

# 第 41 屆國際化學奧林匹亞競賽

## 複選選拔訓練營-

### 實作測驗

考試時間：

2009 年 2 月 13 日(星期五)

13：00～17：00

考試編號：\_\_\_\_\_

姓名：\_\_\_\_\_

# 第 41 屆國際化學奧林匹亞競賽選訓營

## 實 作 競 賽 題 (一)

編號: \_\_\_\_\_

### < Naphthalen-2-yl benzoate 的合成 >

#### 實驗安全法則

- (1) 實驗進行中，請全程穿上實驗衣及戴上安全眼鏡和拋棄式手套並遵守實驗安全法則；拿取熱水時，請戴上棉質手套。違反安全法則者，立刻驅逐出場並喪失本實驗之競賽資格。
- (2) 實驗過程中請注意安全，如果不慎被酸、鹼或其他藥品噴濺到時，請立即用大量清水沖洗，並通知老師。
- (3) 實驗器材(藥品)每人一份，除非原已短缺或破損，否則不給予更換或補發，並只能使用本實驗所提供的器材。
- (4) 實驗開始前請務必先在每一張試卷上寫上你的編號。
- (5) 本實驗滿分為 100 分，佔實作總成績之 50%。

本試卷一共 9 頁(包含此頁)。

### 公用實驗器材及藥品

毛細管  
TLC 的展開液  
熱水  
碎冰塊  
紫外線燈(UV 燈)  
布氏漏斗  
10 mL 量筒 (1 個)  
試藥級丙酮  
膠台  
釘書機

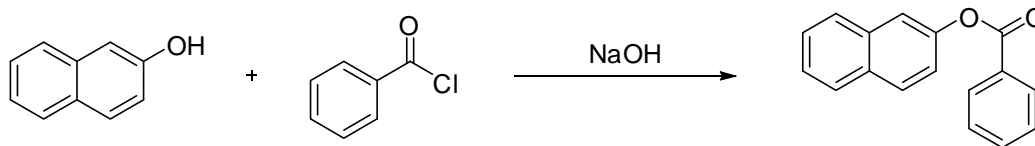
### 實驗器材 (每人一份)

計算機一只  
TLC 的展開槽 (1 個)  
薄層色層分析片 (TLC 6 片 ; 5 cm\*2 cm)  
棉質手套 (1 雙)  
濾紙 (4 張)  
玻璃漏斗 (直徑 6 公分 ; 1 個)  
塑膠滴管 (5 支)  
50 mL 量筒 (1 個)  
125 mL 錐形瓶 (1 個)  
刮勺 (2 支)  
鑷子 (1 支)  
樣品瓶 (1 個)  
拋棄式手套 (1 雙, 可隨時更換)  
活性碳口罩 (1 個, 可隨時更換)  
800 mL 燒杯 (1 個)  
有機實驗工具箱 (1 箱)  
工業級丙酮 (已裝於洗瓶中, 清洗用 ; 清洗過程中若使用完畢, 可隨時至前面補充裝滿)

### 實驗藥品 (每人一份)

2-萘酚 (2-naphthol)  
苯醌氯 (Benzoyl chloride)  
氫氧化鈉水溶液 (NaOH<sub>(aq)</sub>)  
試藥級乙醇 (俗稱酒精, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)  
活性碳

## 實驗原理



## (一) 再結晶(Recrystallization)

再結晶(Recrystallization)對化學物質尤其是固體而言是一種非常重要的純化技巧，在實驗室純化固體所用的結晶方式，首先是將固體或黏稠狀的混合物完全溶解在適當及適量的熱溶劑中，待溶液冷卻至某個溫度時，將會形成過飽和的溶液而使固體結晶出來。在此狀況下，分子會逐漸堆積在晶格上，形成高純度而排列整齊的晶體，而在形成晶體的過程中，因為雜質的溶解度較大且濃度並未到達過飽和，所以會繼續溶解在溶液中而不會形成結晶，如此便可達到純化固體的效果。最後再將所得到的結晶用過濾法(或其他方法)分離，並用冷的溶劑洗滌除去晶體表面的雜質後，乾燥後得到晶體。

## (二) 薄層色層分析法(Thin-Layer Chromatography；簡稱 TLC)

除了蒸餾、萃取和再結晶的方法外，層析法(Chromatography)也是一種高效率分離混合物的方法。層析法廣泛的定義為利用不同的化合物在靜相(stationary phase)與動相(mobile phase)之間的分佈不同來分離混合物的方法。層析的種類繁多，管柱層析法(column chromatography)和薄層層析法(Thin-Layer Chromatography)是實驗室中常用的方法。本實驗將專注於薄層色層分析法的介紹。

薄層色層分析法(Thin-Layer Chromatography；簡稱 TLC)是用鋁礬土(alumina)、矽膠(silica gel)或其他已含有膠結劑(常用的是硫酸鈣)的物質，混成稀泥後，均勻的塗抹在乾淨的玻璃片、鋁片或膠片上，待乾燥後，就形成了靜相的薄層，藉此來進行混合物的分離。將欲分離的試樣溶液，用毛細管點在層析片的一端，量越少分離的效果越好越明顯，然後放入盛有少量展開液的展開槽中，透過毛細現象，混合物中不同的化合物，因其與靜相、動相之間的吸附程度、親和力的不同，故展開劑會攜帶著不同成分，沿著薄層板緩緩上升，而將各成分分離開來。可藉由物理或化學方法呈色，由呈色的位置來計算各成分移動的距離，與展開劑移動的距離之比值，得  $R_f$  值。此數值為該化合物於此展開劑的特性，可作鑑定、分離混合物之最佳條件之用。

$$R_f = \left[ \text{化合物上升的高度} \right] / \left[ \text{展開劑前沿上升的高度} \right]$$

薄層層析在有機化學上有很多重要的用途：

- (1) 估計兩化合物是否相同； $R_f$  值不同的，必為不同的化合物，但  $R_f$  相同的，則不一定是相同的化合物。
- (2) 決定混合物至少含有幾種不同成分。
- (3) 檢視有機化學反應進行的程度。

## 實驗步驟

★本實驗之藥品及產物具有揮發性氣味及刺激性，在實驗的過程中請全程戴上

活性碳口罩及拋棄性手套★

- 1、將已精秤過的 1.3 克 (0.009mole) 之 2-萘酚 (2-naphthol) 倒入 25 mL 的圓底瓶中，並置於冰浴下。
- 2、將事先已配置好的 5% 氫氧化鈉水溶液 (5% NaOH<sub>(aq)</sub>) 加入到步驟 1 的圓底瓶中，並用玻璃棒攪拌圓底瓶的溶液或用手搖晃圓底瓶。
- 3、將已精秤過的 0.27 克之活性碳加入到步驟 2 的混合溶液中，並用玻璃棒攪拌圓底瓶的溶液或用手搖晃圓底瓶。
- 4、利用濾紙、漏斗(直徑 6 公分)及 50 mL 的圓底瓶，將步驟 3 的溶液進行重力過濾，並用少量自來水清洗反應瓶 2~3 次。
- 5、將已精確量過的 1.25 mL (0.0108mole) 之苯醯氯 (Benzoyl chloride) 滴加入到步驟 4 的圓底瓶中，並用玻璃棒攪拌圓底瓶的溶液或用手搖晃圓底瓶。
- 6、將此圓底瓶維持在室溫下，並用玻璃棒攪拌圓底瓶的溶液或用手搖晃圓底瓶，反應時間約 13 分鐘。
- 7、用毛細管從反應瓶中沾取少量步驟 6 的溶液，輕輕地點在薄層色層分析片 (TLC 片) 上標 2 的位置。(請輕輕點在所指定的位置上，如下圖)



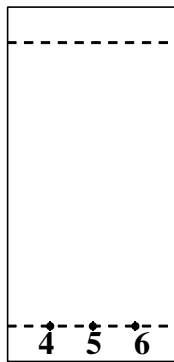
- 8、再至前面講桌，用毛細管(請至前面講桌領取)分別沾取少量的 2-萘酚的標準液輕輕地點在標 1 的位置以及少量的苯醯氯的標準液輕輕地點在標 3 的位置。(請輕輕點在所指定的位置上，如上圖)

亦即：左邊 1 為 2-萘酚 (2-naphthol) 的標準液，中間 2 為反應的溶液，右邊 3 為苯醯氯 (Benzoyl chloride) 的標準液。

- 9、取約 2 mL 的展開液 (請至前面講桌領取) 加到展開槽中，之後將步驟 8 的 TLC 片置於展開槽中，待展開液移動到 TLC 片上方已事先畫好的特定位置時用鑷子迅速將 TLC 片取出。

編號：\_\_\_\_\_

- 10、將步驟 9 的 TLC 片，置於紫外線燈(UV 燈)下，觀察是否有吸收，並用鉛筆輕輕地描繪出有 UV 吸收的位置。之後將已描繪出 UV 吸收位置的 TLC 片，貼到下方實驗紀錄(一)中所指定的位置上。(請至前面講桌拿取膠帶)
- 11、利用濾紙及布氏漏斗以抽氣過濾的方式收集沉澱物固體。並用冰水清洗 2~3 次。
- 12、利用刮勺，將固體移至另一個乾淨的 125 mL 的錐形瓶中。
- 13、將約 15~20 mL 的試藥級乙醇(酒精)(請至前面講桌領取) 倒入步驟 12 的錐形瓶中，用 800 mL 的燒杯取約 250~300 mL 的熱水，用水浴法進行再結晶。
- 14、將錐形瓶移出並置於冰浴中一段時間後，瓶中會出現再結晶後的白色固體。
- 15、利用濾紙(請先秤重)及漏斗(直徑 6 公分)以重力過濾的方式收集白色固體產物，並用天平秤重，記錄其重量。
- 16、利用刮勺，刮取少量的白色固體產物，並將其置於樣品瓶中。再用少量的試藥級丙酮溶解之。
- 17、用毛細管從步驟 16 的樣品瓶中沾取少量的溶液，輕輕地點在薄層色層分析片 (TLC 片) 上標 5 的位置。(請輕輕點在所指定的位置上，如下圖)



18、重複步驟 8~10。

亦即：左邊 4 為 2-萘酚 (2-naphthol) 的標準液，中間 5 為步驟 16 的溶液，右邊 6 為苯醌氯 (Benzoyl chloride) 的標準液。

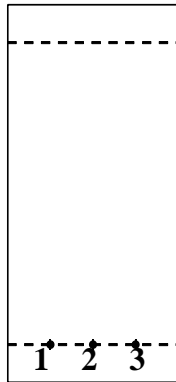
19、將已描繪出 UV 吸收位置的 TLC 片，貼到下方實驗紀錄(一)中所指定的位置上。(請至前面講桌拿取膠帶)

編號：\_\_\_\_\_

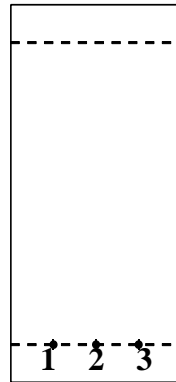
### 實驗紀錄

(一)將 TLC 片貼到下列左邊所指定的位置上，並請將左邊 TLC 片的結果描繪到右邊的位置。

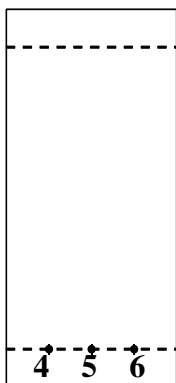
(20 分)



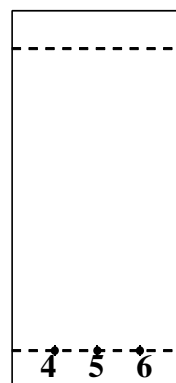
(步驟 10 的 TLC 片)



(描繪出步驟 10 的 TLC 片)



(步驟 19 的 TLC 片)



(描繪出步驟 19 的 TLC 片)

(二)請將再結晶後的產物連同濾紙，裝進原來裝藥品的大型夾鏈袋(已標有號碼)中，並請至前面講桌，使用釘書機裝訂。

(15 分)

編號：\_\_\_\_\_

(三)請計算步驟 15 的產率

濾紙的重量：\_\_\_\_\_克

濾紙加上產物的重量：\_\_\_\_\_克

產物的重量： $\frac{\text{_____克}}{\text{(濾紙加產物的重量)}} - \frac{\text{_____克}}{\text{(濾紙的重量)}} =$   
\_\_\_\_\_ 克

計算出你的產率：\_\_\_\_\_%

(請詳列計算式)

(40 分)

(假設原子量 H : 1.00 ; O : 16.00 ; C : 12.00 ; Cl : 35.5)



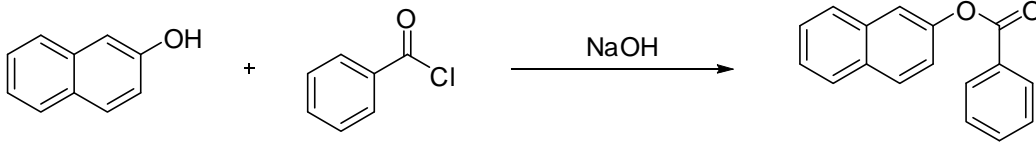
編號：\_\_\_\_\_

回答問題

1、試寫出本實驗合理的反應機構。

(5分)

反應式如下：



2、

(a)本實驗中所使用的活性碳，其作用是為何？

(5分)

(b)活性碳於日常生活中有哪些用途？試列舉出二例。

(5分)

編號：\_\_\_\_\_

3、試問帶有何種官能基團的化合物，在 UV 燈(紫外線燈)下會有吸收？試舉二例。  
(5 分)

4、極性越大的化合物，其  $R_f$  值會是越大還是越小？試解釋之。 (5 分)

# 第 41 屆國際化學奧林匹亞競賽選訓營

## 實作競賽題(二)

編號: \_\_\_\_\_

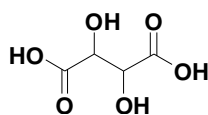
### 有機物分析

使用少量物質的分析法稱為 spot-test。此方法除經常用在陰陽離子分析上，亦可用在有機化合物上。日常生活中經常會遇到各種有機化合物，尤其是一些簡單且具有官能基的有機分子。判別各類有機分子為一重要的工作，本實驗即是利用簡單的試劑來分析有機分子，成績以分析正確度計算，佔實作總成績之 21%。本實驗應可在45分鐘內完成。

現有七種有機分子如下，均配製為水溶液：

代碼

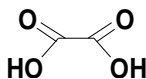
(A)



酒石酸

Tartaric acid

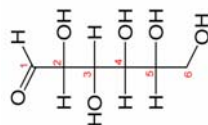
(B)



草酸

Oxalic acid

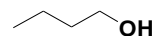
(C)



葡萄糖

Glucose

(D)

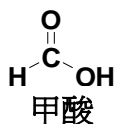


丁醇

Butanol

代碼

(E)



甲酸

Formic acid

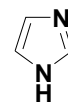
(F)



丙酮

Acetone

(G)



咪唑

Imidazole

本實驗中你有下列試劑：廣用試紙、銀鏡反應試劑、KMnO<sub>4</sub> (中性)、1 N HCl、CaCl<sub>2</sub> 溶液、及 CuSO<sub>4</sub> 溶液。請利用這些試劑來判斷你的未知物。

#### ▲▼注意事項▼▲

- 一、你的樣品量足夠分析所有的未知物，若需要更多試劑或未知物，每一樣品需扣總分五分。
- 二、銀鏡反應需在試管中進行，其餘反應均可在陶瓷盤上進行。各反應只需使用數滴樣品。
- 三、實驗結束時，請將銀鏡反應試劑和在試管中的反應溶液，先倒入 1000 mL 燒杯中。

實驗結果：

未知物 (編號): \_\_\_\_\_

有機物 (代碼): \_\_\_\_\_

實驗記錄：(本記錄不計分，僅方便你記錄實驗結果)

未知物 (編號)						

未知物 (編號)						

# 第 41 屆國際化學奧林匹亞競賽選訓營

## 實 作 競 賽 題 (三)

編號: \_\_\_\_\_

### 氯離子含量測定

滴定除了做為酸鹼測量、氧化還原外，也常用來測量微溶物之定量測定。本實驗即為利用氯化銀之低溶解度，測量未知物之氯離子含量。成績以實驗準確度為主，佔實作總成績之 29%。

氯化銀為微溶物質其溶解式為



本實驗將氯離子含量視為限量待測，因此達滴定終點時可看成銀離子過量，若有可和銀離子在較高濃度才會沉澱之離子，同時有顏色之變化以利觀察，即可當成指示劑。在銀離子沉澱反應中最常用的是鉻酸根離子：



利用所附藥品及器材，測量未知濃度之氯離子溶液。每次滴定时，指示劑需加約 2 mL。

#### ▲▼注意事項▼▲

滴定完後，不要的溶液可先倒入 800 mL 燒杯中，實驗全部結束後，請將之倒入重金屬廢液桶。

## 實驗開始前，先檢查藥品及器材是否齊全

藥品	器材
0.05 M AgNO <sub>3(aq)</sub> 1 瓶  未知濃度 NaCl <sub>(aq)</sub> 1 瓶  0.26 M K <sub>2</sub> CrO <sub>4(aq)</sub> 1 瓶	計算機一只  量筒： 50 mL                    1 個 10 mL                   1 個  錐形瓶： 125 mL                   5 個  燒杯： 800 mL                   1 個 100 mL                   3 個
公用藥品與器材	
蒸餾水  衛生紙  清潔劑	定量瓶： 100 mL                   1 個 25 mL                    1 個 10 mL                    1 個  50 mL 滴定管 2支及架  漏斗                    1 個 滴管                    5 支 玻棒                    1 支 安全眼鏡               1 副 手套                    1 雙 抹布                    1 條

# 答案紙 (I)

編號: \_\_\_\_\_

## 一、滴定氯化鈉溶液

第一次滴定： 取用氯化鈉溶液\_\_\_\_\_ mL；使用濃度\_\_\_\_\_ 硝酸銀溶液 \_\_\_\_\_ mL。

第二次滴定： 取用氯化鈉溶液\_\_\_\_\_ mL；使用濃度\_\_\_\_\_ 硝酸銀溶液 \_\_\_\_\_ mL。

第三次滴定： 取用氯化鈉溶液\_\_\_\_\_ mL；使用濃度\_\_\_\_\_ 硝酸銀溶液 \_\_\_\_\_ mL。

第四次滴定： 取用氯化鈉溶液\_\_\_\_\_ mL；使用濃度\_\_\_\_\_ 硝酸銀溶液 \_\_\_\_\_ mL。

第五次滴定： 取用氯化鈉溶液\_\_\_\_\_ mL；使用濃度\_\_\_\_\_ 硝酸銀溶液 \_\_\_\_\_ mL。

⋮  
⋮  
⋮

## 二、計算

1. 根據你的實驗數據，算出氯化鈉溶液之濃度，以莫耳濃度表示。需有計算式。