare your samples.** You are provided a sample of 4-nitrobenzaldehyde in an amber glass vial labeled **TLC standard** (referred as S on the TLC). You have also kept a small sample of your crude product (vial C) and your recrystallized product (vial R) in two other amber glass vials. **Add** ca 1 mL of ethanol in each of the vials in order to dissolve the samples.

جهز العينات الخاصة بك. يتم تزويدك بعينة من 4-nitrobenzaldehyde في القارورة الزجاجية ذات اللون البني والمعنونة **TLC standard** (المشار إليها بالحرف S على TLC). لقد احتفظت أيضاً بعينة صغيرة من الناتج الخام (القارورة C) وناتج المعاد بلورته (القارورة R) في قارورتين زجاجيتين أخرتين بنيتا اللون. **أضف** حوالي 1 mL من الإيثانول في كل من القوارير بهدف إذابة العينات.

3. **Prepare your TLC plate.** Use a pencil to **draw** carefully the start line (1 cm above the bottom of the plate) and **mark** the positions in order to spot the 3 samples. **Label** them S (Starting material), C (Crude product) and R (Recrystallized product), as described in Figure 3. On the top left of the plate, **write** your **Student Code**. On the top right of the plate, **write** the eluent you use (first **Eluent A**, then **Eluent B**). **Spot** the three samples on the plate, using capillary spotters.

جهز شريحة TLC الخاصة بك. استخدم قلم رصاص **لرسم** خط البداية بعناية (على بعد 1 cm من قاع الشريحة) ثم **ضع** علامة بالترتيب على مواضع بقع العينات الثلاث. قم بتسميتها S (مادة البداية) و C (ناتج خام) و R (ناتج المعاد بلورته)، كما هو موضح في الشكل 3. **اكتب الكود الخاص بك** في الجزء العلوي الأيسر من الشريحة. وفي الجزء العلوي الأيمن من الشريحة، **اكتب** سائل الازاحة المستخدم (أولاً سائل الازاحة A، ثم سائل الازاحة B). **ضع نقطة** من العينات الثلاثة على الشريحة، وذلك باستخدام الانابيب الشعرية.

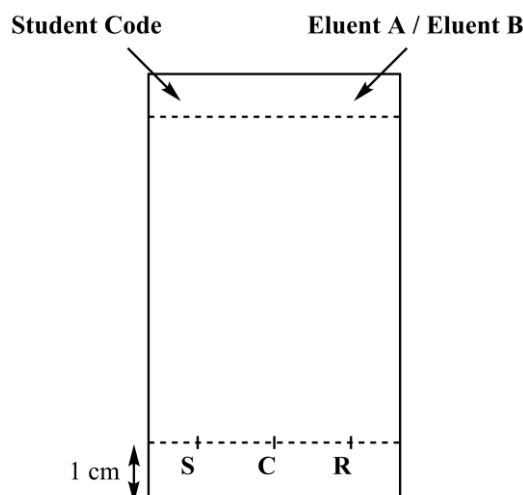


Figure 3. TLC plate preparation

4. **Perform the TLC analysis.** Using tweezers, **insert** the TLC plate into the elution chamber and **cover** it with the Petri dish. **Let** the eluent **reach** approximately 1 cm below the top of the plate. Using tweezers, **remove** the plate, mark the eluent front with a pencil and let the plate air-dry.

إجراء تحليل TLC. باستخدام الملاقط، **أدخل** شريحة TLC في غرفة الإزاحة وقم **بتغطيتها** بطبق بتري. **اترك** سائل الإزاحة **ليصل** إلى حوالي 1 cm من حافة النهاية العلوية من الشريحة. باستخدام الملاقط، **انزع** الشريحة، وضع علامة عند خط نهاية سائل الإزاحة بقلم رصاص واترك اللوحة تجف في الهواء.

5. **Visualize the TLC plate.** **Place** the TLC plate under the UV lamp kept on the common bench. With a pencil, **circle** all the visible spots.

تظهير شريحة TLC. **ضع** شريحة TLC تحت مصباح UV الموجود على طاولة للاستخدام العام. وباستخدام قلم رصاص، **ضع دائرة** حول كل البقع المرئية.

6. **Discard the eluent into the "Organic waste" bottle.**

تخلص من سائل الإزاحة في زجاجة "النفايات العضوية".

7. **Repeat** steps 1, 3, 4, 5, and 6 with eluent B.

كرر الخطوات 1 و 3 و 4 و 5 و 6 باستخدام سائل الإزاحة B.

8. **Place** your plates in the zipped bag with your Student Code.

ضع شرائحك في الحقيبة ذات السحاب مع رمز الطالب الخاص بك.

Results of your TLC analysis (**complete** the schemes with your results). You may use these drawings to make a scheme of your TLC plates that may help you answer the following questions. The scheme will not be graded.

نتائج تحليل TLC (**أكمل** المخططات مع نتائجك). يمكنك استخدام هذه الرسومات لإنشاء مخطط لشرائح TLC الخاصة بك والتي قد تساعدك في الإجابة على الأسئلة التالية. لن يتم تصحيح المخطط.

Eluent A			Eluent B		
S	C	R	S	C	R

At the end of the examination, your lab supervisor will pick up the following items:

في نهاية الامتحان ، سيقوم المشرف على مختبرك باستلام مايلي:

- Glass vial labeled with your **Student Code** containing your recrystallized product;
 - قارورة زجاجية تحمل كود الطالب الخاص بك تحتوي على ناتجك المعاد بلورته؛
- TLC plates A and B in zipped bag labeled with your **Student Code**.
 - شرائح TLC (A و B) في الحقيبة ذات السحاب تحمل كود الطالب الخاص بك.

Submitted items العناصر التي تم تسليمها	
Recrystallized product الناتج المعاد بلورته	☐
TLC plate A	☐
TLC plate B	☐
Signatures التوقيع	Student Lab Supervisor

Questions

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

اقترح تركيب الناتج العضوي النهائي من تفاعل 4-nitrobenzaldehyde و Oxone[®].

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

بناءً على نتائجك على تحليل TLC، أجب عن الأسئلة التالية.

- Which eluent is better to follow the reaction progress?

ما سائل الازاحة الأفضل لمتابعة حصول التفاعل؟

☐ A

☐ B

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

يحتوي الناتج الخام (C) على آثار 4-nitrobenzaldehyde.

☐ True

☐ False

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

يحتوي الناتج المعاد بلورته (R) على آثار من 4-nitrobenzaldehyde.

☐ True

☐ False

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

Problem P2. The iron age of wine

التجربة P2. العصر الحديدي للنبيذ

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

الحديد عنصر يمكن تواجده بشكل طبيعي في النبيذ. عندما يتجاوز تركيزه من 10 إلى 15 mg per liter، فقد تؤدي أكسدة iron(II) إلى iron(III) إلى فقد الجودة، وذلك من خلال تكون رواسب. لهذا السبب يلزم تقييم محتوى الحديد في النبيذ خلال إنتاجه.

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

نظراً للتركيز المنخفض لجسيمات الحديد، سيستخدم معقد ملون من iron(III) مع SCN^- كمتصلة لتحديد كمية محتوى الحديد، وذلك من خلال القياسات الطيفية.

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

مهمتك هي تحديد تركيز الحديد الكلي في عينة النبيذ الأبيض المعطاة، باستخدام المقياس الطيفي، وتحديد النسب المكافئة في معقد thiocyanate – iron(III).

WARNING

تحذيرات

- In this task, you are provided with two iron(III) solutions and two potassium thiocyanate solutions of different concentrations. Be very careful not to confuse them.

في هذا السؤال، تم تزويدك بمحلولين من iron(III) ومحلولين من potassium thiocyanate بتركيزات مختلفة. احرص بشدة على عدم الخلط بينهم.

- Once the solutions are ready for spectrophotometric measurements, record the absorbance no later than one hour after the addition of thiocyanate.

عندما تكون المحاليل جاهزة للقياسات الطيفية، قم بتسجيل الامتصاص خلال أقل من ساعة واحدة بعد إضافة thiocyanate.

- When you need a colorimeter, raise your HELP card. A lab assistant will give you a colorimeter labeled. You will have the exclusive use of this colorimeter for up to 15 minutes. The lab assistant will take it back as soon as you have finished or when the 15 minutes are over. If no colorimeter is available at the precise moment, you will be added to a waiting-list.

عندما تحتاج جهاز مقياس الألوان (colorimeter)، ارفع بطاقتك HELP. سيعطيك مساعد المختبر جهاز مقياس الألوان. سيسمح لك باستخدام الجهاز لمدة 15 دقيقة. سيأخذ منك مساعد المختبر الجهاز مباشرة بعد انتهائك منه أو بعد نهاية الـ 15 دقيقة. عند عدم توفر جهاز مقياس الألوان في اللحظة المعينة، سيتم إضافتك لقائمة الانتظار.

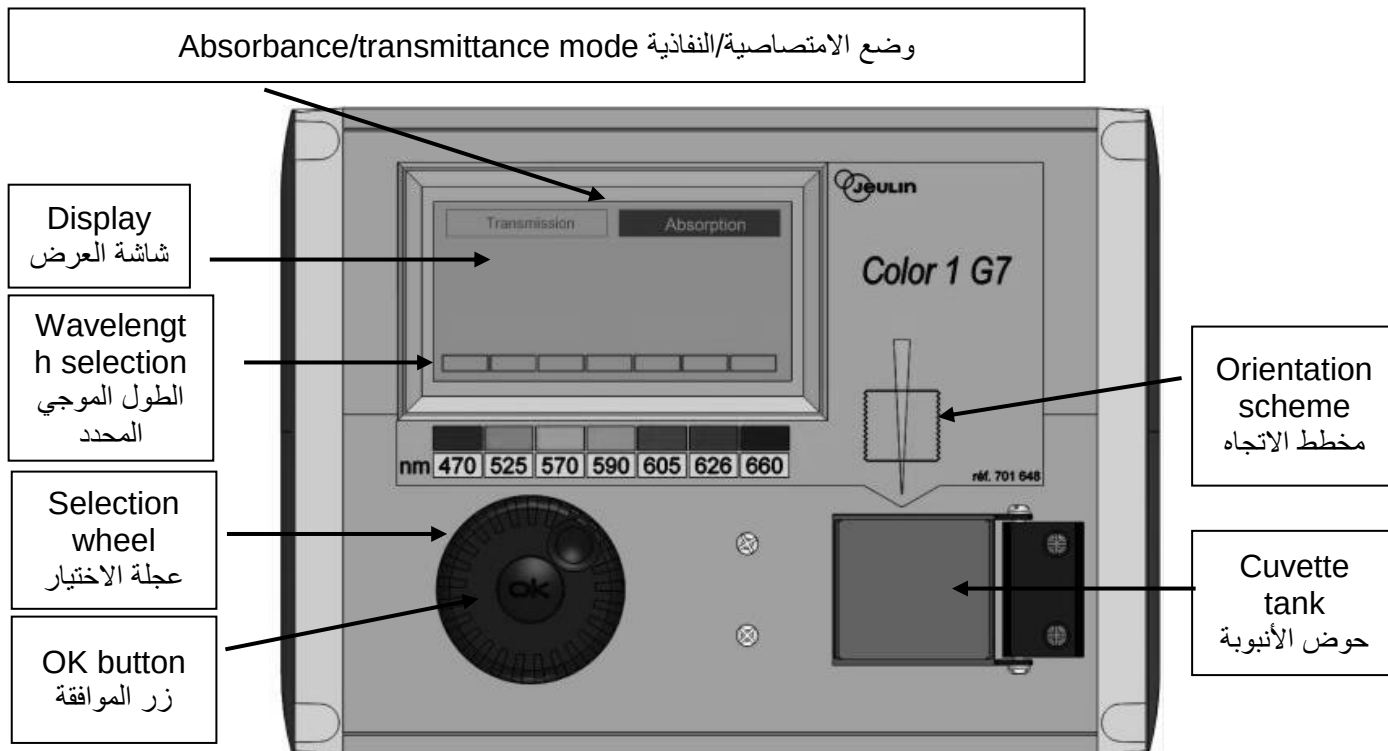
- Instructions for the colorimeter are presented on the following page.

الإرشادات لاستخدام جهاز مقياس الألوان موجودة في الصفحة التالية.

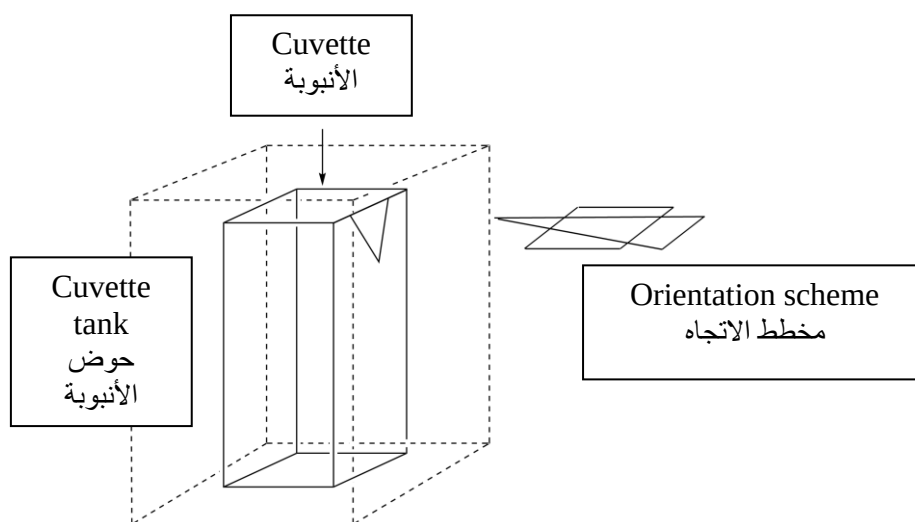
- You can call for the colorimeter only three times for this problem.**

بإمكانك طلب جهاز مقياس الألوان ثلاث مرات فقط لهذا السؤال.

Instructions for the use of the colorimeter إرشادات استخدام جهاز مقياس الألوان



- Plug in the colorimeter. قم بتشغيل جهاز مقياس الألوان.
- Check that “Absorbance” is highlighted. If not, turn the selection wheel until a dashed line appears around “Absorbance” and then press the OK button. تأكد من أن وضع الامتصاصية (Absorbance) هو المظلل. إذا لم يكن هو المظلل، حرك عجلة الاختيار إلى أن يظهر خط متقطع حول (Absorbance) ومن ثم اضغط زر الموافقة.
- Turn the selection wheel until a dashed line appears around the desired wavelength (470 nm). Press the OK button. حرك عجلة الاختيار إلى أن يظهر خط متقطع حول الطول الموجي المطلوب (470 nm). اضغط زر الموافقة.
- Place the cuvette with *ca* 3 cm in height of the blank solution in the tank. Be careful to choose the correct orientation (look at the orientation scheme on the colorimeter, the beam is in the direction of the yellow arrow, see figure below), and to push the cuvette down until the final position. Close the lid. ضع الأنبوبة التي تحتوي على حوالي 3 cm من المحلول الضابط (blank solution) في الحوض. احرص على جعل الأنبوبة في الوضع الصحيح (انظر مخطط الاتجاه على جهاز مقياس الألوان، سيكون اتجاه الضوء في اتجاه السهم الأصفر، انظر الشكل بالأسفل)، احرص على ضغط الأنبوبة للأسفل إلى النهاية. اغلق الغطاء.
- Turn the selection wheel until a dashed line appears around “Absorbance” and then press the OK button. Using the selection wheel, highlight “Calibration” and press the OK button. حرك عجلة الاختيار إلى أن يظهر خط متقطع حول (Absorbance) ومن ثم اضغط زر الموافقة. باستخدام عجلة الاختيار، ظلل (Calibration) واضغط زر الموافقة.
- Wait until the display reads 0.00 (or -0.00). انتظر إلى أن تكون القراءة 0.00 (أو -0.00).
- Place the cuvette with *ca* 3 cm in height of the analyzed solution in the tank. Close the lid. ضع الأنبوبة المحتوية على حوالي 3 cm من المحلول المراد تحليله في الحوض. اغلق الغطاء.
- Read the absorbance value. اقرأ قيمة الامتصاصية.



I. Determination of the iron content in the wine

تحديد محتوى الحديد في النبيذ

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

في هذا الجزء، ستحتاج إلى محلول 0.00200 M iron(III) ومحلول 1 M potassium thiocyanate.

Procedure

طريقة العمل

1. **Prepare** 6 tubes by adding to each tube the required volumes of the provided solutions, as described in the table below. You can assume volumes are additive.

قم بتحضير 6 أنابيب عن طريق إضافة الحجوم اللازمة من المحاليل المعطاة، كما هو موضح في الجدول بالأسفل. يمكنك اعتبار أن الحجوم الكلية هي مجموع الحجوم الجزئية.

Tube # رقم الأنبوبة	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 نبيذ					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. **Stopper** the tubes and **homogenize**.

أغلق الأنابيب واجعلها متجانسة.

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

أضف 1.0 mL من محلول 1 M potassium thiocyanate في الأنابيب 1، 2، 3، 4 و 5. لا تقوم بإضافته إلى الأنبوب 6. أغلق الأنابيب واجعلها متجانسة.

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

عندما تكون جميع الأنابيب جاهزة، ارفع بطاقةك HELP للحصول على جهاز مقياس الألوان من مساعد المختبر.

5. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 19). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.

قم بتحضير جهاز مقياس الألوان بالطريقة المشروحة سابقاً (في صفحة 19). **اختر** الطول الموجي عند 470 nm. **استخدم** الماء المنزوع الأيونات للمحلول الضابط (blank solution).

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

سجل امتصاصية كل أنبوب (من 1 إلى 6) للطول الموجي المحدد. **ضع** النتائج في الجدول التالي. ارفع بطاقةك HELP لإعادة جهاز مقياس الألوان.

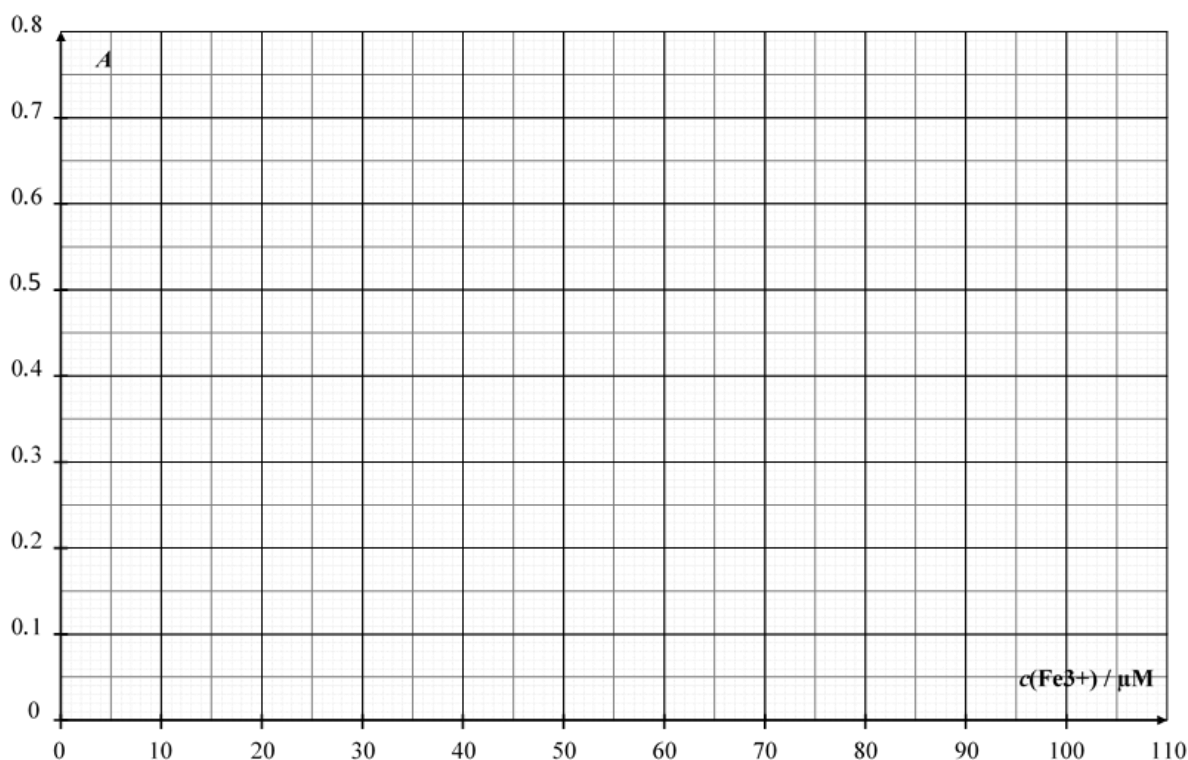
Tube # رقم الأنبوبة	1	2	3	4	5	6
Absorbance (at 470 nm) الامتصاص (عند 470 nm)						
Analytical concentration of Fe^{3+} in the tube تركيز Fe^{3+} التحليلي في الأنبوب $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Colorimeter code كود جهاز مقياس الألوان						

Questions

الأسئلة

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

ارسم الامتصاصية A للأنابيب من 1 إلى 4 كدالة للتركيز التحليلي من Fe^{3+} في الأنبوب.



- In the following, check the boxes of the data you will consider for your calibration curve.
فيما يلي، حدد في المربعات النقاط التي ستستخدمها في رسم خط التقييس.

Tube # رقم الأنبوبة	1	2	3	4
Absorbance values used for the calibration curve هل ستستخدم قيمة الامتصاصية في رسم خط التقييس؟				

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

باستخدام المخطط السابق والقيم التي اخترتها لمنحنى المعايرة، ارسم الخط المستقيم للمعايرة على نفس الرسم. حدد التركيز التحليلي (بوحدة $\mu\text{mol L}^{-1}$) لـ Fe^{3+} في أنبوبة 5.

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

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

إذا لم تتمكن من حساب التركيز $c(\text{Fe}^{3+})$ ، استخدم القيمة $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ في بقية السؤال.

3. **Calculate** the mass concentration, in mg per liter, of iron in the studied white wine.

احسب التركيز الكتلي، بوحدة mg per liter، للحديد في عينة النبيذ الأبيض المدروسة.

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

II. Determination of the complex stoichiometry

تحديد النسبة المكافئة في المعقد

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

في هذا الجزء، ستستخدم محلول 0.00200 M iron(III) ومحلول 0.00200 M potassium thiocyanate.

Procedure

طريقة العمل

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

في الجزء I من هذا السؤال، استخدمنا لون المعقد iron(III)-thiocyanate لتحديد تركيز الحديد في عينة النبيذ. الجزء II من هذا السؤال يهدف إلى دراسة النسب المكافئة في معقد $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (عدد تناسق الماء غير موضح)، حيث تكون a و b أرقام صحيحة أقل من 3.

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

تم تزويدك بالمحاليل المائية التالية لهذا الجزء:

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

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

كما يوجد لديك أنابيب اختبار (مع أغطية يمكنك غسلها وتجفيفها)، ماصات مدرجة، أنبوبة مقياس طيفي، جهاز مقياس الألوان (عند الطلب)، وأي أدوات مختبر موجودة على طاولتك تعتقد أن لها فائدة.

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

املأ الأسطر الثلاثة الأولى من الجدول التالي بقيم الحجم التي تمكنك من حساب النسب المكافئة في المعقد، باستخدام قياسات طيفية. لست ملزماً بتعبئة جميع الأعمدة. احسب الكسر المولي لـ iron(III) في كل أنبوب، باستخدام المعادلة التالية:

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

Tube # رقم الأنبوبة	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volume of 0.00200 M iron(III) solution $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volume of 0.00200 M potassium thiocyanate solution $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Molar fraction in iron(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbance (at 470 nm) الامتصاص (عند 470 nm)									
Colorimeter code كود جهاز مقياس الألوان									

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

قم بتحضير الأنابيب. عندما تكون كل الأنابيب جاهزة، **ارفع** بطاقتك HELP للحصول على جهاز مقياس الألوان من مساعد المختبر.

3. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 19). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.

قم بتحضير جهاز مقياس الألوان بالطريقة المشروحة سابقاً (في صفحة 19). **اختر** الطول الموجي عند 470 nm. **استخدم** الماء المنزوع الأيونات للمحلول الضابط (blank solution).

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

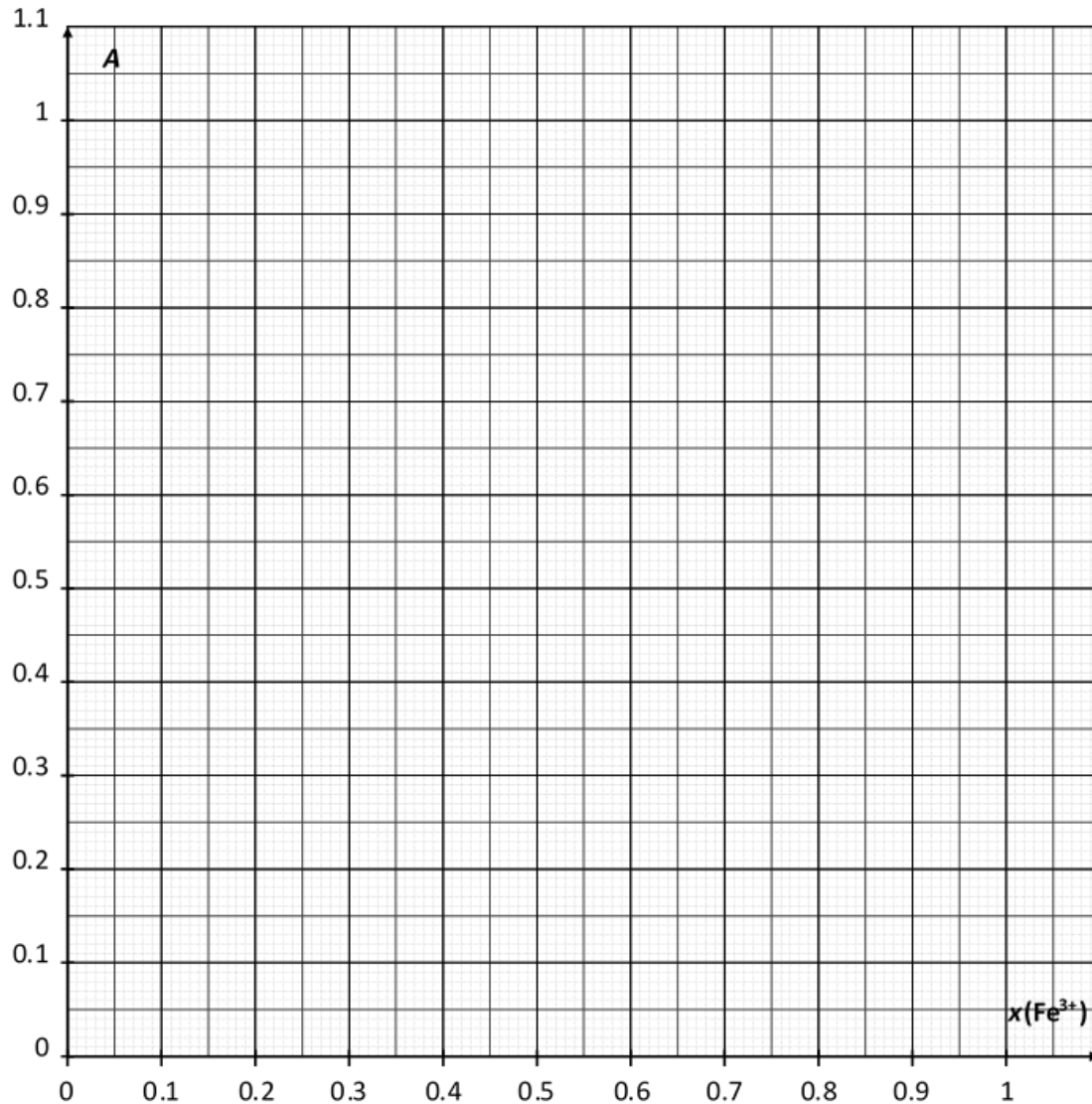
سجل الامتصاصية لكل أنبوب عند الطول الموجي المحدد. **ضع** النتائج في الجدول السابق.

Questions

الأسئلة

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

ارسم الامتصاصية A لكل الأنابيب كدالة للكسر المولي لـ $x(\text{Fe}^{3+})$ iron(III).



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

بناءً على نتائج التجارب التي أجريتها، **حدد** النسب المكافئة للمعقد $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

$a =$ _____

$b =$ _____

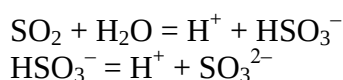
Problem P3	Question	Titration I	Titration II	Titration III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
13% of total	Points	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

Problem P3. Wine for keeping

التجربة P3. النبيذ للحفظ

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

يستخدم ثاني أكسيد الكبريت، SO_2 ، كمادة حافظة في النبيذ. عند إضافة SO_2 إلى النبيذ، يمكن أن يتفاعل مع الماء والذي يؤدي إلى تكوين أيونات ثنائي الكبريتيت، HSO_3^- ، والبروتونات، H^+ . يمكن أيضًا تحويل ثنائي الكبريتيت إلى كبريتيت، SO_3^{2-} ، بفقد البروتون الثاني.



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

يمكن أن تتفاعل هذه الأشكال الثلاثة المختلفة من ثاني أكسيد الكبريت في الماء مع المواد الكيميائية في النبيذ مثل الأسيتالديهيد، والأصبغ، والسكريات، إلخ. نواتج التكوين P. التركيز الكلي لثاني أكسيد الكبريت هو مجموع تركيز الأشكال "الحرّة" (SO_2 ، HSO_3^- و SO_3^{2-}) و P.

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

يتم ضبط تركيز المواد الحافظة لأن الكبريتيت وثنائي أكسيد الكبريت يمكن أن يكونا ضارين لبعض الأشخاص. في الاتحاد الأوروبي، تم تحديد الحد الأقصى الكلي لمحتوى ثاني أكسيد الكبريت عند 100 mg L^{-1} للنبيذ الأحمر و 150 mg L^{-1} للنبيذ الأبيض أو الوردية.

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

مهمتك هي تحديد تركيز ثاني أكسيد الكبريت الكلي من النبيذ الأبيض الذي تم تزويدك به وذلك عن طريق المعايرة الايودومترية iodometric.

Procedure

طريقة العمل

I. Standardization of the sodium thiosulfate solution

تقييس محلول ثيوكبريتات الصوديوم

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

تم تزويدك بعينة تقريبا 100 mg من يودات البوتاسيوم النقية KIO_3 . الكتلة الدقيقة مكتوبة على ملصق القارورة. **سجل هذه الكتلة** في الجدول أدناه.

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

حضر 100 mL من محلول يودات البوتاسيوم في الدورق الحجمي 100 mL، وذلك باستخدام العينة بالكامل من يودات البوتاسيوم الصلبة والماء منزوع الأيونات. هذا المحلول يسمى S.

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

في دورق الارلنماير 100 mL، **أضف**:

- 20 mL of solution S with a volumetric pipette;
20 mL من محلول S باستخدام الماصة الحجمية؛
- 5 mL of the potassium iodide solution (0.5 M), using a 5 mL graduated cylinder;
5 mL من محلول يوديد البوتاسيوم (0.5 M)، باستخدام مخبر مدرج 5 mL؛
- 10 mL of the sulfuric acid solution (2.5 M) with a 10 mL graduated cylinder.
10 mL من محلول حمض الكبريتيك (2.5 M) باستخدام مخبر مدرج 10 mL.

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

قم **بتحريك** الدورق بشكل دوري للامتزاج، وقم **بتغطيته** بورق الشمع Parafilm و**احتفظ** بها في الخزانة لمدة خمس دقائق على الأقل.

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

املأ السحاحة بمحلول الثيوكبريتيت المعطى لك باستخدام الكأس.

عاير محتوى دورق الإرلنماير مع التحريك الدوري المستمر.

عندما يصبح السائل أصفر باهت، **أضف** عشرة قطرات من محلول النشا و**استمر في المعايرة** حتى يصبح المحلول عديم اللون. **سجل** حجم المعايرة V_1 .

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

كرر المعايرة (الخطوات 3-5) حسب الحاجة.

Mass of potassium iodate (report the value on the label) (سجل القيمة المذكورة على الملصق)	
Analysis n° رقم التحليل	V_1 / mL
1	
2	
3	
Reported value V_1 / mL الحجم المقبول	

II. Standardization of the iodine solution

تقييس محلول اليود

1. With a volumetric pipette, **transfer** 25 mL of the iodine solution labeled I_2 into a 100 mL Erlenmeyer flask.

باستخدام ماصة حجمية، **انقل** 25 mL من محلول اليود المعلن بالرمز I_2 إلى دورق ارلنماير 100 mL.

2. **Titrate** the content of the Erlenmeyer flask with the sodium thiosulfate solution. When the liquid turns pale yellow, **add** ten drops of the starch solution and **keep titrating** until the solution becomes colorless. **Record** the titration volume V_2 .

عاير محتوى دورق الارلنماير بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم. عندما يصبح السائل أصفر باهت، **أضف** عشرة قطرات من محلول النشا **واستمر في المعايرة** حتى يصبح المحلول عديم اللون. **سجل** حجم المعايرة V_2 .

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

كرر التجربة (الخطوات 1-2) حسب الحاجة.

Analysis n° رقم التحليل	V_2 / mL
1	
2	
3	
Reported value V_2 / mL الحجم المقبول	

III. Determination of total sulfur dioxide

تحديد ثاني اكسيد الكبريت الكلي

1. With a volumetric pipette, **transfer** 50 mL of wine into a 250 mL Erlenmeyer flask.

باستخدام ماصة حجمية، **انقل** 50 mL من النبيذ الى دورق ارلنماير 250 mL.

2. **Add** 12 mL of the sodium hydroxide solution (1 M), with a 25 mL graduated cylinder. **Cover** the flask with Parafilm, **swirl** the content then let it stand for at least 20 minutes.

أضف 12 mL من محلول هيدروكسيد الصوديوم (1 M)، باستخدام مخبر مدرج 25 mL. **قم بتغطية** الدورق باستخدام ورق الشمع Parafilm، **حرك** محتوى الدورق بشكل دوراني ثم اتركه بدون تحريك لمدة 20 دقيقة على الأقل.

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

أضف 5 mL من محلول حمض الكبريتيك (2.5 M)، وحوالي 2 mL من محلول النشا باستخدام ماصة بلاستيكية مدرجة.

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

بعد غسل السحاحة وملئها بمحلول اليود، **عاير** محتوى دورق الارلنماير، حتى ظهور لون داكن يستمر لمدة 15 ثانية على الأقل. **سجل** حجم المعايرة V_3 .

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

كرر التجربة (الخطوات 1-4) حسب الحاجة.

Analysis n° رقم التحليل	V_3 / mL
1	
2	
3	
Reported value V_3 / mL الحجم المقبول	

Questions

1. **Write down** the balanced equations of all the reactions occurring during the standardization of the sodium thiosulfate solution.

اكتب المعادلات الموزونة لجميع التفاعلات التي تحدث أثناء تقييس محلول ثيوكبريتات الصوديوم.

2. **Calculate** the molar concentration of the sodium thiosulfate solution. The molar mass of potassium iodate is $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

احسب التركيز المولي من محلول ثيوكبريتات الصوديوم. الكتلة المولية ليودات البوتاسيوم هي $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$

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

If you could not calculate $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, the value $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ can be used in the rest of the problem.

إذا لم تستطع حساب $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ ، يمكن استخدام القيمة $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ في بقية المسألة.

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

احسب التركيز المولي لمحلول اليود.

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

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

إذا لم تتمكن من حساب $c(I_2)$ ، يمكن استخدام القيمة $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ في بقية المسألة.

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

اكتب ادناه معادلة التفاعل بين اليود I_2 وثاني أكسيد الكبريت SO_2 ، بفرض أن ثاني أكسيد الكبريت يتأكسد إلى أيونات الكبريتات SO_4^{2-} .

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

احسب التركيز الكتلي، بوحدة mg لكل liter، من ثاني أكسيد الكبريت الكلي في النبيذ. الكتلة المولية لثاني أكسيد الكبريت هي $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

PENALTIES

العقوبات

Incident # الحادثة	Student signature توقيع الطالب	Lab supervisor signature توقيع المسؤول في المختبر
1 (no penalty) رقم العقوبة		
2		
3		
4		
5		