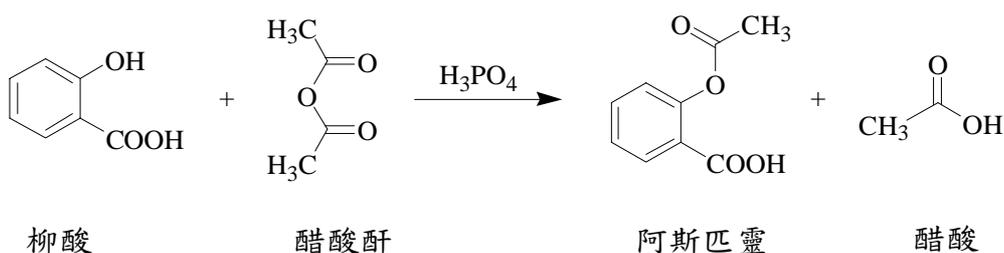


2004 年第一屆全國高級中學化學科能力競賽

實驗決賽

※實驗 2、3、6 所需之阿斯匹靈請自行合成，不另提供。

1. 請合成阿斯匹靈，並用乙醇再結晶純化你所合成的阿斯匹靈。於下午一點前將 0.5 克純化後的阿斯匹靈放置於樣品瓶中交給助教，並由助教協助測定熔點。



2. 用氫氧化鈉溶液（註）滴定室溫之阿斯匹靈水溶液，求室溫時之滴定曲線圖並求出阿斯匹靈的游離常數 K_a 。

註：將提供氫氧化鈉溶液(約 10 M)、KHP(固體)、鹽酸溶液(約 12 M)，請自行配置所需濃度之溶液，並測定其濃度。

3. 測定 25°C、35°C、45°C 及 55°C 時，阿斯匹靈在水溶液中之溶解度，求 25 時之分子莫耳溶解熱。(將提供 4 台共用之恒溫槽、熱水及冰水。)
4. 測定阿斯匹靈與澱粉的混合物中阿斯匹靈的重量百分比。
5. 請分離含有萘 (naphthalene, $C_{10}H_8$)、對硝基苯胺 (4-nitroaniline, $p\text{-NO}_2(C_6H_4)NH_2$) 及阿斯匹靈的混合溶液 (溶劑為乙酸乙酯)，並求出各成分之重量百分比。將分離出之三個化合物分開放置於三個樣品瓶中，連同答案卷交給助教。所需藥品：NaOH(約 6 M, 3 M)、HCl(約 3 M, 12 M)。如需其他濃度請自行製備。
6. 用自行合成的阿斯匹靈(溶於乙醇)與 0.5g 銅化合物(溶於水，水不宜過多。)合成 copper(II) aspirinate。請於下午三點前將合成之全部 copper(II) aspirinate 放置於樣品瓶中交給助教。
7. 測定 copper(II) aspirinate 與澱粉混合物中 copper(II) aspirinate 的重量百分比。

Hint 1：合成阿斯匹靈步驟：

- ① 加柳酸於錐形瓶中，並以量筒量取醋酸酐，置入錐形瓶內，再加入 85% H_3PO_4 (醋酸酐與磷酸具腐蝕性，實驗時請小心，萬一手或衣服觸及，立刻以肥皂水清洗)。
- ② 溫度控制在 75°C 上下，保持此溫度一段時間後，謹慎加入蒸餾水以分解過量的醋酸酐。
- ③ 將錐形瓶置入冰水浴中(ice bath)，以加速結晶及增加產量。

Hint 2：當氫氧化鈉溶液逐步加入阿斯匹靈水溶液時，pH 值逐漸升高，以所加入的氫氧化鈉溶液體積為橫座標，pH 值為縱座標所繪製的圖，稱為滴定曲線圖。

Hint 3：①配製過飽和的阿斯匹靈水溶液。

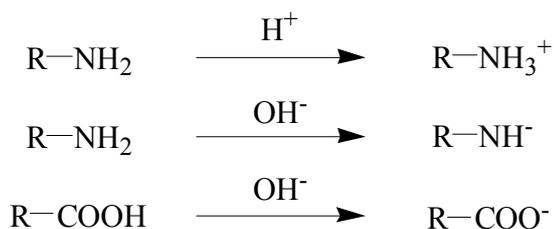
②不同溫度下溶解，須恒溫 1~2 小時。

③阿斯匹靈在鹼性下，才完全溶解；而且溫度及滴定技巧對結果影響很大。

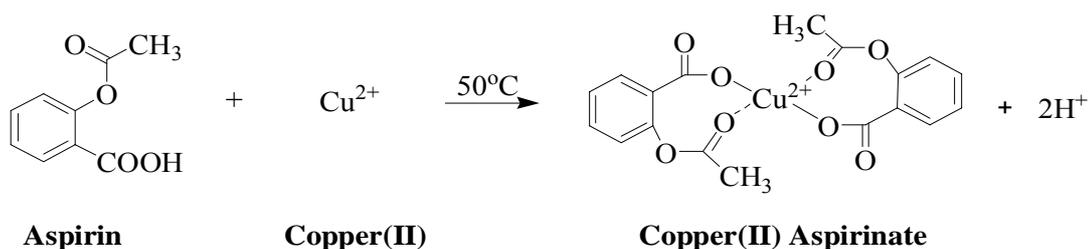
④Van't Hoff 方程式： $\log Kc = \frac{-\Delta H}{2.303R} \times \frac{1}{T} + C$

式中，R 為氣體常數 ($R=8.314 \text{ J/mol}\cdot\text{k}$)， Kc 為溶解度， ΔH 為分子莫爾溶解熱，T 為絕對溫度。

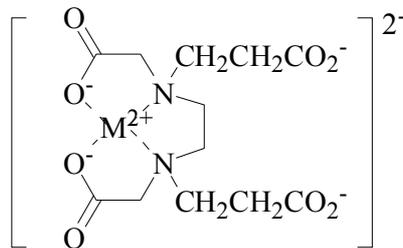
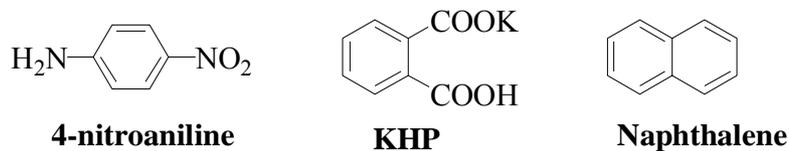
Hint 4：



Hint 5：



Hint 6 :



配位數 4 之 M^{n+} 與 EDTA(FW=372.24) 配位

Hint 7 :

酸鹼指示劑變色範圍

指示劑		顏色變化
中文	英文	
甲基橙	Methyl orange	pH<3.1 紅 pH>4.4 黃
甲基紅	Methyl red	pH<4.2 紅 pH>6.3 黃
酚酞	Phenolphthalein	pH<8.3 無 pH>10.0 紅

金屬指示劑變色範圍

指示劑		顏色變化
中文	英文	
PAN	Pyridylazonaphthol	pH=4~5 紅—黃

hint 8: pH meter 的使用步驟:

1. 使用前, 需用去離子水清洗電極再插入要測的樣品中
2. 最後關機前也使用需用去離子水清洗電極
3. 再將電極插回原蓋子中保存
4. 關掉 power

ps: 裝電極的蓋中溶液請勿倒掉, 若已倒掉則請跟監考老師領取

實驗藥品目錄

藥品名稱	每組 用量	容器	備註	check
copper(II) aspirinate 與澱粉的混合物	3g	20mL 樣本瓶	題目 2	
阿司匹靈與澱粉的混合物	1.2 g	20mL 樣本瓶	題目 3	
萘、對硝基苯胺 ($p\text{-NO}_2(\text{C}_6\text{H}_4)\text{NH}_2$) 及阿司匹靈 的混合溶液	40 mL	100mL 血清瓶	題目 4 混合溶液為 EA 溶液(乙酸乙 酯)	
HCl	70 mL	100mL 血清瓶		
H ₃ PO ₄	10 mL	20mL 樣本瓶		
NaOH (約 6M)	75 mL	PE 瓶		
NaOH (約 10M)	50 mL	PE 瓶		
醋酸酐	30 mL	100mL 血清瓶		
EA(乙酸乙酯)	30 mL	100mL 血清瓶		
乙醇	250 mL	500mL 玻璃瓶		
酚酞	5mL	試管	於試管架上	
甲基紅	5mL	試管	於試管架上	
甲基橙	5mL	試管	於試管架上	
PAN	5mL	試管	於試管架上	
硫酸銅	3 g	20mL 樣本瓶		
pH=5 buffer	10mL	20mL 樣本瓶		
KHP	5 g	20mL 樣本瓶	苯二甲酸氫鉀	
柳酸	10 g	20mL 樣本瓶		
EDTA	3 g	20mL 樣本瓶		
澱粉	3 g	20mL 樣本瓶		
醋酸銅	(精稱)0.5g	20mL 樣本瓶		

高中實驗競賽器材清單

器材名稱	容量	數量	備註
定量瓶	250、100 mL	2	各2個
燒杯	400、250、100、50 mL	4	各4個
定量吸管	25 mL	2	
定量吸管	10 mL	1	
滴定管	50 mL	2	
滴定管	25 mL	1	
量筒	100、10 mL	1	各1個
錐形瓶	125 mL	4	
錐形瓶	250 mL	2	
分液漏斗	125 mL	1	
抽濾裝置	250 mL	1組	抽濾瓶與白磁漏斗
空的樣品瓶	20 mL	5	裝需交回的產物
濾紙	55 mm、110 mm	1	各1盒
玻棒		2	
漏斗		1	
滴管		15	
洗滌瓶		2	
安全吸球		2	
刮勺		3	
錶玻璃		2	
磁石		2	
試管(含蓋)		7	
試管		8	12*160 mm
試管刷		2	
試管架		1	
100℃溫度計		2	
鐵盆		1	
聶子		1	
研鉢(含杵)		1	
石蕊試紙		5	紅、藍色各5張
加熱版		2	
加熱裝置	石棉心網*1、泥三角*2、點火槍*1、鐵架*1		
坩鍋組	坩鍋(含蓋)*2、坩鍋夾*2		

儀器	pH meter(已校正) 、恆溫槽*1
其他	手套*4、口罩*1、標籤紙*1