



การแข่งขันเคมีโอลิมปิกระดับชาติ ครั้งที่ 9
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ข้อสอบภาคปฏิบัติ
วันอังคารที่ 1 เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2556
เวลา 08:30 – 13:30 น.

เลขประจำตัวสอบ.....

คำชี้แจง

ข้อสอบภาคปฏิบัติมีคะแนนรวม 40 คะแนน คิดเป็นร้อยละ 40 ของคะแนนทั้งหมด

1. ให้นักเรียนตรวจสอบเอกสารก่อนลงมือทำข้อสอบดังนี้
 - 1.1 ชุดคำถาม 1 ชุด จำนวน 9 หน้า
 - 1.2 ชุดกระดาษคำตอบ 1 ชุด จำนวน 8 หน้า
 - 1.3 เลขประจำตัวสอบในชุดกระดาษคำถามและกระดาษคำตอบ
2. ลงมือทำข้อสอบได้เมื่อกรรมการคุมสอบประกาศให้ “เริ่มสอบ” และหยุดทำข้อสอบทันทีเมื่อประกาศ “หมดเวลาสอบ” จากนั้นรวบรวมชุดคำถามและชุดคำตอบใส่ซองเอกสารตามเดิม วางไว้บนโต๊ะกรรมการคุมสอบเก็บข้อสอบ
3. ให้เขียนตอบในกระดาษคำตอบด้วยปากกาสีน้ำเงินหรือดำเท่านั้น กรณีเขียนผิดให้ขีดฆ่าและเขียนใหม่ให้ชัดเจน ห้ามลบด้วยน้ำยาลบคำผิด สามารถทำการทศหรือเขียนในชุดกระดาษคำถามได้
4. ให้คำนึงถึงเลขนัยสำคัญในการตอบคำถาม
5. สามารถขออนุญาตเข้าห้องน้ำได้โดยมีเจ้าหน้าที่ตามไปด้วย
6. ให้ใช้อุปกรณ์ทดลอง สารเคมี เครื่องเขียน เครื่องคิดเลขที่จัดเตรียมไว้ให้เท่านั้น ห้ามยืมผู้อื่นใช้เด็ดขาด
7. ต้องสวมเสื้อคลุมปฏิบัติการและแว่นตานิรภัย (หรือแว่นสายตา) ตลอดเวลาที่ทำปฏิบัติการ
8. ไม่อนุญาตให้เบิกสารหรืออุปกรณ์เพิ่มเติม หากเกิดความผิดพลาดและจำเป็นต้องเบิก ให้แจ้งกรรมการคุมสอบ และจะถูกหัก 2 คะแนนต่อการเบิก 1 อย่าง
9. การทำเครื่องแก้วแตกหักจะถูกหัก 2 คะแนนต่อ 1 ชิ้น และให้เบิกเครื่องแก้วใหม่ทันที
10. ให้ระมัดระวังการจุดตะเกียงเบนเสน เมื่อไม่ใช้งานให้ปิดวาล์วแก๊สทันที ไม่ควรละสายตาเมื่อมีการจุดตะเกียงเบนเสนแล้ว
11. หากเกิดอุบัติเหตุใด ๆ ให้แจ้งกรรมการคุมสอบทันที
12. ให้เทสารละลายที่ใช้แล้วใส่ถังของเสีย และแยกทิ้งกระดาษพิษลงในถุงขยะที่จัดเตรียมไว้ให้
13. เมื่อเสร็จสิ้นการสอบให้ทำความสะอาดโต๊ะปฏิบัติการให้เรียบร้อยโดยไม่ต้องล้างอุปกรณ์
14. ห้ามนำเอกสารใด ๆ เข้าหรือออกจากห้องสอบโดยเด็ดขาด
15. ห้ามทุจริตในการสอบโดยเด็ดขาด หากทุจริตจะหมดสิทธิ์ในการแข่งขัน และถูกให้ออกจากห้องสอบทันที เช่น นำเอกสารใด ๆ เข้าหรือออกจากห้องสอบ คอยขณะทำการสอบ บันทึกผลการทดลองโดยไม่ได้ทำการทดลองจริง เป็นต้น

อุปกรณ์

ที่	อุปกรณ์	จำนวน
1	burette, 50 mL	1 อัน
2	graduated pipette, 10 mL	1 อัน
3	transfer pipet, 25 mL	1 อัน
4	volumetric flask, 50 mL	2 ขวด
5	volumetric flask, 100 mL	1 ขวด
6	beaker, 50 mL	1 ใบ
7	beaker, 100 mL	5 ใบ
8	beaker, 400 หรือ 600 mL	1 ใบ
9	erlenmeyer flask, 250 mL	6 ขวด
10	watch glass, 50 mm	3 อัน
11	glass cylinder, 10 mL	2 อัน
12	glass funnel, 50 mm	3 อัน
13	plastic dropper	5 อัน
14	stirring rod	3 แท่ง
15	Bunsen burner + tripod + wire gauze	1 ชุด
16	เครื่องชั่ง 3 ตำแหน่ง	ใช้ร่วมกันตามที่คุณสมบัติ
17	ขวดพลาสติกบรรจุน้ำกลั่น, 1 L	2 ขวด
18	ขวดฉีดน้ำกลั่น	1 ขวด
19	หลอดทดลอง	2 หลอด
20	เทอร์โมมิเตอร์, -10 ถึง 100 °C *	1 อัน
21	ถุงมือผ้า	1 อัน
22	ชิ้นสังกะสีและชิ้นพลาสติก	อย่างละ 1 ใบ
23	ลูกยางดูดปิเปต	1 อัน
24	กระดาษทิชชู	1 ม้วน
25	แผ่นกระเบื้อง	1 แผ่น
26	burette stand + clamp	1 ชุด
27	ขวดพลาสติก, 120 mL	2 ขวด
28	ไฟแช็ค	1 อัน

ที่	อุปกรณ์	จำนวน
29	กระดิกน้ำแข็ง + แผ่นโฟม	1 ชุด
30	กระดาด label	1 ชุด
31	คีมคีบหลอดทดลอง	1 อัน
32	หลอดเซนตริฟิวจ์พลาสติก	2 หลอด
33	กระดาดกรอง	5 แผ่น
34	นาฬิกาจับเวลา	1 อัน
35	ช้อนกาแฟสำหรับตักสาร	1 อัน

*เทอร์โมมิเตอร์แบบแอลกอฮอล์มีความผิดพลาดในการอ่านอุณหภูมิ อุณหภูมิที่ถูกต้องเป็นไปตามสมการดังนี้
 อุณหภูมิที่ถูกต้อง = ค่าที่อ่านได้ + ค่าแก้ (ตัวเลขสีแดง (คิดเครื่องหมายด้วย) ที่เขียนด้วยลายมือบนฉลากที่
 ส่วนบนของอุปกรณ์

สารเคมี

1. sodium oxalate ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$), anhydrous grade, 2.0 g (บรรจุในขวดพลาสติก)
2. สารละลาย KMnO_4 เข้มข้นโดยประมาณ 0.005 M, 150 mL
3. สารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 150 mL (ความเข้มข้นที่แน่นอนจะประกาศในห้องสอบ)
4. สารละลาย 5 % w/v CaCl_2 , 20 mL
5. สารละลาย 1 % v/v HCl , 100 mL
6. สารละลาย 12.5 % v/v H_2SO_4 , 150 mL
7. สารละลาย 1.0 mol/L H_2SO_4 , 20 mL
8. สารละลาย 10 % w/v KI , 40 mL
9. methyl red indicator solution
10. urea 15 g ในขวดพลาสติกปากกว้าง จำนวน 3 ขวด
11. สารละลาย 0.01 mol/L EDTA, 20 mL
12. $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$, 0.5 g (บรรจุในถุงพลาสติก)
13. สารละลายตัวอย่างออกซาเลต, 100 mL
14. starch indicator solution

ปฏิบัติการที่ 1

การหาปริมาณออกซาเลตในสารตัวอย่าง

บทนำ

ออกซาเลตอาจพบในใบพืชใบเขียวและยอดอ่อนของพืช การรับประทานพืชผักที่มีออกซาเลตสูงจะมีความเสี่ยงต่อการเกิดโรคนิ่วในทางเดินปัสสาวะ การหาปริมาณออกซาเลตในพืชเหล่านี้โดยการไทเทรตโดยตรงกับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตจะให้ผลที่ผิดพลาดได้เนื่องจากในพืชเหล่านี้มีสารอื่นที่สามารถรีดิวซ์โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตได้ ดังนั้นในปฏิบัติการนี้จะทำการแยกออกซาเลตออกจากสารละลายตัวอย่างโดยการตกตะกอนด้วยแคลเซียมคลอไรด์ จากนั้นจึงนำตะกอนที่ได้ไปไทเทรตกับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมสารละลาย

1.1 การเตรียมน้ำเย็น (นำไปใช้ในข้อ 3.8)

เทน้ำกลั่นปริมาตรประมาณ 90 mL ใส่ในบีกเกอร์ประมาณ 100 mL แล้วนำไปแช่ในชั้นพลาสติกที่มีน้ำแข็งประมาณครึ่งขัน แช่น้ำกลั่นให้มีอุณหภูมิประมาณ 5 องศาเซลเซียส

1.2 การเตรียมขั้วน้ำร้อน (นำไปใช้ในข้อ 2.2 และ 3.11)

นำน้ำประปาในขันตักกะลี่ยประมาณครึ่งขันไปต้มบนตะเกียงเบนเสนจนเดือด ปรับเปลวไฟให้น้ำเดือดเบา ๆ

1.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมออกซาเลต ความเข้มข้นแน่นอนใกล้เคียง 0.1000 M ปริมาตร 100 mL

ชั่ง $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 mL โดยใช้เครื่องชั่งทศนิยมสามตำแหน่ง ให้ได้น้ำหนักแน่นอนในช่วง 1.3 - 1.4 กรัม (จดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน)

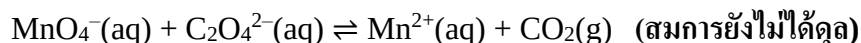
เติมน้ำกลั่นและใช้แท่งแก้วคนเพื่อช่วยในการละลาย ถ่ายสารละลายที่ได้ใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ถ่ายสารละลายที่ได้ใส่ขวดพลาสติกขนาด 120 mL สารละลายนี้มีความเข้มข้นสูงให้นำไปเจือจางก่อนใช้งาน

1.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมออกซาเลตเจือจาง 10 เท่า ปริมาตร 100 mL

นำสารละลายมาตรฐานโซเดียมออกซาเลตจากข้อ 1.3 มาเจือจางลง 10 เท่า ด้วยน้ำกลั่น

ตอนที่ 2 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4

เปอร์แมงกาเนตไอออนทำปฏิกิริยากับออกซาเลตไอออนในสารละลายกรดและสภาวะที่ร้อนดังสมการ



ทำการวิเคราะห์จำนวน 3 ชั่วโมง

- 2.1 ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียมออกซาเลตจากข้อ 1.4 ปริมาตร 25.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติม 12.5 % v/v H_2SO_4 ปริมาตร 20 mL
- 2.2 นำไปแช่ในชามน้ำร้อนเป็นเวลาประมาณ 5 นาที ระวังร้อน อาจใส่ถุงมือจับถุงมือผ้าจับภาชนะ
- 2.3 ไทเทรตสารละลายโซเดียมออกซาเลตขณะร้อน ด้วยสารละลาย KMnO_4 จากบิวเรต จนกระทั่งถึงจุดยุติ สารละลายมีสีชมพูอ่อนและไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที
- 2.4 บันทึกปริมาตรของสารละลาย KMnO_4 ที่ใช้
- 2.5 คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4

ตอนที่ 3 การหาปริมาณออกซาเลต

ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างจำนวน 3 ชั่วโมง

- 3.1 ปิเปตสารละลายออกซาเลตตัวอย่าง ปริมาตร 25.00 mL ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 mL จำนวน 3 ใบ
- 3.2 เติม 1 % v/v HCl ปริมาตร 25 mL
- 3.3 เติม 5 % w/v CaCl_2 ปริมาตร 4.0 mL แล้วเติม methyl red (ช่วงการเปลี่ยนสี pH 4.2 – 6.2) จำนวน 2 – 3 หยด
- 3.4 เติมยูเรีย 15 กรัม แล้วปิดกระบอกนาฬิกา
- 3.5 นำบีกเกอร์ทั้งสามใบไปให้ความร้อนด้วยตะเกียงบุนเซนให้เดือดเบา ๆ นาน 20 นาที (ระวังอย่าให้เดือดรุนแรงเพื่อป้องกันสารกระเด็นออกจากภาชนะ) สีของสารละลายควรเป็นสีเหลือง
- 3.6 ชกบีกเกอร์ทั้ง 3 ใบออกจากตะเกียงบุนเซน แล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที
- 3.7 กรองตะกอนขณะร้อน
- 3.8 ถลंबบีกเกอร์พร้อมล้างตะกอนด้วยน้ำเย็นครั้งละ 5 mL จำนวน 3 ครั้ง
- 3.9 นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนจากการกรองแต่ละครั้งไปใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL จำนวน 3 ใบ แล้วเติมสารละลาย 12.5 % v/v H_2SO_4 ปริมาตร 20 mL
- 3.10 ใช้แท่งแก้วคนเขี่ยกระดาษกรองให้ขาดเป็นชิ้นเล็ก ๆ เพื่อช่วยให้ตะกอนละลาย

- 3.11 นำขวดรูปชมพู่ไปแช่ในจันทันน้ำร้อนเป็นเวลา 5 นาที แล้วนำมาไทเทรตขณะร้อนด้วยสารละลายมาตรฐาน KMnO_4 เข้มข้น 0.005 M จนถึงจุดยุติ
- 3.12 บันทึกปริมาตรของสารละลาย KMnO_4 ที่ใช้
- 3.13 คำนวณหาความเข้มข้นของออกซาลेटในสารละลายตัวอย่างในรูปของ % w/v $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

คำถามท้ายปฏิบัติการที่ 1

1. หากล้างตัวตกตะกอนออกจากตะกอนแคลเซียมออกซาลेटไม่หมด จะมีผลต่อปริมาณออกซาลेटที่วิเคราะห์ได้อย่างไร
(standard reduction potential ของ $\text{Cl}_2(\text{g}) \rightleftharpoons \text{Cl}^-(\text{aq})$ มีค่าน้อยกว่าของ $\text{MnO}_4^-(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+}(\text{aq})$)
2. หากในขั้นตอนการตกตะกอนออกซาลेटมีเฟอร์รัสไอออนตกตะกอนกับออกซาลेटร่วมด้วย จะมีผลต่อปริมาณออกซาลेटที่วิเคราะห์ได้อย่างไร
3. ยูเรียในการทดลองนี้เติมลงไปเพื่อวัตถุประสงค์ใด

ปฏิบัติการที่ 2

การศึกษาการละลายของแคลเซียมไอโอเดต

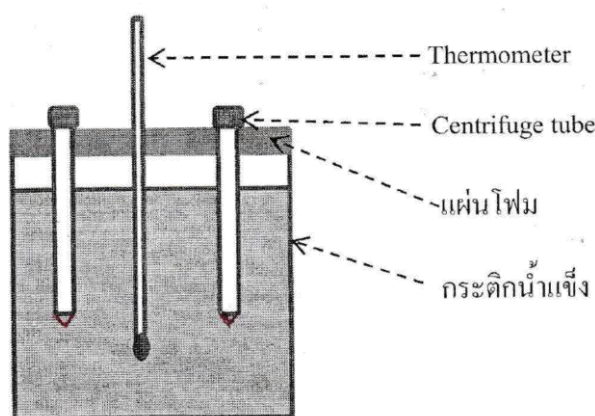
บทนำ

แคลเซียมไอออนสามารถทำปฏิกิริยากับไอโอเดตไอออน ได้ตะกอน $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2(\text{s})$ ในปฏิบัติการนี้จะหาค่าคงที่การละลายของแคลเซียมไอโอเดต และศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการละลายของแคลเซียมไอโอเดต

วิธีทดลอง

การเตรียมอ่างควบคุมอุณหภูมิและจัดอุปกรณ์ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

เติมน้ำประปาลงในกระติกน้ำแข็ง จากนั้นเติมน้ำแข็งลงไปปรับให้ได้อุณหภูมิของน้ำระหว่าง 10 – 11 องศาเซลเซียส และคอยควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดการทดลอง จัดอุปกรณ์ทดลองตามรูป 1



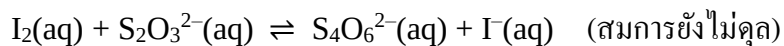
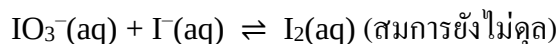
รูป 1 แสดงการจัดอุปกรณ์ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

ตอนที่ 1 การเตรียมสารละลายแคลเซียมไอโอเดต

- 1.1 ตัก $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ ปริมาณครึ่งช้อนกาแฟ ใส่ลงในหลอดเซนตริฟิวจ์พลาสติก จำนวน 2 หลอด
- 1.2 ปิเปิดน้ำกลั่น 10.00 mL ลงในหลอดเซนตริฟิวจ์หลอดที่ 1 และสารละลาย 0.010 mol/L EDTA 10.00 mL ลงในหลอดเซนตริฟิวจ์หลอดที่ 2
- 1.3 ปิดฝาหลอดเซนตริฟิวจ์ เขย่าแรง ๆ ให้ผสมกันดี แล้วแช่หลอดเซนตริฟิวจ์ทั้ง 2 หลอดในชั้นพลาสติกที่มีน้ำแข็งบรรจุอยู่เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นนำไปแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิให้อุณหภูมิคงที่ระหว่าง 10 – 11 องศาเซลเซียส (บันทึกค่าอุณหภูมิที่แน่นอน) เป็นเวลา 20 นาที
- 1.4 นำหลอดเซนตริฟิวจ์ออกมาจากอ่างควบคุมอุณหภูมิ ระวังอย่าให้ตะกอนฟุ้ง กรองตะกอนอย่างรวดเร็วลงในหลอดทดลองเปล่า แล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที
- 1.5 ปิเปิดสารละลายที่กรองได้ ปริมาตร 5.00 mL จากหลอดทดลองแต่ละหลอด ใส่ขวดปริมาตรขนาด 50 mL ใบที่ 1 และใบที่ 2 จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
- 1.6 สารละลายที่ได้นี้จะนำไปหาความเข้มข้นของไอโอเดตในการทดลองตอนที่ 2 โดยวิเคราะห์ 3 ซ้ำ

ตอนที่ 2 การหาความเข้มข้นไอโอเดตโดยการไทเทรต

ไอโอเดตทำปฏิกิริยากับไอโอไดด์ในสารละลายกรดได้ไอโอดีน ซึ่งสามารถหาปริมาณได้โดยนำไปไทเทรตกับ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ โดยปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องเป็นดังนี้



ทำการวิเคราะห์จำนวน 3 ข้อ

- 2.1 ปิเปตสารละลายจากข้อ 1.5 ปริมาตร 10.00 mL ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
- 2.2 เติม 1.0 mol/L H_2SO_4 ปริมาตร 2.0 mL ตามด้วย 10 % w/v KI ปริมาตร 5.0 mL เขย่าให้เข้ากัน
- 2.3 นำสารละลายที่ได้ไปไทเทรตกับสารละลาย 5.00×10^{-3} mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน แล้วจึงเติมน้ำแป้งประมาณ 10 หยด จากนั้นไทเทรตต่อจนถึงจุดยุติ
- 2.4 บันทึกปริมาตรของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ในการไทเทรตแต่ละครั้ง
- 2.5 คำนวณหาความเข้มข้นของไอโอเดต และค่าต่าง ๆ ตามที่ระบุในกระดาษคำตอบ

คำถามท้ายปฏิบัติการที่ 2

1. EDTA มีผลต่อการละลายของ $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ อย่างไรเมื่อเทียบกับการละลายในน้ำกลั่น จงให้เหตุผลประกอบ