



การแข่งขันเคมีโอลิมปิกระดับชาติ ครั้งที่ 19
ณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร
วันพุธที่ 24 พฤษภาคม พ.ศ. 2566
เวลา 09.00 - 14.00 น.

ข้อสอบภาคปฏิบัติ

เลขประจำตัวสอบ _____

การทดลองที่ 1

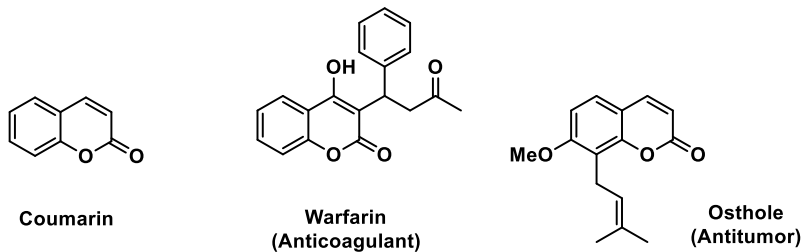
การสังเคราะห์อนุพันธ์ของคูมาริน

วัตถุประสงค์ของการทดลอง

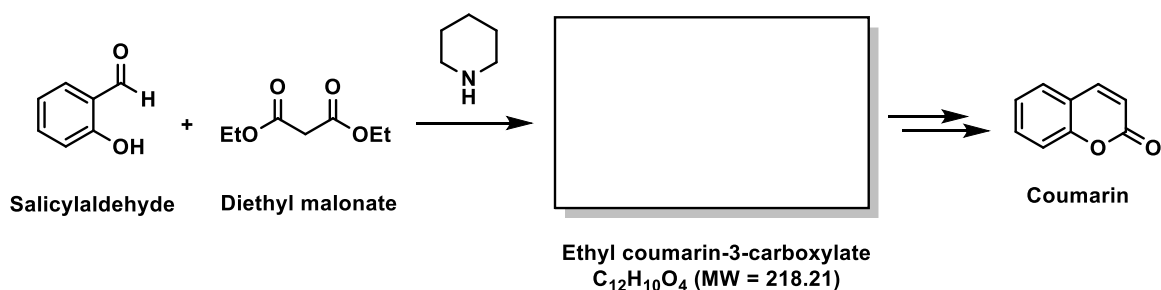
เพื่อสังเคราะห์อนุพันธ์ของคูมาริน (ethyl coumarin-3-carboxylate) และทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการตกผลึก และตรวจสอบสารที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแผ่นบาง (TLC)

บทนำ

คูมาริน (coumarin) เป็นโครงสร้างพื้นฐานที่เป็นแกนหลักซึ่งพบในสารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติที่มีฤทธิ์ทางชีวภาพที่หลากหลาย พบได้มากในถั่วงางชนิด น้ำมันหอมระเหยในกลุ่ม lavender และ vanilla และเป็นโครงสร้างหลักของวาฟาริน (warfarin) ที่ใช้เป็นยาต้านการแข็งตัวของเลือด นอกจากนี้สารอนุพันธ์ของคูมารินยังมีสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ที่น่าสนใจ เช่น ใช้เป็นสีย้อมเลเซอร์ สารฟลูออเรสเซนต์ ตัวเก็บพลังงานแสงอาทิตย์ และวัสดุเชิงแสง



คูมารินสังเคราะห์ได้หลายวิธี ในการทดลองนี้จะสังเคราะห์อนุพันธ์ของคูมาริน คือ ethyl coumarin-3-carboxylate ผ่านปฏิกิริยา Knoevenagel ที่เป็นการควบแน่นแบบแอลดอลของซาลิไซลัลดีไฮด์ (salicylaldehyde) กับไดเอทิลมาโลเนต (diethyl malonate) โดยมีเบสพิเพอริดีน (piperidine) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และไม่ใช่ตัวทำละลาย (solvent-free condition) เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยานี้ไปทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยเบส จะได้ coumarin-3-carboxylic acid และในขั้นสุดท้ายทำปฏิกิริยาดิคาร์บอกซิเลชัน (decarboxylation) เพื่อกำจัดหมู่คาร์บอกซิลออกได้ผลิตภัณฑ์เป็นคูมาริน ดังสมการ



ในการทดลองนี้จะใช้เทคนิคปฏิบัติการพื้นฐาน คือ การชั่ง ตวง วัด การทำปฏิกิริยา การกรองสุญญากาศ การทำสารให้แห้ง การตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสม และโครมาโทกราฟีแผ่นบาง

เครื่องแก้วและวัสดุอุปกรณ์

รายการ	รายการเครื่องแก้วและวัสดุอุปกรณ์	จำนวน	หน่วย	หมายเหตุ
1	ขวดแก้วทรงกระบอกขนาด 3x7 cm สำหรับทำปฏิกิริยา	1	ใบ	
2	ขวดรูปกรวย ขนาด 25 mL สำหรับตกผลึก	1	ใบ	
3	แท่งแก้วคนขนาดเล็ก	1	อัน	
4	หลอดหยดแก้ว	6	อัน	
5	หลอดฉีดยา+เข็ม ขนาด 1 mL	2	ชุด	
6	บีกเกอร์ ขนาด 250 mL สำหรับใส่น้ำร้อนและให้ความร้อน	1	ใบ	
7	เครื่องให้ความร้อน	1	เครื่อง	
8	เทอร์โมมิเตอร์ (100 องศาเซลเซียส)	1	อัน	
9	กระจกนาฬิกา และกระดาษกรองที่ระบุน้ำหนัก สำหรับกรองตะกอน	1	ชุด	บรรจุในถุงพลาสติกใส
10	กระดาษกรอง (ไม่ระบุน้ำหนัก) สำหรับกรองผลึก	1	แผ่น	บรรจุในถุงพลาสติกใส
11	ขวดไวอัลพร้อมฝาสี่เท่าที่ระบุน้ำหนัก สำหรับบรรจุผลึกส่ง	1	ใบ	
12	กรวยบุชเนอร์	1	อัน	
13	ขวดกรองสุญญากาศ+ยางรอง พร้อมสายยาง	1	ชุด	
14	หลอดหยดพลาสติกขนาด 3 mL สำหรับตวงสารละลายกรด	1	อัน	
15	TLC chamber พร้อมแผ่นกระดาษ	1	ชุด	
16	หลอดรูเล็ก (capillary tube) (ใส่ใน TLC chamber)	5	อัน	
17	ข้อันตักสารเหลืก	1	อัน	
18	ขวดแก้วขนาด 2x3.5 cm (ฝาสี่ดำ) สำหรับละลายสารทำ TLC	3	อัน	
19	แผ่น TLC ขนาด 3x5 cm	2	แผ่น	รายการที่ 19-24 บรรจุรวมกันในถุง ซิปล็อค
20	ช่องใส่สำหรับบรรจุแผ่น TLC	1	ช่อง	
21	ฟอยล์ปิดขวดที่ใช้ในการตกผลึก	1	แผ่น	
22	กระดาษลิตมัสสีน้ำเงิน	10	ชิ้น	
23	ฉลากเลขประจำตัวสอบ สำหรับใช้แนบเพื่อบันทึกภาพ	1	แผ่น	★ สำหรับ รายการที่ 24
24	ฉลากติดเครื่องแก้ว	1	แผ่น	
25	กระจกนาฬิกา (ขนาดเล็กและใหญ่) สำหรับใช้งานทั่วไป	2	อัน	★
26	จุกยางสี่สั้ม	5	อัน	★
27	แท่งแก้วคนขนาดใหญ่	1	อัน	★
28	คีมคีบ (forceps)	1	อัน	★
29	ขวดน้ำกลั้น	1	ขวด	★

รายการ	รายการเครื่องแก้วและวัสดุอุปกรณ์	จำนวน	หน่วย	หมายเหตุ
30	ขาตั้งและที่จับขวดสุญญากาศ	1	ชุด	★
31	กระดาษฟิชชู	1	ม้วน	★
32	ปิเกตอร์ ขนาด 100 mL สำหรับทิ้งของเสียสารอินทรีย์	1	ใบ	
33	ภาชนะพลาสติกสำหรับทิ้งขยะทั่วไป	1	ใบ	★
34	ภาชนะพลาสติกสำหรับทิ้งของเสีย (หมายเลข 9)	1	ใบ	★

★ อุปกรณ์ที่ใช้ร่วมกับการทดลองที่ 2

สารเคมี

รายการ	รายการสารเคมี	ปริมาณ	หน่วย	ลักษณะบรรจุ
1	Salicylaldehyde	1.0	g	ขวดไวอัล
2	Diethyl malonate	1.2	mL	ขวดไวอัล
3	Piperidine	0.4	mL	ขวดไวอัล
4	Acetone	60	mL	ขวดแก้วสีชา
5	Hexane	60	mL	ขวดแก้วสีชา
6	เฟสเคลื่อนที่สำหรับทำ TLC (สารละลายผสม ethyl acetate และ hexane อัตราส่วนโดยปริมาตร 1:2)	5	mL	ขวดไวอัล
7	สารละลาย 1 M HCl	5	mL	ขวดพลาสติก

ข้อมูลความปลอดภัยของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

รายการ	สารเคมี	MW (g/mol)	ความหนาแน่น (g/mL)	ข้อมูลความปลอดภัย
1	Salicylaldehyde	122.12	1.17	ระคายเคืองต่อผิวหนังและดวงตา 
2	Diethyl malonate	160.17	1.05	ระคายเคืองต่อดวงตา 
3	Piperidine	85.15	0.86	ทำให้ผิวหนังไหม้และทำลายดวงตา 

ลำดับ	สารเคมี	จุดเดือด	ข้อมูลความปลอดภัย
4	Acetone	56°C	อาจทำให้มึนงงและเวียนศีรษะ ระคายเคืองต่อดวงตา ผิวหนัง และระบบทางเดินหายใจ และติดไฟได้ดี  
5	Hexane	69°C	อาจทำให้มึนงงและเวียนศีรษะ ระคายเคืองต่อดวงตา ผิวหนัง และติดไฟได้ดี   
6	สารละลายผสม ethyl acetate และ hexane อัตราส่วน 1:2	-	อาจทำให้มึนงงหรือเวียนศีรษะ ทำให้เกิดการระคายเคืองต่อดวงตา และติดไฟได้ดี  
7	สารละลาย 1 M HCl	-	ทำให้ผิวหนังไหม้และทำลายดวงตา  

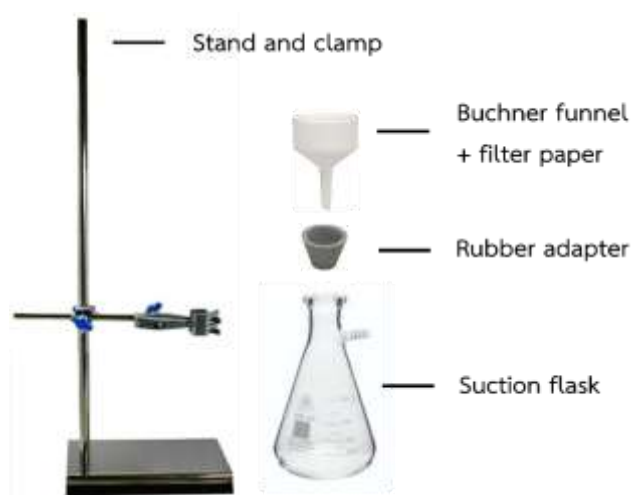
ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ Ethyl coumarin-3-carboxylate ด้วยปฏิกิริยา Knoevenagel โดยไม่ต้องทำละลาย

1. ชั่ง salicylaldehyde น้ำหนักแน่นอน ใกล้เคียง 0.60 g ใส่ลงในขวดแก้วทรงกระบอกขนาด 3x7 cm บันทึกน้ำหนักลงในกระดาษคำตอบ

บันทึกผลต่อหน้ากรรมการคุมสอบ และให้กรรมการคุมสอบลงนาม

2. เติม diethyl malonate ปริมาตรใกล้เคียง 0.82 mL ลงในขวดแก้วทรงกระบอก ในข้อ 1. ด้วยหลอดฉีดยา บันทึกปริมาตรลงในกระดาษคำตอบ
3. เติม piperidine ปริมาตรใกล้เคียง 0.20 mL ลงในขวดแก้วทรงกระบอก ในข้อ 1. ด้วยหลอดฉีดยา บันทึกปริมาตรลงในกระดาษคำตอบ
4. คนสารผสมด้วยแท่งแก้วคนขนาดเล็กเป็นระยะ ๆ ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 10 นาที จะได้สารแขวนลอยที่มีลักษณะครีมสีเหลืองขุ่น
5. เติมสารละลาย 1 M HCl ปริมาตร 2 mL คนจนของผสมเปลี่ยนเป็นสีขาวทั้งหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่น 3 mL คนต่อจนได้ตะกอนที่มีลักษณะร่วนในของเหลวใส
6. กรองตะกอนที่เกิดขึ้นด้วยวิธีกรองสุญญากาศ ดังภาพ 1.1 และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนหมดฤทธิ์กรดโดยตรวจสอบด้วยกระดาษลิตมัส เรียกตะกอนที่ได้ว่าตะกอน P

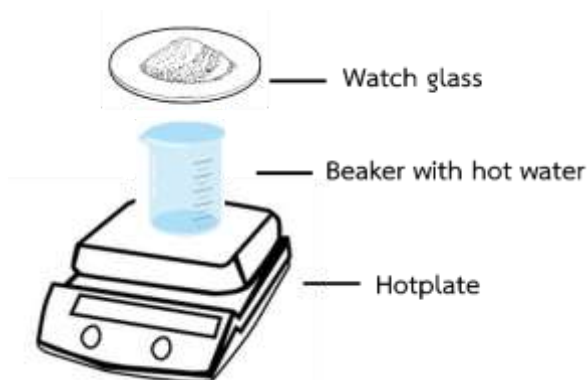
ของเสียจากการกรองในขั้นนี้ ทิ้งลงในภาชนะสำหรับทิ้งของเสีย (หมายเลข 9)



ภาพ 1.1 การกรองตะกอนด้วยวิธีกรองสุญญากาศ

7. ทำตะกอน P ให้แห้ง โดยตั้งอุปกรณ์ดังภาพ 1.2 นักเรียนสามารถแจ้งกรรมการคุมสอบเพื่อเปิดน้ำร้อนอุณหภูมิประมาณ 70°C จากส่วนกลางได้ (ปริมาณน้ำที่ปนในตะกอนอาจมีผลต่อการตกผลึกในขั้นต่อไป)

ข้อควรระวัง จุดหลอมเหลวของ ethyl coumarin-3-carboxylate อยู่ในช่วง 92-94°C



ภาพ 1.2 การทำตะกอนให้แห้งด้วยการอังบน water bath

8. ปล่อยตะกอน P ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง นำไปชั่งพร้อมกระจกนาฬิกาและฉลากเลขประจำตัวสอบ บันทึกน้ำหนักลงในกระดาษคำตอบ ระวางการสูญเสียตะกอนระหว่างนำไปชั่ง

บันทึกผลต่อหน้ากรรมการคุมสอบ กรรมการคุมสอบลงนาม และบันทึกภาพตะกอน ณ จุดถ่ายภาพ

9. แบ่งตะกอน P ไว้เล็กน้อย สำหรับทำ TLC ในตอนที่ 3
10. คำนวณผลได้ตามทฤษฎี (theoretical yield) และผลได้ร้อยละ (percent yield)

ตอนที่ 2 การตกผลึก ethyl coumarin-3-carboxylate ด้วยตัวทำละลายผสม

- นำตะกอน P จากตอนที่ 1 ไปตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง acetone และ hexane (ตะกอน P ละลายได้ดีใน acetone ละลายได้น้อยมากใน hexane การใช้ acetone มากเกินไป จะทำให้ใช้เวลาในการตกผลึกนาน) การตกผลึกในขั้นตอนนี้ใช้เวลาประมาณ 10 นาที ถึง 1 ชั่วโมง หรืออาจใช้เวลามากกว่านั้น ขึ้นกับสัดส่วนของตัวทำละลายผสมที่ใช้ เรียกผลึกที่ได้ว่า **ผลึก C**
- กรองผลึก C ด้วยวิธีการกรองสุญญากาศ ล้างผลึกด้วย hexane จนผลึกแห้ง โดยตั้งทิ้งไว้ผ่านชุดกรองสุญญากาศประมาณ 3-5 นาที (ชุดกรองสุญญากาศ ใช้ร่วมกันกับตอนที่ 1 โดยก่อนกรองผลึกให้ล้างกรวยบูชเนอร์ด้วย acetone ประมาณ 5-10 mL และรอให้แห้งก่อนกรองผลึก)

ของเสียจากการกรองในขั้นนี้ ทิ้งลงในบีกเกอร์สำหรับทิ้งของเสียสารอินทรีย์

- เก็บผลึก C ไว้เล็กน้อย สำหรับทำ TLC ในตอนที่ 3 และนำผลึก C บรรจุในขวดไวอัลฝาซีเทา นำไปชั่งพร้อมฝานบันทึกน้ำหนักลงในกระดาษคำตอบ

บันทึกผลต่อหน้ากรรมการคุมสอบ ให้กรรมการคุมสอบลงนาม และส่งผลึกให้กรรมการ

- คำนวณร้อยละการกลับคืน (percent recovery) ของการตกผลึก

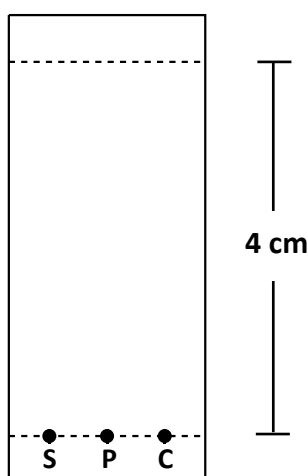
ตอนที่ 3 การตรวจสอบผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค TLC

นักเรียนจะได้รับแผ่น TLC จำนวน 2 แผ่น สามารถทำซ้ำได้ แต่ให้เลือกแผ่น TLC ที่ดีที่สุดในการส่งผล TLC ใน “แบบส่งแผ่น TLC” (เอกสารชุดที่ 4)

กำหนดวิธีการเตรียมสารละลายของ Salicylaldehyde, ตะกอน P และผลึก C ในการทำ TLC ดังนี้

สัญลักษณ์	ชนิดสาร	ปริมาณ	ตัวทำละลาย	ปริมาตรตัวทำละลาย
S	Salicylaldehyde	1 หยด	hexane	ประมาณ 3 mL
P	ตะกอน P	เล็กน้อย	acetone	ประมาณ 10-15 หยด
C	ผลึก C	เล็กน้อย	acetone	ประมาณ 10-15 หยด

1. ทำ TLC เปรียบเทียบสารตั้งต้น S, ตะกอน P, และผลึก C ดังภาพ 1.3 โดยใช้เฟสเคลื่อนที่ที่กำหนดให้



ภาพ 1.3 การทำ TLC สำหรับตรวจสอบสารผลิตภัณฑ์

2. นำแผ่น TLC ไปตรวจสอบด้วยกล้อง UV วจจุดสารที่ปรากฏ บันทึกระยะทางที่จุดสารเคลื่อนที่ บันทึกผลลงในกระดาษคำตอบ และคำนวณค่า R_f
3. นำแผ่น TLC ที่ดีที่สุดบรรจุลงในซองพลาสติกให้ชิดมุมขวาล่าง และติดลงใน “แบบส่งแผ่น TLC” (เอกสารชุดที่ 4)

แจ้งกรรมการคุมสอบ ให้บันทึกภาพและลงนาม พร้อมส่ง “แบบส่งแผ่น TLC” ให้กรรมการ

ของเสียจากการทดลองในขั้นนี้ทิ้งลงในบีกเกอร์สำหรับทิ้งของเสียสารอินทรีย์

การทดลองที่ 2

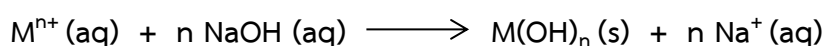
การหาสูตรเคมีของสารประกอบโลหะแทรนซิชัน

วัตถุประสงค์ของการทดลอง

เพื่อหาสูตรเคมีของสารประกอบโลหะแทรนซิชันโดยวิเคราะห์สถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะและชนิดของไอออนลบในสารประกอบของโลหะแทรนซิชัน

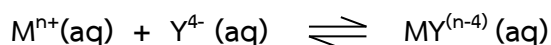
บทนำ

โลหะแทรนซิชันที่มีอิเล็กตรอนใน d orbital ไม่เต็มจำนวนโดยมีอิเล็กตรอนวงนอกสุดเป็น $(n+1)s^1 nd^x$ หรือ $(n+1)s^2 nd^x$ ถ้าเป็นไอออนจะมีสถานะออกซิเดชันได้หลากหลาย โลหะแทรนซิชันเดียวกันแต่มีสถานะออกซิเดชันต่างกัน เมื่อเกิดพันธะกับไอออนลบชนิดเดียวกันจะได้สารประกอบที่มีสูตรแตกต่างกัน การหาสถานะออกซิเดชันของโลหะแทรนซิชันในสารประกอบทำได้โดยนำสารละลายของไอออนโลหะมาทำปฏิกิริยากับสารละลาย NaOH เพื่อให้เกิดตะกอนของสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะ ดังสมการ



การติดตามค่า pH ของสารละลายผสมโดยวิธีการไทเทรตสารละลายไอออนโลหะด้วยสารละลาย NaOH แล้วสร้างกราฟของการไทเทรตเพื่อหาจุดสมมูลของปฏิกิริยา ข้อมูลปริมาตรที่จุดสมมูลจากกราฟใช้คำนวณหาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะได้

การทดลองที่ 2 แบ่งออกเป็น 2 ตอนดังนี้ ตอนที่ 1 การวิเคราะห์หาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะ และ ตอนที่ 2 การหาชนิดของไอออนลบในสารประกอบของโลหะแทรนซิชัน การทดลองเพื่อหาสถานะออกซิเดชันเริ่มจากการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างโดยไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA, H_4Y) เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนในอัตราส่วนโดยโมล 1:1 ดังสมการ



จากนั้นหาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะโดยนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน

อุปกรณ์และเครื่องแก้ว

รายการ	รายการเครื่องแก้วและวัสดุอุปกรณ์	จำนวน	หน่วย	หมายเหตุ
1	บีกเกอร์ ขนาด 50 mL	2	ใบ	
2	บีกเกอร์ ขนาด 100 mL	3	ใบ	

รายการ	รายการเครื่องแก้วและวัสดุอุปกรณ์	จำนวน	หน่วย	หมายเหตุ
3	บีกเกอร์ ขนาด 250 mL	2	ใบ	
4	ขวดกำหนดปริมาตร ขนาด 50 mL	2	ใบ	
5	ปิเปต (Volumetric pipette) ขนาด 10 mL	2	อัน	
6	บิวเรต ขนาด 50 mL	2	อัน	
7	ขวดรูปกรวย ขนาด 250 mL	6	ใบ	
8	ขวดรูปกรวย ขนาด 125 mL	2	ใบ	
9	กรวยแก้ว	2	อัน	
10	ลูกยางปลายแหลม	1	อัน	
11	ลูกยางแบบสวม	1	อัน	
12	กระบอกตวงขนาด 10 mL	1	อัน	
13	หลอดหยดพลาสติกขนาด 3 mL แบบมีสเกล	1	อัน	
14	กระดาษ pH	40	อัน	บรรจุในถุง ซิปล็อก
15	สเกลสีมาตรฐานเพื่ออ่านค่า pH	1	อัน	
16	หลอดแก้วหยดสาร	9	อัน	
17	หลอดทดลอง พร้อมตะแกรง	5	หลอด	
18	ขวดน้ำกลั่น	1	ใบ	★
19	ขาตั้งพร้อมที่จับบิวเรต	1	ชุด	★
20	แท่งแก้วคนขนาดใหญ่	1	อัน	★
21	คีมคีบ (forceps)	1	อัน	★
22	กระจกนาฬิกา (ขนาดเล็กและใหญ่) สำหรับใช้งานทั่วไป	2	อัน	★
23	กระดาษทิชชู	1	ม้วน	★
24	ฉลากติดเครื่องแก้ว	1	แผ่น	★
25	ภาชนะพลาสติกสำหรับทิ้งของเสีย (หมายเลข 9)	1	ใบ	★

★ อุปกรณ์ที่ใช้ร่วมกับการทดลองที่ 1

สารเคมี (สารละลายมาตรฐาน และสารละลาย unknown)

รายการ	รายการสารเคมีและวัสดุอุปกรณ์	ปริมาตร	หน่วย	ภาชนะ
1	สารละลายตัวอย่าง F (ใช้สำหรับตอนที่ 1)	50	mL	ขวดพลาสติก
2	MgSO ₄ ·7H ₂ O ที่ชั่งแล้ว	0.18xx	g	บีกเกอร์
3	สารละลายมาตรฐาน EDTA	100	mL	ขวดพลาสติก
4	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 10	10	mL	ขวดพลาสติก

รายการ	รายการสารเคมีและวัสดุอุปกรณ์	ปริมาตร	หน่วย	ภาชนะ
5	Eriochrome Black T	3	mL	ขวดแก้วสีชา
6	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 5.5	50	mL	ขวดพลาสติก
7	Xylenol orange	5	mL	ขวดแก้วสีชา
8	สารละลายมาตรฐาน NaOH	50	mL	ขวดพลาสติก
9	สารละลายตัวอย่าง H (ใช้สำหรับตอนที่ 2)	3	mL	ขวดพลาสติก
10	สารละลายไอออนคลอไรด์	10	หยด	หลอดทดลอง
11	สารละลายไอออนไนเตรต	10	หยด	หลอดทดลอง
12	สารละลายไอออนแอสซีเทต	10	หยด	หลอดทดลอง

ข้อมูลความปลอดภัย

รายการ	รายการ	จำนวน	หน่วย	ข้อมูลความปลอดภัย
1	สารละลายมาตรฐาน EDTA	100	mL	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง 
2	MgSO ₄ ·7H ₂ O (MW 246.48)	0.18xx	g	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง
3	สารละลายตัวอย่าง F	50	mL	
4	สารละลายตัวอย่าง H (สารตัวอย่าง F และ H เป็นสารชนิดเดียวกันแต่ความเข้มข้นต่างกัน)	3	mL	
5	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 (NH ₃ /NH ₄ Cl)	12	mL	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง 
6	Eriochrome Black T	3	mL	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง 
7	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 5.5 Acetate buffer	50	mL	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง 
8	Xylenol orange	5	mL	ควรใช้ด้วยความระมัดระวัง

รายการ	รายการ	จำนวน	หน่วย	ข้อมูลความปลอดภัย
9	สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1202 M	50	mL	ทำให้ระคายเคืองต่อผิวหนังและดวงตา 
10	สารละลาย 0.10 M AgNO ₃	2	mL	ทำให้ระคายเคืองต่อผิวหนังและดวงตา ห้ามให้เข้าตา สัมผัสผิวหนังหรือเปื้อนเสื้อผ้า 
11	สารละลาย 6.0 M HNO ₃	2	mL	มีฤทธิ์กัดกร่อน และทำให้เกิดแผลไหม้อย่างรุนแรง 
12	สารละลาย 6.0 M H ₂ SO ₄	2	mL	มีฤทธิ์กัดกร่อน และทำให้เกิดแผลไหม้อย่างรุนแรง 
13	สารละลาย 0.10 M FeSO ₄	2	mL	ทำให้ระคายเคืองต่อผิวหนังและดวงตา 
14	สารละลาย 5.0 %w/v FeCl ₃	2	mL	ทำให้ระคายเคืองต่อผิวหนังและดวงตา 
15	Conc. H ₂ SO ₄ (บรรจุในหลอดทดลองที่มีจุกยางปิด)	1	mL	มีฤทธิ์กัดกร่อน และทำให้เกิดแผลไหม้อย่างรุนแรง 

****ของเสียจากการทดลองนี้ทั้งหมด ให้ทิ้งลงในภาชนะสำหรับทิ้งของเสีย (หมายเลข 9)****

ตอนที่ 1 การหาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะในสารประกอบของโลหะแทรนซิชัน

ข้อ 1.1 การหาความเข้มข้นของไอออนโลหะโดยการไทเทรตไอออนเชิงซ้อน

1.1.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ Mg^{2+}

1. บันทึกร้าน้ำหนัก $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ลงในกระดาดคำตอป
2. เตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ Mg^{2+} โดยใช้ขวดกำหนดปริมาตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
3. คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ Mg^{2+} เป็น mol/L

1.1.2 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐาน EDTA

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ Mg^{2+} 10.00 mL ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 mL เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไป 2 mL และเติม Eriochrome Black T 3 หยด
2. ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงินที่ไม่มีสีแดงปน บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน EDTA ที่ใช้
3. ทำการทดลองตาม ข้อ 1. และ ข้อ 2. ทั้งหมด 3 ครั้ง

ยกป้าย “ไทเทรต” แจ้งกรรมการคุมสอบเพื่อตรวจสอบและลงนาม

4. คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย EDTA เป็น mol/L

1.1.3 การหาความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง F

1. เตรียมสารละลายตัวอย่าง G โดยปิเปตสารละลายตัวอย่าง F 10.00 mL ลงในขวดกำหนดปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
2. ปิเปตสารละลายตัวอย่าง G ปริมาตร 10.00 mL ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 mL เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 5.5 ลงไป 10 mL เติม xylene orange 5 หยด
3. ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วงเป็นสีเหลืองที่ไม่มีแดงปน บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน EDTA ที่ใช้
4. ทำการทดลองตาม ข้อ 2. และ ข้อ 3. ทั้งหมด 3 ครั้ง

ยกป้าย “ไทเทรต” แจ้งกรรมการคุมสอบเพื่อตรวจสอบและลงนาม

5. คำนวณหาความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง F เป็น mol/L

ข้อ 1.2 การหาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะ (M^{n+}) ด้วยการไทเทรตกับสารละลาย NaOH

1. ปิเปตสารละลายตัวอย่าง F 10.00 mL ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 mL
2. ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH โดยเติมสารละลาย NaOH ทีละน้อย วัดค่า pH ของสารละลายผสมในขวดรูปกรวย บันทึกปริมาตร และค่า pH พร้อมติดกระดาษ pH ที่อ่านค่าแล้วลงบนเอกสารชุดที่ 4 ผลการทดลองที่ 2 ตอนที่ 1 ข้อ 1.2 (แบบบันทึกผลการอ่านค่า pH) เติมสารละลาย NaOH จนปริมาตรครบ 15 mL

การวัดค่า pH ใช้คีมคีบกระดาษ pH จุ่มลงในสารผสมให้ท่วมแถบสีทั้ง 4 แถบของกระดาษ pH เป็นเวลาประมาณ 5 วินาที อ่านค่า pH ทันทีโดยเทียบสีของกระดาษ pH กับสเกลสีมาตรฐาน

รวบรวมผลที่ได้จากเอกสารชุดที่ 4 (แบบบันทึกผลการอ่านค่า pH) เพื่อนำไปเขียนลงตารางที่ 3 ในเอกสารกระดาษคำตอบ

3. สร้างกราฟของการไทเทรตลงบนกระดาษกราฟ และแสดงการหาจุดสมมูลของการไทเทรตลงบนกราฟ
4. คำนวณหาสถานะออกซิเดชันของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง F

ตอนที่ 2 การวิเคราะห์ชนิดของไอออนลบในสารประกอบของโลหะแทรนซิชัน

เกลือของสารประกอบที่ใช้ในการทดลองที่เป็นไปได้มีดังนี้

เกลือคลอไรด์ / เกลือไนเตรต / เกลือแอสซิเตต

ข้อ 2.1 การทดสอบปฏิกิริยาของสารละลายไอออนลบที่ทราบชนิด

***** ใช้สารละลายไอออนลบที่ทราบชนิดที่เตรียมไว้ในหลอดทดลองทั้งหมดในการทดสอบ *****

1. การทดสอบปฏิกิริยาของไอออนคลอไรด์

เติมสารละลาย 6 M HNO_3 จำนวน 3 หยด และเติมสารละลาย 0.1 M AgNO_3 จำนวน 3 หยด สังเกตและบันทึกผลการทดลอง

2. การทดสอบปฏิกิริยาของไอออนไนเตรต

เติมสารละลาย 6 M H_2SO_4 จำนวน 5 หยด จากนั้นเติมสารละลาย 0.1 M FeSO_4 จำนวน 10 หยด ตามด้วยการค่อย ๆ เติม conc. H_2SO_4 จำนวน 5 หยด โดยเอียงหลอดทดลองและหยดกรดให้ไหลไปตามผิวหลอดทดลองอย่างช้า ๆ สังเกตและบันทึกผลที่เกิดขึ้นระหว่างชั้นของเหลวทั้งสอง

3. การทดสอบปฏิกิริยาของไอออนแอสซิเตต

เติมสารละลาย 5.0 %w/v FeCl_3 จำนวน 3 หยด และนำไปให้ต้มในน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที สังเกตและบันทึกผลการทดลอง

ข้อ 2.2 การระบุชนิดของไอออนลบในสารละลายตัวอย่าง H

หยดสารละลายตัวอย่าง H ลงในหลอดทดลอง 3 หลอด หลอดละ 10 หยด ทำการทดลองเช่นเดียวกับ

ข้อ 2.1 เพื่อทดสอบปฏิกิริยาของไอออนลบทั้งสามชนิด สังเกตและบันทึกผลการทดลอง

เมื่อเสร็จสิ้นการทดสอบเพื่อหาชนิดของไอออนลบในสารละลายตัวอย่าง H ให้เก็บผลการทดสอบที่ได้ พร้อมกับแจ้งกรรมการเพื่อถ่ายภาพ**ทันที** โดยให้วางหลอดทดลองตรงตำแหน่งที่กำหนดไว้บนโต๊ะปฏิบัติการ

ยกป้าย “บันทึกภาพ” แจ้งกรรมการคุมสอบเพื่อบันทึกภาพผลการทดลอง

สรุปผลการทดลอง

เขียนสูตรเคมีสารประกอบของโลหะแทรนซิชัน