



第三十三屆國際化學奧林匹亞競賽

孟買, 西元 2001 年 7 月 8 日 ( 星期日 )

實 作 測 驗

Mumbai India



## 學生指導說明

- 於所有的答案紙上寫下你的姓名及學生代碼, 其他紙張則寫上學生代碼。
- 請仔細閱讀每個實驗內容與熟悉答案卷回答的格式, 才開始進行實驗步驟。
- 答案必須寫在答案紙的指定框框位置上, 否則不予計分。若你需要額外的紙張書寫或更換答案卷, 可向指導員索取。
- 如果藥品用完或玻璃器材破損, 可要求額外補充。 每補充一次將被扣 1 點。
- 你有 4 小時 30 分的時間進行實作測驗及作答, 本實作測驗由三個獨立的實驗構成。你必須依實驗 1, 實驗 2, 實驗 3 的順序, 進行實作測驗。當指導員喊 STOP 時, 馬上停止, 並交回答案卷。若超過 3 分鐘才交卷, 本次實作測驗將被取消, 該實驗題並以零分計算。
- 當你考完時, 必須將所有的紙放入信封中, 在交給監考官之前, 你必須將信封封上並簽名。
- 還沒告知可離開試場時, 不可離開試場。當你離開試場時, 你將收到一張告訴你已經收到信封的收據。
- 只能使用大會所提供的筆和計算機。
- 本實作測驗共有 13 頁試題及 8 頁的答案紙。
- 大會將提供一張元素週期表的影印。
- 唯有提出要求時, 方提供正式英文版的試題。



## 安全規則 Safety Rules

- ☛ 實作測驗全程，你必須穿實驗衣/圍裙(apron).
- ☛ 於實驗室中，任何時候均必須戴安全眼鏡. 如果你戴隱形眼鏡，則必須戴上完全密封保護眼睛的安全眼鏡.

### 廢棄化學品、裝備及玻璃儀器的處理規則.

- ☛ 有機過濾物及清洗溶液(實驗 1) 必須放置於標有 "有機合成殘餘物(Residues from organic preparation)" 的廢棄筒容器中.
- ☛ 滴定殘餘物(實驗 2) 必須放置於標有 "錯化滴定殘餘物(Residues from complexometric titration)" 的廢棄容器中.
- ☛ 氧化還原滴定的殘餘物(實驗 3) 必須放置於標有 "氧化還原滴定殘餘物(Residues from redox titration)" 的廢棄容器中.
- ☛ 破損的玻璃必須放置在標有 "玻璃廢棄物(Glass disposa)" 的廢棄筒中.
- ☛ 非化學廢棄物及紙張必須放置於沒有標示的廢棄容器中.

學生若違反任何安全規則及廢棄物處理規則，實驗室指導員將給一次警告。如果第二次再犯錯的話，將被視為嚴重缺點，並被驅離實驗室，整個實驗將以零分計算。

如果對實驗上的安全問題有任何質疑的話，請勿猶豫，立刻問指導人員。

## 請注意(Please note)

- ◆ 僅使用大會提供的蒸餾水。若有需要，你可以要求更多所需的蒸餾水。
- ◆ 測驗結束並交出你的答案信封後，必須以濕抹布擦拭乾淨實驗桌面。

**Chemicals : Risk (R) and Safety (S) phrases****Laboratory Task 1****2-Aminobenzoic acid  
(Anthranilic acid)**

Formula:  $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$   
Molecular weight: 137.14



**R36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.**

S26/36: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. Wear suitable protective clothing.

**Sulphuric acid**

Formula:  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
Molecular weight: 98.08



**R36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.**

S26/36: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. Wear suitable protective clothing.

**Potassium iodide**

Formula: KI  
Molecular weight: 166.00

Not classified.

**Sodium nitrite**

Formula:  $\text{NaNO}_2$   
Molecular weight: 69.00



R8/25: Contact with combustible material may cause fire. Toxic if swallowed.



S44: Seek medical advice if you feel unwell.

**Sodium carbonate anhydrous**

Formula:  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   
Molecular weight: 105.99



**R36: Irritating to eyes.**

S26: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.

S22: Do not breathe dust.

**Sodium bicarbonate**

Formula:  $\text{NaHCO}_3$   
Molecular weight: 84.01

Not classified.

**Laboratory Task 2****Ethylenediamine tetraacetic acid  
disodium salt** $(\text{Na}_2\text{EDTA}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Formula:  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{Na}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 

Molecular weight: 372.24

**R22: Harmful if swallowed.****R36/37/38: Irritating to eyes,  
respiratory system and skin.****S26: In case of contact with  
eyes, rinse immediately with  
plenty of water and seek  
medical advice.****S36: Wear suitable  
protective clothing.**

**Manganese(II)sulphate monohydrate**Formula:  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 

Molecular weight: 169.01

Not classified.

**Magnesium(II)chloride**Formula:  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 

Molecular weight: 203.30

Not classified.

**Ammonia**Formula:  $\text{NH}_3$ 

Molecular weight: 17.03

**R36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.****S36: Wear suitable protective clothing.****Ammonium nitrate**Formula:  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 

Molecular weight: 80.04

**R36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.****S26: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.****S36: Wear suitable protective clothing.****Hydroxylamine hydrochloride**Formula:  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 

Molecular weight: 69.49

**R20/22-36/38: Harmful by inhalation and if swallowed.****Irritating to eyes, respiratory system and skin.****S26/36: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. Wear suitable protective clothing.****Sodium fluoride**Formula:  $\text{NaF}$ 

Molecular weight: 41.99

**R23/24/25: Toxic by inhalation, in contact with skin and if swallowed.****S26/44: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.**



### Laboratory Task 3

**Sodium thiosulphate**Formula:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 

Molecular weight: 248.17

Not classified.

**Potassium iodide**

Formula: KI

**Molecular weight: 166.00****Not classified.****Ethanol****Formula:  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$** 

Molecular weight: 46.08

b.p.  $78.5^\circ\text{C}$ Density:  $0.785 \text{ g/cm}^3$ 

R11: Highly flammable.

S7: Keep container tightly closed.

S16: Keep away from sources of ignition.

**Hydrochloric acid**

Formula: HCl

Molecular weight: 36.46

**R-36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.**

S26: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.

**Potassium dichromate**Formula:  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 

Molecular weight: 294.18



R36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin.

S22: Do not breathe dust.

**S28: After contact with skin wash with plenty of water.**

## 實驗 1

12 分

## 製備 2-碘苯甲酸(2-iodobenzoic acid)

[預定完成時間: 1 小時]

本實驗使用 2-胺基苯甲酸(2-aminobenzoic acid)來製備 2-碘苯甲酸(2-iodobenzoic acid)，實驗步驟包括 2-胺基苯甲酸的重氮化作用(diazotization)及其後與 KI (in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  水溶液)的反應等步驟。

## 實驗步驟:

- 1) 將 2-胺基苯甲酸固體樣品全部移入置於冰浴的 100mL 燒杯中，加入 7.2 mL 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ (2.6M)，以玻棒攪拌 1 分鐘，使混合均勻。溶液繼續在冰浴中冷卻 5 分鐘。
- 2) 以量筒量取置於冰浴已冰過的  $\text{NaNO}_2$  溶液 4.4mL。
- 3) 以滴管緩緩將上述  $\text{NaNO}_2$  溶液加入步驟 1)的酸液中，加入時需不時以玻棒攪拌，以得到幾乎澄清的溶液(此步驟約需 3-5 分鐘)。
- 4) 將燒杯由冰浴中移開，一面攪拌，一面緩慢加入 9.4mL 的 KI 溶液。
- 5) 向實驗室指導員領取開水，將燒杯置於熱水中 5 分鐘。
- 6) 過濾粗產物，以 10mL 的蒸餾水清洗之。
- 7) 收集清洗液和濾液，慢慢加入  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  固體以中和此混合液直至停止冒泡為止。將剩下的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  固體交予實驗室管理員秤重。

## 實驗 1

## 純化粗產物

將原先過濾時盛有粗產物的漏斗置於 100 mL 的錐形瓶上。以試管緩慢地將 15 至 20 mL 大會所提供的  $\text{NaHCO}_3$  溶液倒入漏斗上的濾紙中，使沈澱完全溶解。

- 8) 加入活性碳粉末至濾液中，並混合均勻。過濾溶液以除去活性碳。
- 9) 緩緩加入稀硫酸至濾液中，直至冒泡停止為止，過濾純化後的產物，以 10 至 15 mL 蒸餾水清洗產物，將產物連同濾紙置於錶玻璃上。
- 10) 以過濾時用的漏斗蓋住錶玻璃，交予指導員烘乾(烘乾過程至少須要一小時以上)。

在整個實驗快結束之前，請指導員秤重所烘乾的產物，並記錄之。

## 實驗 2

18分

樣品溶液中 Mn(II)和 Mg(II)之含量的測定。

**(預計完成時間：1.5 小時)**

本實驗乃利用已知濃度的  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  標準溶液，對未知樣品進行錯化反應滴定，來定量未知物中 Mn(II)和 Mg(II)之含量。第一個滴定步驟，可以得知金屬離子的總量。此時使用適量的 NaF 固體，將 Mg-EDTA 錯化物中的 EDTA 完全地釋放出來。隨後，這些釋放出來的 EDTA 與新加入的已知過量的 Mn(II)標準溶液反應，將釋放出的 EDTA 全部重新轉變為錯化物。未被反應掉的 Mn(II)，可以利用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  標準溶液進行反滴定，來推算尚未被錯化的 Mn(II) 的量。以上二次滴定，皆在 pH10 的緩衝溶液中進行，並且都使用 Eriochrome Black T 為指示劑。

二個完全相同之樣品將各別置放於 250mL 之錐形瓶中。每位參賽者應該滴定此二個樣品溶液(Trial I 和 Trial II)，並將所得到的滴定結果記錄在答案紙上。

**實驗步驟**

每位參賽者各有二支 25mL 的滴定管，將  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  標準溶液裝入其中一支滴定管，Mn(II)標準溶液裝入另外一支滴定管。

**滴定 1**

將放置於一個小試藥瓶中的所有  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  固體，加入裝有 Trial I 樣品溶液的 250mL 錐形瓶中，然後加入 50 毫升的蒸餾水。然後在此溶液中，加入使用量筒所量取之 10 毫升的 pH10 緩衝溶液，並且加入滿滿一整個金屬刮勺的固體指示劑。搖動所得溶液至均勻混合，然後用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  標準溶液滴定，直到溶液顏色由酒紅色轉

變為藍色為止。記錄滴定前後之滴定管體積讀數於答案紙上（A毫升）。你必須在整個滴定過程中，確實持續徹底搖動錐形瓶。

## 滴定 2

在上述滴定後之錐形瓶中，加入一個小試藥瓶中的所有 NaF 固體，然後搖晃錐形瓶一分鐘。隨後，從另一支滴定管中，將 20.0 毫升的 Mn(II)標準溶液以每次非常少量（2 至 3 毫升）的方式，加入上述已均勻搖晃過的溶液，而且在每次少量添加的過程中，均需均勻搖晃之。當所有 Mn(II)標準溶液都已加入錐形瓶後，再搖晃錐形瓶二至三分鐘。在此過程中，溶液的顏色將會由藍色轉變為酒紅色。最後，使用 Na<sub>2</sub>EDTA 標準溶液來滴定錐形瓶中過量的 Mn(II)，直到溶液顏色由酒紅色轉變為藍色為止。記錄此滴定前後之滴定管的體積讀數於答案紙上（B 毫升）。

對 Trial II 的樣品溶液，重複進行上述之實驗步驟。

## 實驗 3

10 分

測定乙醇和鉻(VI)產生氧化還原反應時的速率常數( rate constant)

(預計完成時間：1.5 小時)

酒精被鉻(VI)氧化為測定呼氣樣品酒精濃度的依據。在強酸(3.6M HCl)存在下，稀  $K_2Cr_2O_7$  溶液會產生  $HCrO_4^-$ ，而  $HCrO_4^-$  為本反應的氧化劑。

本實驗以滴定來測定  $HCrO_4^-$  和  $CH_3CH_2OH$  的反應速率。在規定的實驗條件下，速率定率為

$$\text{速率(rate)} = k[ HCrO_4^- ]^x$$

其中  $x$  為反應級數。

反應中的任一特定時間， $[ HCrO_4^- ]$  濃度可由碘還原滴定法 (iodometric titration) 得到。

### 實驗步驟

你有一瓶裝有 100 mL 溶於 HCl 溶液的  $K_2Cr_2O_7$  標準溶液，將小試藥瓶中的乙醇全部倒入此  $K_2Cr_2O_7$  溶液的瓶中，並加蓋，混合均勻並迅速按下馬錶，記錄此時為  $t = 0$ 。

每隔 10 分鐘之後，取出 10.0 mL 的上述混合溶液，加至一個含有 4 mL KI 溶液的乾淨錐形瓶中，溶液會變成棕色。以大會提供之  $Na_2S_2O_3$  標準溶液滴定之，直至顏色變為淡黃綠色(greenish yellow)。加入 2 mL 的澱粉指示劑後，繼續滴定，直至顏色由藍變為淡綠色，在答案紙上記錄滴定前後的滴定管體積讀數。

重複上述步驟，以得到四次數據。

Name

33rd IChO · 實驗 1

答案紙

12 分

製備 2-碘苯甲酸

空錶玻璃的質量 /克		指導員簽名
錶玻璃與產物的質量/克		指導員簽名

1.1 產物的質量/克:

1.2 依使用之 2-胺基苯甲酸所計算的理論產率/克:

1.3 以理論產率的百分比表示產率:

1.4 產物的顏色:

[指導員會將顏色以 X 註記於適當的格子中並簽名.]

(a) 棕黃

(b) 黃色

(c) 淡黃 / 奶油黃

(d) 棕

(e) 其他

Name

33rd IChO · 實驗 1

答案紙

1.5 寫出下列反應的平衡化學反應式

(a) 以  $\text{NaNO}_2$  和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  進行 2-胺基苯甲酸的重氮化反應.

(b) 重氮化反應後的產物與  $\text{KI}$  的反應.

**處罰(Penalty)!**

如果藥品用完或玻璃器材破損，可要求額外補充。每補充一次將被扣 1 點。

No.	化學藥品/玻璃器材	學生簽名	指導員簽名

總扣點數: \_\_\_\_\_



Name

33rd IChO · 實驗 2

答案紙

18 分

樣品溶液中 Mn(II)和 Mg(II)之含量的測定。

Na<sub>2</sub>EDTA 標準溶液的濃度： \_\_\_\_\_ M

Mn (II) 溶液的濃度： \_\_\_\_\_ M

2.1 提供給你的樣品編號：

	Trial I		Trial II	
	滴定 1	滴定 2	滴定 1	滴定 2
最初滴定管讀數 (mL)				
最終滴定管讀數 (mL)				
Na <sub>2</sub> EDTA 的體積 (mL)	(A)	(B)	(A)	(B)

2.2 分別寫出 Mg(II) 和 Mn(II)離子與 Na<sub>2</sub>EDTA 反應的平衡反應式。(以 Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Y 做為 Na<sub>2</sub>EDTA 的代號)

2.3 寫出在 MgEDTA 錯合物溶液中，加入 NaF，以釋放出 EDTA 的平衡反應式。



Name

33rd IChO · 實驗 2

答案紙

**處罰(Penalty)!**

如果藥品用完或玻璃器材破損，可要求額外補充。每補充一次將被扣 1 點。

No.	化學藥品/玻璃器材	學生簽名	指導員簽名

總 扣 點 數 :

Name

33rd IChO · 實驗 3

答案紙 10 分

測定乙醇和鉻(VI)產生氧化還原反應的速率常數( rate constant)

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  標準溶液的濃度 : \_\_\_\_\_ M

t = 0 時的  $\text{HCrO}_4^-$  濃度 : \_\_\_\_\_ M

	滴定 1 [10 mins.]	滴定 2 [20 mins.]	滴定 3 [30 mins.]	滴定 4 [40 mins.]
最初滴定管讀數 (mL)				
最終滴定管讀數 (mL)				
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的體積 (mL)				

3.1 寫出  $\text{HCrO}_4^-$  和  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$  反應所生成的可能氧化產物(oxidation products) .

Name

33rd IChO · 實驗 3

答案紙

3.2 寫出  $\text{HCrO}_4^-$  和  $\Gamma$  反應的平衡反應式。

3.3 寫出滴定的平衡反應式。

3.4 對任一次滴定的讀數，寫出計算  $\text{HCrO}_4^-$  濃度(M)的主要計算步驟。

3.5 不同時間的  $\text{HCrO}_4^-$  濃度(M):

Time (mins.)	$[\text{HCrO}_4^-]$	$\ln [\text{HCrO}_4^-]$
0		
10		
20		
30		
40		

Name

33rd IChO · 實驗 3

答案紙

3.6 以  $\ln [\text{HCrO}_4^-]$  對時間作圖。

3.7 依圖形所示，決定  $\text{HCrO}_4^-$  的反應級數 ( $x$ )。

$x =$

3.8 計算出所測定的反應速率常數。

$k =$

**處罰(Penalty)!**

如果藥品用完或玻璃器材破損，可要求額外補充。每補充一次將被扣 1 點。

No.	化學藥品/玻璃器材	學生簽名	指導員簽名

總 扣 點 數：