

實作測驗題目卷

蒙特婁 星期二 七月十五日 1997

注意！

在實驗室裡，你必須全時間戴安全眼鏡或你自己的眼鏡，並利用特別取液吸
管法裝填溶液，初次取下眼鏡或用嘴直接吸取溶液，監考官將會給你嚴重警告。
如果再次犯錯，將會扣你該實驗的總分 5 分，第三次犯錯，將認定你已經無法繼
續做實驗，及那些不能遵守實驗室安全守則將不能再參加實驗競試，整個實作將
以零分計算。

作答指導：

- 在做每個實驗前，請先看完實驗的內容與答案卷。並注意時間的分配。
-
-
- 將你的姓名及個人編號寫在答案紙上的右上角。
-
-
- 監考員說 "START" 後才可開始。
-
-
- 你有 5 小時的解答及作答時間。在監考員喊 "STOP" 後，馬上停止，並交回你的
-
- 答案卷。遲交超過 3 分鐘，將取消該題成績。
-

-
- 所有的結果均須在指定的位置作答，寫在其他的地方的資料不予計分，答案卷的
-
- 背面不要寫任何字。如需額外的紙張書寫，可向監考員索取。
-
-
- 只能用大會所提供的筆作答，可使用大會的或自己的計算機。
-
-
- 除了冷卻用水外，其餘用水一律須使用蒸餾水。
-
-
- 廢棄的藥品須倒在適當的廢液瓶中。
-
-
- 注意 "有效數字" 必須正確。否則依規定扣分。
-
-

你可由下選項直接選擇你要看的答案：

[實作問題 1](#)、[實作問題 2](#)、[實作問題 3](#)

實作問題 1

(16 分)

瓶裝水 (BOTTLED WATER) 中 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 濃度的測定

- 已知草酸鈣(calcium oxalate)的 K_{sp} 為 2.3×10^{-9} ,
-
- 草酸鎂(magnesium oxalate)的 K_{sp} 為 8.6×10^{-5} 。
-
-
- 在一保持 pH 10 的溶液中，鎂指示劑 (Calmagite indicator) 與 Mg^{2+} 結合
-
- 時呈粉紅色，在沒有鎂離子時呈藍色。而鈣離子不與鎂指示劑結合。
-
-
- 即使有鎂指示劑存在，EDTA 也會與 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 結合。EDTA 和 Mg^{2+} 和 Ca^{2+}
-
- 的錯合比例都是 1:1。
-
-
- 原子量： $M_{Ca} = 40.08 \text{ g mol}^{-1}$; $M_{Mg} = 24.31 \text{ g mol}^{-1}$

可用的化合物：

500 mL 「瓶裝水」 樣品 (其上標示有：BOTTLED WATER)

緩衝溶液 (pH 10) (其上標示有：Buffer pH 10)

鎂指示劑	(其上標示有：Calmagite)
飽和的草酸銨溶液	(在公用的滴定管中)
EDTA 水溶液	(其上標示有：EDTA)
Mg ²⁺ 的標準液 (註)	(其上標示有：Mg ²⁺ Standard)
蒸餾水	(其上標示有：DISTILLED WATER)

(註) 0.928 mg Mg²⁺/mL 溶液，0.0382 moles Mg²⁺/L

實驗步驟：

A. 鈣離子的沈澱：

利用 25.00 mL 的量液吸管 (aliquot) 吸取 25.00 mL 「瓶裝水」於一 50 mL 的錐形瓶中，並利用在你附近公用滴定管 精確量取約 0.50 mL 的飽和草酸銨溶液 (saturated ammonium oxalate solution)，小心搖晃 三角瓶內的溶液，使其均勻混合，才能保證反應完全。然後靜置 至少 45 分鐘，使沈澱完全。(其間可做其他實驗，偶而來回搖晃混合均勻)。

B. EDTA 溶液的標定(Standardization)

以蒸餾水稀釋 5.00mL 鎂離子標準溶液至最後為 100.0mL 之體積。

精確量取 5.00 mL 稀釋過的鎂離子標準溶液，於其中加入蒸餾水 40 mL 後，再加入 5.0 mL、pH 10 的緩衝溶液，及適量（一些）的鎂指示劑，以 EDTA 溶液 滴定此溶液至清澈藍色終點。

視需要，重複此步驟二至三次。

C. Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 之滴定：

精確量取 5.00 mL 的「瓶裝水」，置於 125mL 的錐形瓶中，加入蒸餾水 40 mL 後，再加入 5.0 mL、pH 10 的緩衝溶液，及適量（一些）的鎂指示劑，以 EDTA 溶液 滴定上面所配製的溶液，至一清澈的藍色終點為止。

視需要，重複此步驟二至三次。

D. Mg^{2+} 離子之滴定：

精確量取的 A 部份 所配製的不含 鈣離子的「瓶裝水」5.00 mL，置於 125mL 的錐形瓶中，加入蒸餾水 40 mL 後，再加入 5.0 mL、pH 10 的緩衝溶液，及適量（一些）的鎂指示劑，以 EDTA 溶液 滴定上面所配製的溶液，至一清澈的藍色終點為止。

視需要，重複此步驟二至三次。

計算：

計算「瓶裝水」樣品內 Mg^{2+} 的濃度(以 mgL^{-1} 表示)。

計算「瓶裝水」樣品內 Ca^{2+} 的濃度(以 mgL^{-1} 表示)。

實作問題 2

(12 分)

有機定性分析

有六種有機化合物分裝於六個瓶子中，利用你手邊可用的 化學試藥[#]，決定每個瓶子中所含的是下列八種化合物*的那一種。

有些化合物具有強烈臭味，你要隨時注意蓋緊瓶蓋，以免實驗室太臭。將廢棄物丟入標為"ORGANIC WASTE"的瓶子裡，用過的石蕊試紙也要丟入 廢棄物瓶中，並隨時將廢棄物瓶蓋蓋上。

可用的化學藥品[#]

石蕊試紙， 紅色及藍色

硝酸銻銨水溶液 (標示為 CERIC AMMONIUM NITRATE)

鉻酸—硫酸水溶液 (標示為 CHROMIC-SULFURIC ACID)

2,4-二硝基苯 (2,4-dinitrophenylhydrazine)水溶液 (標示為 2,4-DNPH)

0.2% 過錳酸鉀水溶液 (標示為 0.2% KMnO_4)

丙酮 (標示為 ACETONE)

可能的八種化合物*

2-丁酮 (2-butanone)

1-癸烯 (1-decene)

2,3-二胺基-2,3-二甲基丁烷 (2,3-diamino-2,3-dimethylbutane)

己烷 (hexane)

3-甲基-1-丁醇 (3-methyl-1-butanol)

2-甲基-2-丁醇 (2-methyl-2-butanol)

壬(九)醛 (nonanal)

丙酸 (propanoic acid)

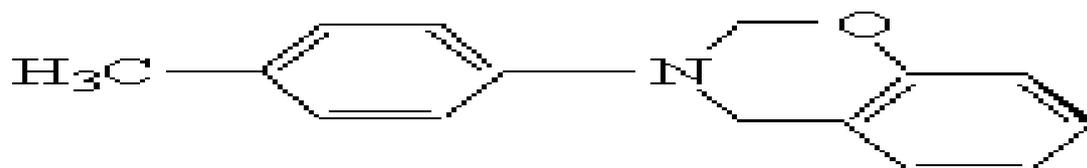
**有一些化合物為稀水溶液，但並不會干擾實驗結果。

實作問題 3

(12 分)

取代基二氫-1,3-氧代氮代苯并環己烷

(dihydro-1,3-benzoxazine, C) 的合成



問題

氧代氮代苯并環己烷(Benzoxazines)家族早就被發現是具有生物活性的化合物，其中之一為化合物 C，將由下列敘述的三個步驟合成。步驟一中所得的產物需全部用於第二步，同樣的，步驟二的產物需全部用於第三步。你的成績將決定於最終產物的產率及純度。

可用的化學藥品

裝有 2.5ML 的 1-胺基-4-甲基苯(0.22 克)的酒精溶液的 5 毫升反應樣品瓶 (標示為 i)

裝有 0.25 克的 2-氫氧基苯甲醛的樣品瓶 (標示為 ii)

裝有 0.1 克的硼氫化鈉的樣品瓶 (標示為 iii)

裝有 0.042 克的聚甲醛的樣品瓶 (標示為 iv)

裝有稀 KOH 的酒精溶液的試管,由 50 毫克的 KOH 溶於 10 毫升的酒精配成 (標示為 v)

裝有無水酒精的洗瓶 (標示為 ETHANOL)

每個實驗室均提供冰塊

原子量

$$M_{\text{H}} = 1.008 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M_{\text{C}} = 12.011 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M_{\text{N}} = 14.007 \text{ g mol}^{-1}$$

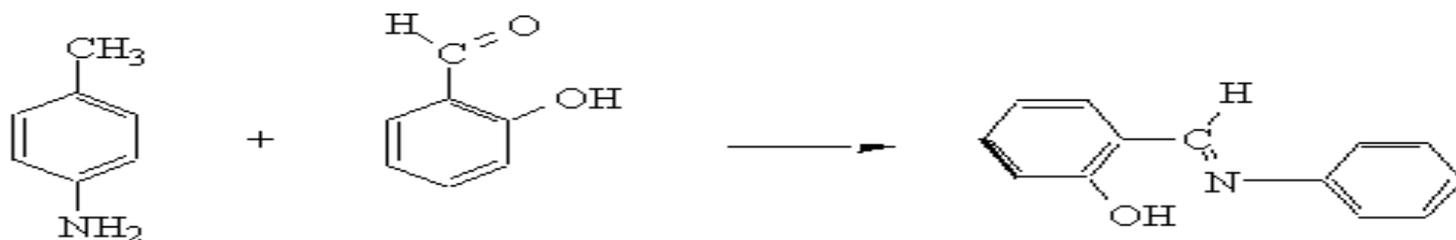
$$M_{\text{O}} = 15.999 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M_{\text{Na}} = 22.990 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M_{\text{B}} = 10.811 \text{ g mol}^{-1}$$

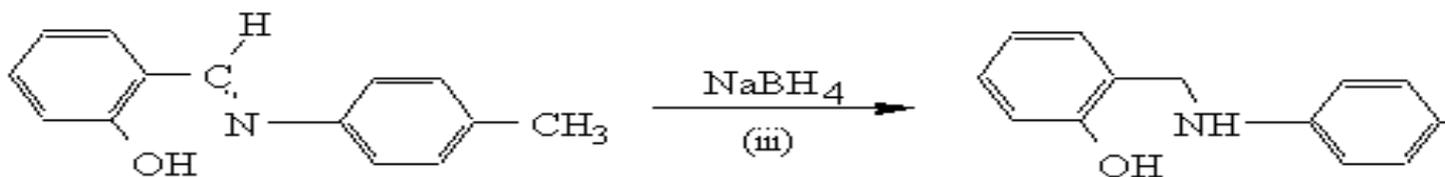
實驗步驟

步驟一



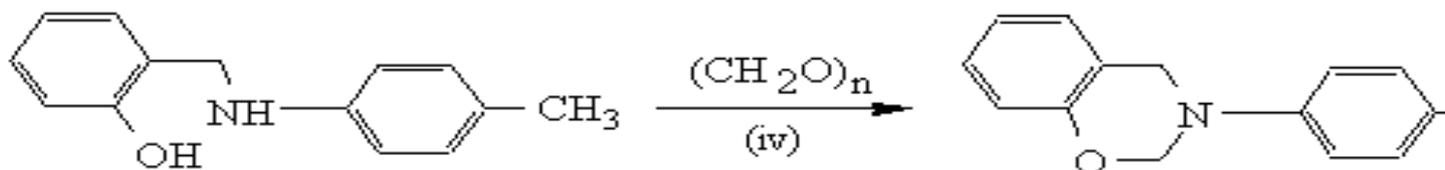
1. 在標示為 i 的 5 毫升的反應樣品瓶的溶液中放入小的磁攪拌子(magnetic stirbar) 並以電磁攪拌器開始攪拌。
2. 將標示為 ii 的樣品瓶中的 2-氫氧基苯甲醛逐滴緩慢加入正在攪拌的溶液 i 的瓶中，不久之後，會產生黃色結晶，此即為中間產物 A。
3. 利用抽氣過濾法收集黃色固體產物 A，並以冰冷的乙醇沖洗。

步驟二



1. 在一個 5 毫升的反應樣品瓶中置入約 1.5 毫升的乙醇，並將步驟一中所獲得的中間產物 A 加入此反應瓶中。
2. 將此反應瓶以冰/水冷卻。在利用取藥匙快速攪拌下，將硼氫化鈉 (iii) 在約 5 分鐘的時間以少量方式逐次加入，直至鮮黃色消失並生成白色沈澱時，反應即完全。
此反應會產生氣泡。注意實驗室所提供的硼氫化鈉比實際需要量要多。
3. 利用抽氣過濾法收集白色固體產物 B，並以冰冷的乙醇沖洗，並在空氣中乾燥約 5 分鐘。

步驟三



1. 在一個 5 毫升的反應樣品瓶中，將標示為 (iv) 的瓶中所有的聚苯甲醯溶於大約

- 2.5 毫升的氫氧化鉀乙醇溶液(v)，攪拌直至固體完全溶解。
- 將步驟二中所有的產物 B 加入此樣品瓶中，溫和加熱迴流並攪拌約 15 分鐘，反應混合物會變成澄清溶液。
 - 小心的將一部份的乙醇蒸掉，直到溶液濃縮剩餘約 1 毫升，停止加熱並冷至室溫。
此時所產生的結晶物質即為最後產物 C。
 - 利用抽氣過濾法收集產物 C，並在空氣中乾燥之。
 - 此粗產物利用乙醇做再結晶，並乾燥約 15 分鐘。。
 - 先測定此最終產物的熔點*，再測定其質量。
 - 將所有的產物放在編號並標有"PRODUCT C"的樣品瓶中，並送交評分。

注意：熔點總是一個範圍。是由晶體開始熔解到全部的晶體熔解的範圍。使用熔點測定儀前，先令其冷卻至 50°C 左右即可。監考人員在考試後 會檢查你的產物的質量及熔點。

*注意：不要等到實作的最後時間才測定你的熔點。