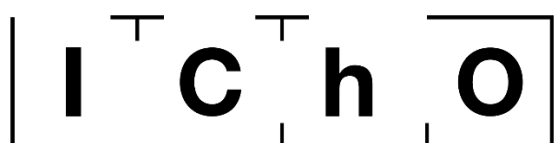


الاختبار التجريبي



**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

- This practical booklet contains 35 pages.
- يتكون دفتر الاختبار التجريبي من 35 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 البدء بالاختبار التجريبي، إقرأ المعلومات المعطاة حيث لديك 15 دقيقة فقط لقراءة دفتر الاختبار التجريبي حيث يُسمح لك القراءة في هذا الوقت حصراً، لا تكتب ولا تستعمل الآلة الحاسبة
- You may begin working as soon as the **Start** command is given. You will then have **5 hours** to complete the exam.
- لاتبدأ حتى تُعطى إشارة البدء ولديك خمس ساعات لإنهاء الاختبار
- You may work on the tasks in any order, but **starting with problem P1 is advised**.
- يمكنك البدء بأي تجربة لكن يُنصح البدء بالمسألة التجريبية الأولى
- 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.
- يجب كتابة الإجابات بشكل واضح بالقلم في المكان المخصص على ورقة الإختبار، لا يتم تقييم أو تصحيح أي كتابة في غير المكان المخصص
- If you need scratch paper, use the backside of the exam sheets. Remember that **nothing outside the designed areas will be graded**.
- إذا كنت تحتاج لأوراق مسودة عليك استعمال خلف الورقة لكن تذكر أن أي إجابة خارج المكان المخصص لا يتم تقييمها
- The official English version of the exam booklet is available upon request and serves for clarification only.
- النسخة الإنكليزية متوفرة فقط وتستعمل فقط للتوضيح
- 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 ترغب مغادرة المخبر للحمام أو للشرب أو أكل بض المأكولات ، إرفع البطاقة المناسبة الموجودة على طاولة العمل
- Shelves above the benches are not to be used during the task for the purpose of equality.
- لا تستعمل الرفوف الموجودة أمامك فوق طاولة العمل المخبري وذلك للمساواة بين الجميع
- 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 اتباع قواعد الآمان وفق قواعد IChO ، إذا تم خرق قواعد الآمان سيتم عندها إعطائك إنذار وحيد من المشرف المخبري ، أي خرق آخر فسيتم استبعادك من المخبر وإعطائك علامة الصفر
- 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.
- يمكن إعادة تزويدك بالمواد الكيميائية والزجاجيات ما لم يكون هناك منع في ذلك ولمرة واحدة وبدون أي عقوبة وفي حال التكرار تحسم لك علامة كاملة من أصل 40 علامة
- The lab supervisor will announce a 30 minutes warning before the **Stop** command.
- ستعطى إشارة تنبيه قبل 30 دقيقة من إنتهاء الإمتحان وإعطاء كلمة **STOP**
- 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 التوقف فوراً عند إعطاء إشارة **STOP** ، أي خرق بما لا يتجاوز دقيقة واحدة أو أكثر سيتم إعطائك علامة الصفر
- After the **Stop** command has been given, the lab supervisor will come to sign your answer sheet.

- بعد إعطاء إشارة النهاية، سيأتي المشرف على المخبر للتوقيع على دفتر الإجابة
 - 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 التوقيع من قبل الطالب والمشرف، ضع دفتر الإجابة ضمن المغلف وسلمه مع المنتج وصفائح الطبقة الرقيقة
- TLC

Lab rules and safety

- You must wear a lab coat and keep it buttoned up. Footwear must completely cover the foot and the heel.
- Always wear safety glasses or prescription glasses when working in the lab. Do not wear contact lenses.
- Do not eat or drink in the lab. Chewing gums are not allowed.
- Work only in the designated area. Keep your work area and the common work areas tidy.
- No unauthorized experiments are allowed. No modification of the experiments is allowed.
- Do not pipette with your mouth. Always use a pipette filler bulb.
- Clean up spills and broken glassware immediately from both the bench and the floor.
- 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.

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} ”:

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

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

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

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	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 amber glass bottle	I_2	H372
0.03 M sodium thiosulfate solution, 200 mL in plastic bottle	$Na_2S_2O_3$	Not hazardous
1 M NaOH solution, 55 mL in plastic bottle	NaOH	H290, H314
2.5 M sulfuric acid solution, 80 mL in plastic bottle	H_2SO_4	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solution, 25 mL in plastic bottle	KI	H372
Potassium iodate, <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
Zipped bag with 3 pieces of filter paper	1
Petri dish	1
TLC elution chamber, labeled “ TLC elution chamber ”	1
Zipped bag with 3 TLC plates (with fluorescence indicator), labeled with Student Code	1
TLC graduated spotters (in the Petri dish)	4
Plastic tweezers	1
Glass rod	1
Graduated cylinder, 25 mL	1
Beaker, 150 mL	2
Plastic powder funnel	1
Disposable plastic pipette	2

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

For problem P2

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

For problem P3

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

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

المسألة الأولى: الأكسدة الخضراء (الصديقة للبيئة) للنيتروبنزالدهيد

Problem P1. Greening the oxidation of nitrobenzaldehyde

في العقود الماضية، حاول الكيميائيون الاستعاضة عن المركبات المضرة في عمليات الأكسدة بغية التخفيف من مخلفات معالجة المياه المؤذية. في هذه المسألة، جرى اختيار بيروكسو أحادي الكبريتات بوصفه عامل مؤكسد، نظراً لأنه يولد أملاح كبريتات غير ضارة وغير ملوثة. وسنزودك بها هنا على شكل Oxone® علاوة على ذلك، يجري التفاعل في مزيج من الماء والإيثانول اللذين يعتبران من المذيبات الخضراء.

For the last decades, chemists have tried to replace harmful reagents in oxidation processes in order to reduce hazardous waste treatment. In this problem, potassium peroxomonosulfate has been chosen as oxidizing agent, because it only produces non-toxic and non-polluting sulfate salts. It is provided here as Oxone®. Furthermore, the reaction itself is performed in a mixture of water and ethanol, which are classified as green solvents.

مهمتك أن تجري أكسدة لـ 4-نيترو بنز الألدهيد، إعادة بلورة الناتج، ومقارنة عدة مذيبات انتزاع (جرف) لتLC وذلك بغية التحقق من نقاء الناتج باستعمال TLC. ملاحظة: يجب وضع بقايا الإيثانول والمجروفات في قارورة تحمل اسم "المخلفات العضوية".

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

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

خطوات العمل:

I. أكسدة 4-نيترو بنز الألدهيد

1. امزج 20mL من الماء مع 5mL من الإيثانول.
2. ضع قضيب التحريك المغناطيسي في دورق ذو سعة 100 مل ذات رأس مصنفر.
3. انقل كمية موزونة مسبقاً 1.51 g من 4-نيترو بنز الألدهيد إلى الدورق المعياري. أضف كامل المزيج من الإيثانول/الماء المحضر مسبقاً. ثبت الدورق بالحامل، ابدأ بالتحريك ثم أضف كمية موزونة مسبقاً من الأوكسون Oxone® قدرها 7.87g.
4. اربط مكثف التقطير المرتد من خلال تحرير المثبت الكبير وضبط الوصلات المصنفرة (انظر الشكل 1). ارفع بطاقة طلب المساعدة HELP. سوف يساعدك المساعد المخبري لكي تفتح الماء.
5. سخن المزيج التفاعلي وفق تقطير مرتد لطيف (بمعدل قطرة مرتدة كل ثانية تقريباً) لمدة 45 دقيقة. الإشارة الموجودة على سخان توافق الاستطاعة اللازمة للوصول إلى التقطير المرتد.
6. بعد ذلك، أطفئ التسخين. أبعد السخان واركز المزيج التفاعلي ليبرد لمدة 10 دقائق. ضعه بعد ذلك في صحن البلورة المعبأ بمزيج من الثلج والماء. اتركه لمدة 10 دقائق إضافية.
7. ركب الجهاز المونتاج التجريبي الخاص بالترشيح بالتخلية (انظر الشكل 2) وذلك باستعمال قمع بوخنز، ورقة ترشيح ووعاء الشفط الذي جرى تثبيته بالحامل بواسطة مشبك صغير. ارفع بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يحضر مساعد مخبري ويريك كيف توصل وعاء الشفط إلى مصدر السحب الهواء.
8. قم بترطيب ورقة الترشيح وتحقق من أنها تغطي كل الثقوب في قمع بوخنز.
9. اسكب الناتج النفطي في قمع بوخنز وطبق عليه الترشيح الفراغي. اغسل المركب الصلب غسلاً غزيراً بالماء المقطر (على الأقل 4 مرات بحوالي 20mL).
10. دع الهواء يشفط من خلال الراسب لمدة 5 دقائق لكي تجفف الناتج تجفيفاً أولياً. افصل الجهاز. استعمل ملعقة صغيرة لنقل كمية صغيرة جداً، ما قدره رأس الملعقة، من الناتج إلى قنينة زجاجية معمة مسماة C. أغلق القنينة واحتفظ بها للجزء III.
11. انقل الناتج الصلب المتبقي إلى دورق ذو حجم 50 mL.
12. تخلص من الرشاحة في قنينة "الفضلات العضوية" واغسل كلاً من وعاء الشفط وقمع الترشيح بوخنز بالإيثانول والماء. استعمل قنينة "الفضلات العضوية" للتخلص من فضلات الإيثانول.

Procedure

I. Oxidation of 4-nitrobenzaldehyde

1. **Mix** 20 mL of water and 5 mL of ethanol.
2. **Insert** the magnetic bar in the 100 mL **ground-joint** Erlenmeyer flask.
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[®].
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.
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.

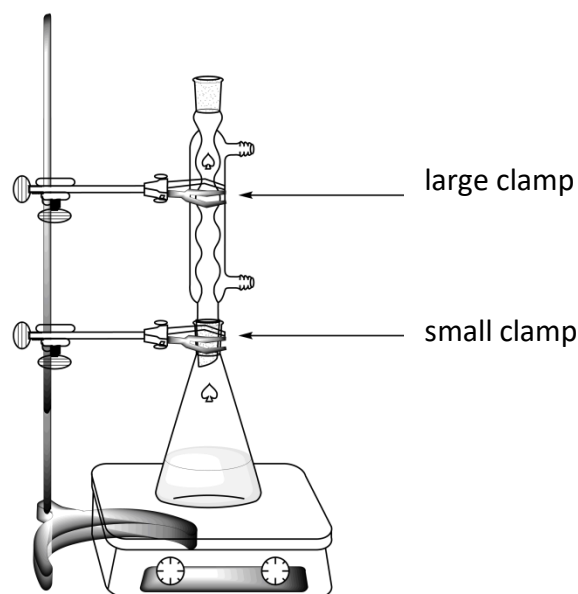


Figure 1. Setup for heating the reaction mixture under reflux
الشكل 1. التجهيز التجريبي لتسخين المزيج التفاعلي وفق التقطير المرتد.

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.

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.

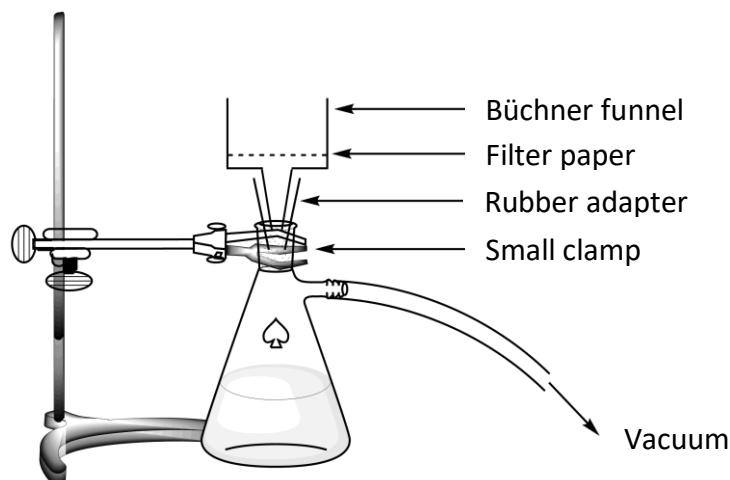


Figure 2. Setup for the vacuum filtration
الشكل 2. التجهيز التجريبي للترشيح تحت الخلاء

8. **Wet** the filter paper with water and **ensure** that it covers all the holes of the Büchner funnel.
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).
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.
11. **Transfer** all of the remaining solid into the 50 mL ground-joint Erlenmeyer flask.
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.

II. إعادة بلورة الناتج

1. **امزج** 9mL من الماء مع 21mL من الإيثانول.

2. **أنجز** إعادة بلورة الناتج الخام الموجود ضمن الدورق ذات رأس مصنفر ذات حجم 50 mL وذلك باستعمال كمية مناسبة من مزيج ماء/إيثانول السابق، وذلك بالاستعانة بالتجهيز التجريبي ذاته الذي استعمل للتقطير المرتد (انظر الشكل 1).

3. ما إن يتبلور الناتج، استعمل الخطوات ذاتها الموصوفة سابقاً (I.7 إلى I.10) لجمع الناتج الصلب. استعمل ملعقة الصغيرة لتأخذ ما مقداره رأس ملعقة من الناتج المعاد بلورته وضعها في القنينة الزجاجية العاتمة ذات السعة 1.5 mL والمسماة **R**. أغلق القنينة واحتفظ بها للجزء III.

4. انقل الناتج الصلب المنقى إلى قنينة سبق وزنها والمسماة باسم رمز الطالب. أغلق القنينة.

5. تخلص من الرشاحة في قنينة "الفضلات العضوية" وارفع بطاقة HELP الخاصة بك. سوف يأتي مساعد مخبري ليغلق ماء المكثف.

II. Recrystallization of the product

1. Mix 9 mL of water and 21 mL of ethanol.
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.
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.
4. Transfer the purified solid in the pre-weighed vial labeled with your Student Code. Close the vial.
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.

III. التحليل TLC:

1. حضّر حجرة الشفط. حجرة الجرف بما يعادل 0.5 cm تقريباً ارتفاعاً من مذيب الشفط غطّ الحجرة بطبق بتري. انتظر حتى يتشبع جو الحجرة بمذيب الجرف ضمن الحجرة.
2. حضّر عيناتك. سوف يجري تزويدك بـ 4-نيتروبنز الألدريد في قنينة زجاجية عاتمة مسماة معياري TLC (وارمز لها بـ S على ورقة الـ TLC). لديك أيضاً كميات صغيرة سبق أن احتفظت بها من الناتج الخام (القنينة C) وناتج المعاد بلورته (القنينة R) وذلك ضمن قنيتين زجاجيتين عاتمتين. أضف حوالي 1mL من الإيثانول إلى كل من القناني وذلك لاذابة العينات.
3. حضّر صفيحة TLC الخاصة بك. استعمل قلم رصاص لترسم بحرص خط البداية (عند 1cm بدءاً من أسفل الصفيحة) وحدد المواقع الخاصة بالعينات الثلاث. قم بتسميتها S (المواد الابتدائية)، C (الناتج الخام) و R (الناتج المعاد بلورته) كما هو موضح في الشكل 3. في الزاوية العلوية اليسرى من الصفيحة، اكتب رمز الطالب. على الزاوية العلوية اليمنى من الصفيحة، اكتب اسم المذيب الذي تستعمله (المذيب الشافط الأول A ثم المذيب B). ضع بقع العينات الثلاث على الصفيحة بالاستعانة بالأنابيب الشعرية الخاصة بهذا الغرض.
4. قم بالتحليل TLC. بالاستعانة بالملاقط، ضع صفيحة الـ TLC في حجرة الجرف وغطّها بطبق بتري. دع المذيب الشافط يصل إلى حوالي 1cm تحت الحافة العليا للصفيحة. بالاستعانة بالملاقط، اسحب الصفيحة وحدد حرف المذيب باستعمال قلم رصاص واترك الصفيحة تجف في الهواء.

5. أظهر الصفيحة TLC. ضع صفيحة TLC تحت مصباح الـ UV الموجود على طاولة مشتركة. وبلاستعانة بقلم رصاص ارسم دوائر حول البقع المرئية.

6. تخلص من المحاليل الجارفة في قنينة "الفضلات العضوية".

7. كرر الخطوات 1,3,4,5,6 باستعمال المذيب الجارف B.

8. ضع صفائحك في كيس قابل للغلق مع رمز الطالب.

نتائج تحليلك TLC (أتم المخططات مع نتائجك). يمكنك أن تستعمل هذه الرسومات لترسم مخططاً لصفائحك الـ TLC وهذا ما سيساعدك لتجيب على الأسئلة التالية. لن يجري تصويب المخطط.

في نهاية الامتحان، سوف يقوم المشرف على المخبر بجمع الأشياء التالية:

-قناني الزجاج مع رمز الطالب والحماية على الناتج المعادة بلورته؛

-صفائح الـ TLC بالأسماء A و B ضمن كيس قابل للإغلاق يحمل رمز الطالب.

III. TLC analysis

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

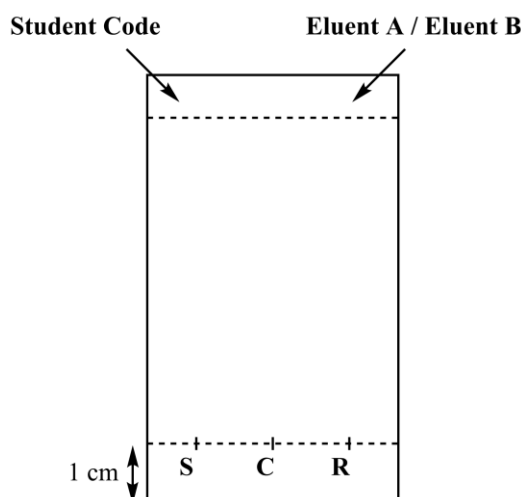


Figure 3. TLC plate preparation

4Perform 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.

- 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.
6. **Discard the eluent into the “Organic waste” bottle.**
7. **Repeat** steps 1, 3, 4, 5, and 6 with eluent B.
8. **Place** your plates in the zipped bag with your Student Code.

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.

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:

- Glass vial labeled with your **Student Code** containing your recrystallized product;
- TLC plates A and B in zipped bag labeled with your **Student Code**.

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

Questions

الأسئلة

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

1- **اقترح** بنية الناتج العضوي النهائي لتفاعل 4-نتروبنزالدهيد مع الأوكسون Oxone[®].

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

Which eluent is better to follow the reaction progress?

2- اعتماداً على نتائج تحليل TLC، **أجب** عن الأسئلة التالية
- ما هو المذيب الجارف الأفضل لتتبع سير التفاعل؟

☐ A ☐ B

- The crude product (C) contains traces of 4-nitrobenzaldehyde.
- يضم المنتج الخام (C) آثاراً من 4-نتروبنزالدهيد.

☐ True ☐ False

- The recrystallized product (R) contains traces of 4-nitrobenzaldehyde.
- يضم المنتج المعاد بلورته (R) آثاراً من 4-نتروبنزالدهيد.

☐ True ☐ False

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

المسألة الثانية: الحديد في النبيذ

Problem P2. The iron age of wine

يتواجد عنصر الحديد بشكل طبيعي في النبيذ. عندما يتجاوز تركيزه 10 إلى 15 ملغ/ل فإن أكسدة أيون الحديد الثنائي (iron(II)) إلى أيون الحديد الثلاثي (iron(III)) تؤدي إلى خسارة الجودة كم خلال تشكل راسب. لذلك من الضروري مراقبة تركيز الحديد في النبيذ أثناء مراحل التصنيع. ونظراً للتركيز الضعيف جداً لأيونات الحديد، فإنه يستخدم معقد ملون للحديد الثلاثي (iron(III)) مع مرتبطة تيوسيانات (SCN⁻) لتحديد كمية الحديد من خلال القياس بالمطيافية الضوئية.

هذه التجربة هي لتحديد تركيز الحديد الكلي من النبيذ الأبيض المعطى لكم باستعمال المطيافية الضوئية، وتحديد الستكيومتري لمعقد التيوسيانات والحديد الثلاثي.

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

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

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

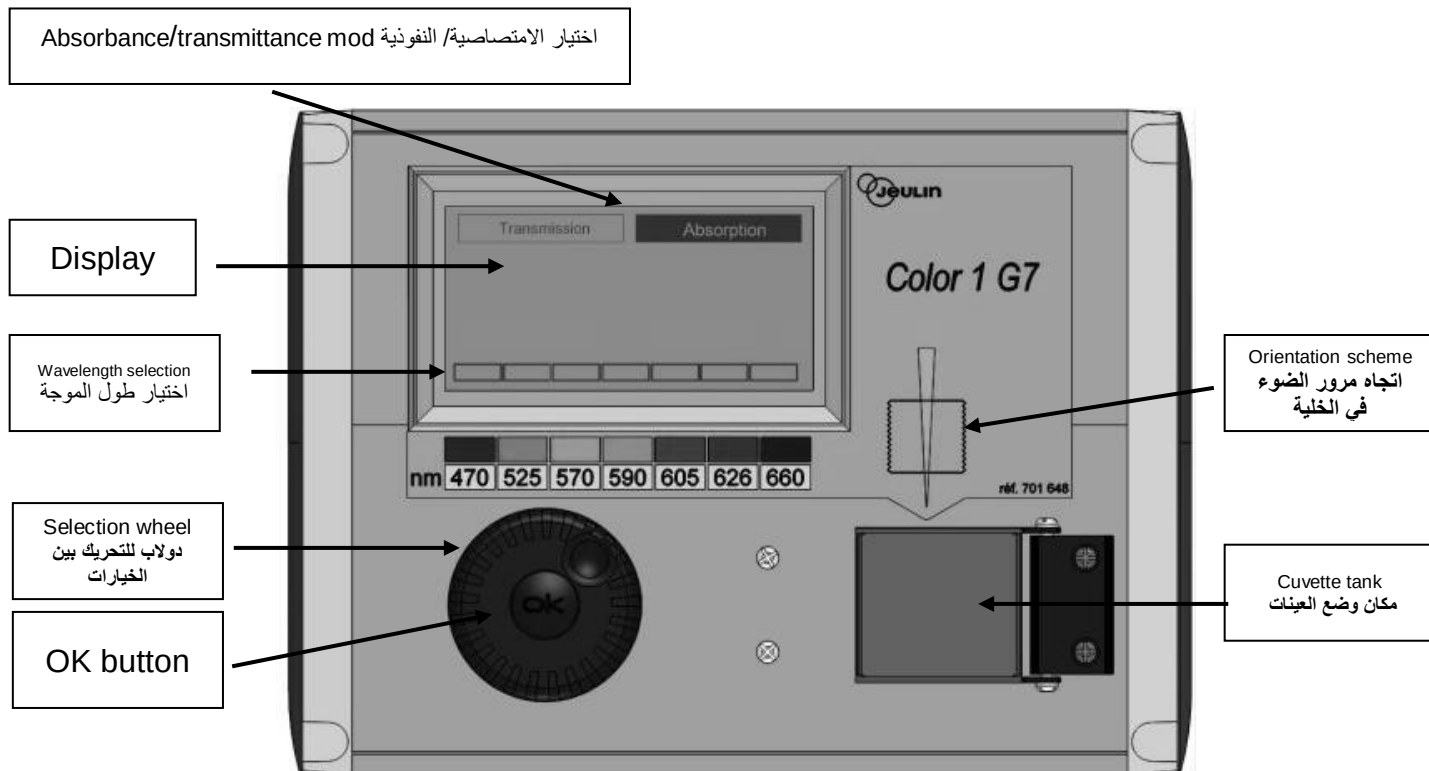
WARNING

تحذيرات :

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

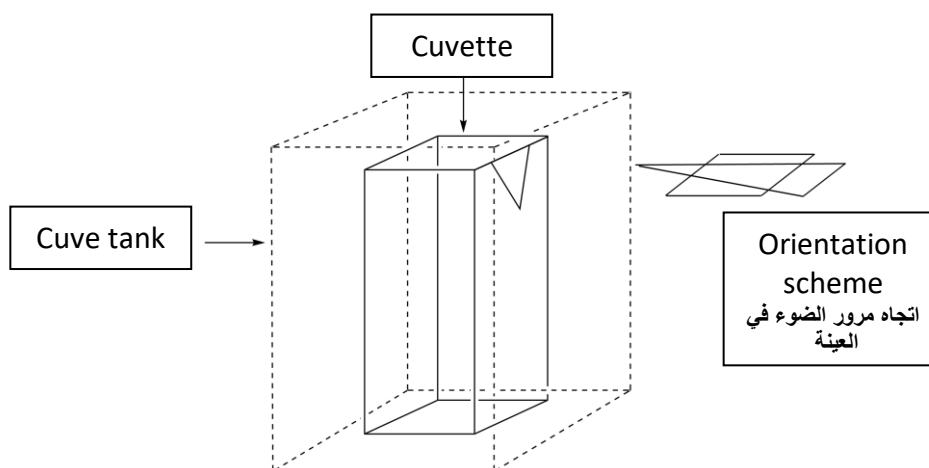
- In this task, you are provided with two iron(III) solutions and two potassium thiocyanate solutions of different concentrations. Be very careful not to confuse them.
- Once the solutions are ready for spectrophotometric measurements, record the absorbance no later than one hour after the addition of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

Instructions for the use of the colorimeter



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

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



I. Determination of the iron content in the wine

تحديد محتوى الحديد في النبيذ

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

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

Procedure

طريقة العمل:

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

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

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

2. **Stopper** the tubes and **homogenize**.

أغلق الأنابيب بالسدادة البلاستيكية وقم برجها ليتجانس المحلول

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 ثيوسيانات البوتاسيوم ذو التركيز (1 M) في الأنابيب 1، 2، 3، 4، 5 ولا تضيف للمحلول 6. أعد الأغلاق بنفس الغطاء ورج المحلول.

4. When all the tubes are ready, **raise** your HELP card to get a colorimeter from a lab assistant.
عند تقوم بتجهيز جميع الأنابيب، ارفع البطاقة (HELP) لتحصل على جهاز المطيافية الضوئية من المخبري.

5. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 16). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.

جهاز مقياس المطيافية الضوئية بالطريقة التي شرحت سابقاً (في الصفحات السابقة).

ضع الجهاز للقياس عند طول الموجة (470 nm).

استخدم الماء منزوع الأيونات ماء مقطر.

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.

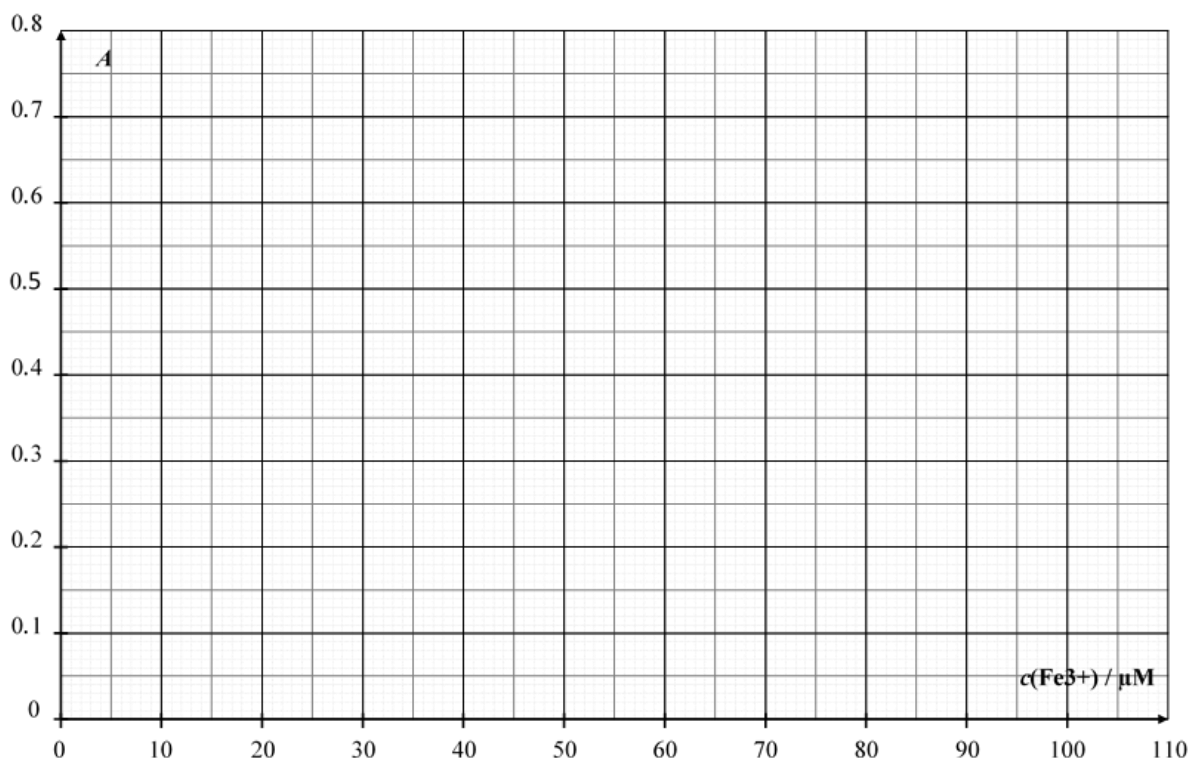
سجل قيم الامتصاصية لكل أنبوب عند طول الموجة المحدد، واملأ الجدول التالي، ارفع بطاقة (HELP) لإعادة جهاز الامتصاصية.

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

Questions

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

ارسم قيم الامتصاصية للأنابيب الممددة من 1 إلى 4 وفق تركيز الحديد الثلاثي في الأنبوب.



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

ضع إشارة صح على قيم الامتصاصية التي حصلت عليها سابقا بالقياس والتي تصلح لرسم الخط المستقيم للمعايرة

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

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 البياني السابق والقيم التي اخترتها، ارسم خط المعايرة المستقيم الذي يصل بين النقاط وحدد قيمة الحديد الثلاثي الموجود في الأنبوب 5 مقدراً بـ ($\mu\text{mol L}^{-1}$)

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

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

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

احسب التركيز الكتلي للحديد مقدراً بـ ملغ/لتر في عينة النبيذ الأبيض المدروسة

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

II. Determination of the complex stoichiometry

تحديد حسابات المركب للمعقد

في هذا الجزء سوف تستخدم محلول كبريتات الحديد الثلاثي ذو التركيز (0.00200 M) ومحلول ثيوسيانات البوتاسيوم ذو التركيز (0.00200 M)

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

Procedure: طريقة العمل

في الجزء الأول من المسألة، استخدمنا لون معقد ثيوسيانات الحديد الثلاثي لتحديد تركيز الحديد في عينة من النبيذ، أما في الجزء الثاني من هذه المسألة فيهدف إلى دراسة حسابات المركب للمعقد $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (لم تظهر تساندية الماء) حيث (a و b) أعداد صحيحة ليست أكبر من 3.

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

سيتم تزويدك بالمحاليل المائية التالية:

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

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

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

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

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

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.

املاً الصفوف الثلاث الأولى من الجدول التالي بالحجوم التي سوف تسمح لك بتحديد حسابات المركب للمعقد باستعمال قياسات المطيافية الضوئية. لا تحتاج لملأ كل الأعمدة في الجدول. احسب الكسر المولي للحديد الثلاثي في كل أنبوب، باستخدام العلاقة التالية:

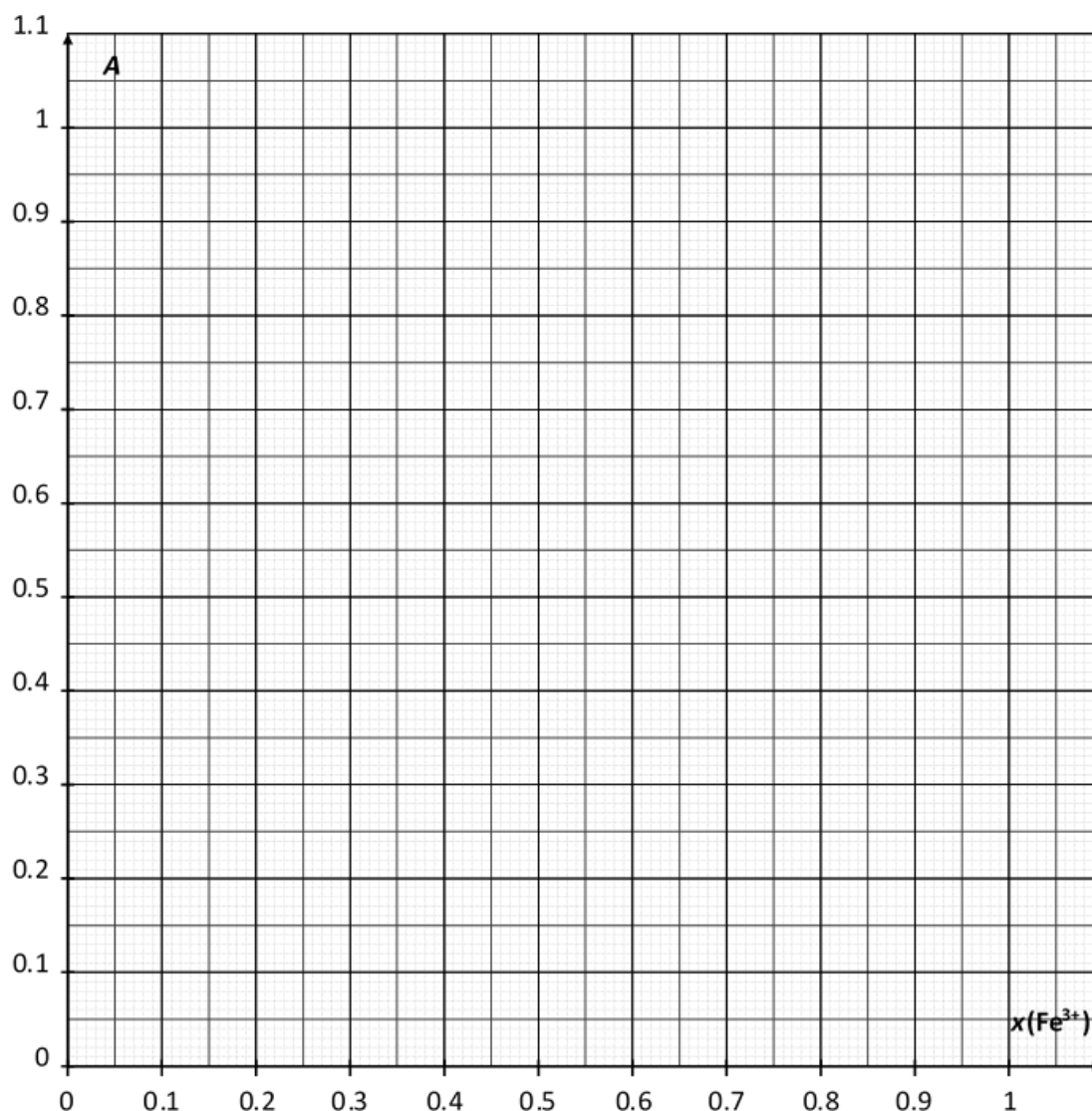
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

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

2. **Prepare** the tubes. When all the tubes are ready, **raise** your HELP card to get a colorimeter from a lab assistant.
قم بتجهيز أنابيب اختبار بالحجوم التي حددتها. ارفع البطاقة (HELP) لتحصل على جهاز المطيافية الضوئية من المخبري.
3. **Prepare** the colorimeter using the procedure described previously (see page 16). **Set** the wavelength at 470 nm. **Use** deionized water for the blank.
جهاز مقياس المطيافية الضوئية بالطريقة التي شرحت سابقاً (في الصفحة 16). **ضع** الجهاز للقياس عند طول الموجة (470 nm). **استخدم** الماء منزوع الأيونات المقطر.
4. **Record** the absorbance of each tube at this wavelength. **Report** the results in the previous table.
سجل قيم الامتصاصية لكل أنبوب عند طول الموجة المحدد، واملأ الجدول السابق.

Questions

5. **Plot** the absorbance A of the tubes as a function of the molar fraction of iron(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.
ارسم قيم الامتصاصية كتابع للكسر المولي للحديد الثلاثي
6. 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 التجربة التي قمت بها. حدد الستوكيومتري للمعقد $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$



$a =$ _____

$b =$ _____

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									

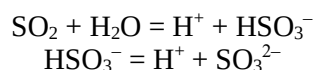
المسألة الثالثة:

Problem P3. Wine for keeping

المسألة الثالثة : 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.

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



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

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

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

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

Procedure

خطوات العمل والإجراءات

I. Standardization of the sodium thiosulfate solution

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

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

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

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

قم بتحضير 100 مل من محلول يودات البوتاسيوم في دورق حجمي سعة 100 مل استعمال كامل العينة المعطاة من يودات البوتاسيوم مع الماء المقطر منزوع الايونات deionized water، نسمي هذا المحلول S

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

أضف إلى دورق معياري حجمها 100 مل كلاً مما يلي:

- 20 mL of solution S with a volumetric pipette;
• 20 مل من المحلول S مستعملاً الماصة الحجمية
- 5 mL of the potassium iodide solution (0.5 M), using a 5 mL graduated cylinder;
• 5 مل من محلول يوديد البوتاسيوم تركيزها (0.5 M) باستعمال مخبر المدرج التي حجمه 5 مل
- 10 mL of the sulfuric acid solution (2.5 M) with a 10 mL graduated cylinder.
• 10 مل من حمض الكبريت تركيزه (2.5 M) مستعملاً مخبر مدرج حجمه 10 مل

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

حرك محتوى الدورق المعياري ، غطي هذه الدورق بالبارافيلم واتركها تحت الساحة لمدة خمس دقائق

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

إملاً السحاحة بمحلول ثيو كبريتات الصوديوم المعطى مستعملاً الكأس ، عابر محتوى الدورق الحجمي مع التحريك المستمر . عندما يتحول لون المحلول إلى أصفر شاحب، أضف عشر قطرات من محلول النشاء واستمر بالمعايرة حتى يُصبح المحلول عديم اللون ، سجل الحجم المستهلك V_1

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

كرر الخطوات من 3-5 إذا دعت الحاجة

Mass of potassium iodate (report the value on the label) كتلة يودات البوتاسيوم سجل القيمة الموجودة على الورقة اللاصقة	
Analysis n°	V ₁ / mL
1	
2	
3	
Reported value V ₁ / mL	

II. Standardization of the iodine solution

II محلول عياري من اليود

- 1- With a volumetric pipette, transfer 25 mL of the iodine solution labeled I₂ into a 100 mL Erlenmeyer flask.

باستعمال ماصة حجمية، خذ 25 مل من محلول اليود ذو العلامة I₂ وضعها في دورق حجمي سعة 100 مل

- 2- Titrate the content of the Erlenmeyer flask with the sodium thiosulfate solution. When the liquid turns pale yellow, add ten drops of the starch solution and keep titrating until the solution becomes colorless. Record the titration volume V₂.

عاير محتوى الدورق مع محلول ثيو كبريتات الصوديوم . عندما يتحول لون المحلول إلى أصفر شاحب، أضف عشر قطرات من محلول النشاء واستمر بالمعايرة حتى يُصبح المحلول عديم اللون ، سجل الحجم المستهلك V₂

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

كرر الخطوات من 1-2 إذا دعت الحاجة

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

III. Determination of total sulfur dioxide

III عين المحتوى الكلي من ثنائي أكسيد الكبريت SO₂

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

باستعمال ماصة حجمية ، خذ 50 مل من النبيذ المعطى وضعها في دورق حجمه 250 مل

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

أضف لها 12 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزها (1 M) باستعمال مخبر مدرج سعه 25 مل، غطي الدورق بورق البارافيلم ، حرك المحتوى واتركها لمدة 20 دقيقة

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

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

4- Titrate the content of the Erlenmeyer flask with the iodine solution in the burette, until a dark color appears and persists for at least 15 seconds. Record the titration volume V₃.

عابر الدورق المحتوي على النبيذ مع محلول اليود في السحاحة حتى يظهر اللون داكن والذي يبقى لحوالي 15 ثانية، سجل حجم المعايرة V₃.

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

كرر الخطوات من 1-4 إذا دعت الحاجة

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

Questions

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

أكتب المعادلات الكيميائية الموزونة الحاصلة خلال المحلول القياسي من ثيوسلفات الصوديوم

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

أحسب التركيز المولي لمحلول ثيوكبريتات الصوديوم ، الكتلة المولية لـ $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$

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

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 كنت لا تستطيع حساب تركيز $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ ، يمكنك استعمال $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ في بقية المسألة

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

أحسب 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 كنت لا تستطيع حساب تركيز $c(I_2)$ ، يمكنك استعمال $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ 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-} .

أكتب معادلات التفاعل الحاصلة بين اليود و ثنائي أكسيد الكبريت مفترضاً أن ثنائي أكسيد الكبريت قد تأكسد لأيونات 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 $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

أحسب التركيز الكتلي بوحدة ملغ/ليتر للمحتوى الكلي لثنائي أكسيد الكبريت في النبيذ، الكتلة المولية لـ $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$

$$c_m(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALTIES

<u>Incident #</u>	<u>Student signature</u>	<u>Lab supervisor signature</u>
<u>1 (no penalty)</u>		
<u>2</u>		
<u>3</u>		
<u>4</u>		
<u>5</u>		