



# 實作試題(July 21, 13~18pm)考試須知

## 考試流程

- 本實作共 5 小時，包括**實作 1(13%)**，**2(11%)**，**3(16%)**。你可以自由決定實作的順序。
- 實驗開始前有 15 分鐘 只可以看題目的時間。
- 一定要到宣佈開始”**START**”的時候，才可以開始進行實驗操作。
- 當宣布停止”**STOP**”時，你必須立刻停止操作，若延後停止實驗，就會喪失競賽資格。
- 停止實驗後，留在你的實驗桌旁，助理會到你桌邊並檢查下列必須繳交之項目：
  - ✓ 本試卷
  - ✓ 答案本
  - ✓ 你所選擇標有你的代號之夾鏈袋 A 和 B 中之 TLC 片(實作 1)
  - ✓ 標有你的代號之夾鏈袋 C 中的有蓋子結晶盒(內裝有你的產物和過濾片，實作 1)
- 在沒有宣布可以離開實驗室前，不要離開實驗室

## 安全須知

- 注意安全。安全眼鏡和實驗衣在整個實驗中都必須穿戴。
- 你若有任何不安全的行為，你會被警告，第二次再犯時，就會被要求離開實驗室，並在實作項目得 0 分
- 實驗室中禁止飲食
- 緊急狀況時，遵守助理之指示

## 作答須知

- 實作試題共有 16 頁(不含封面)。
- 實作答案卷共有 6 頁，你必須在每一頁答案紙上都寫上你的名字，不要將答案卷拆開。



- 
- 只可使用大會提供的筆作答。你也可以使用大會提供的尺及計算機。鉛筆只可在畫 TLC 時使用，答案卷不能使用鉛筆作答。
  - 答案必須寫在指定的格子內，若寫在其他地方，將不會被評分。假如你需要草稿紙，你可以使用本試題卷的背面作為草稿紙
  - 答案必須具有適當的有效數字。
  - 答案卷須放入信封袋中，只有在作答時才可以取出。信封袋不可以密封。

## 考試須知

- 若你需要再次使用玻璃器材，可使用離你最近的水槽清洗
- 你若有任何問題，或是需要吃點心及上廁所，請通知助教
- 將液體或固體廢棄物放入置於在通風櫥內或靠近窗邊的廢液桶中。每一實驗桌也都有一個廢液桶（塑膠燒杯）用來回收水溶液的廢液。將用過的玻璃毛細管丟入有標示之塑膠管中。
- 假如你犯錯或打破東西而需要額外的藥品或器材時，從第二項額外補充物開始，每一項額外的補充物都會被扣實作總分之 1 分。洗滌瓶中的用水不在此限制內。
- 若有需要，可要求英文版試題



## 週期表與相對原子量

1 H 1.01	2 He 4.00																
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.30											13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.64	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.96	43 Tc -	44 Ru 101.07	45 Rh 102.91	46 Pd 106.42	47 Ag 107.87	48 Cd 112.41	49 In 114.82	50 Sn 118.71	51 Sb 121.76	52 Te 127.60	53 I 126.90	54 Xe 131.29
55 Cs 132.91	56 Ba 137.33	57-71	72 Hf 178.49	73 Ta 180.95	74 W 183.84	75 Re 186.21	76 Os 190.23	77 Ir 192.22	78 Pt 195.08	79 Au 196.97	80 Hg 200.59	81 Tl 204.38	82 Pb 207.2	83 Bi 208.98	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -							

57 La 138.91	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm -	62 Sm 150.36	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.93	66 Dy 162.50	67 Ho 164.93	68 Er 167.26	69 Tm 168.93	70 Yb 173.05	71 Lu 174.97
89 Ac -	90 Th 232.04	91 Pa 231.04	92 U 238.03	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



# 器材

器材	數量
多種用途(在桌面或 1 號塑膠籃內)	
20 mL 燒杯，用來取用少量液體以便溼潤容器	1
Paper	3
2 mL 刻度吸量管之吸球	1
5 mL 刻度吸量管之吸球	1
吸量管架	1
200 mL 塑膠燒杯，裝廢液用	1
安全吸球	1
刮勺	1
鐵架	1
100 mL 洗滌瓶	1
500 mL 洗滌瓶	1
實驗 1 使用(在 1 號塑膠籃內，桌面或滴管架)	
布氏漏斗及橡皮環	1
夾子及固定夾	1
200 mL 廣口錐形瓶	1
300 mL 廣口錐形瓶	1
小型真空馬達附有橡皮管及接頭	1
玻璃毛細管(裝在塑膠製管內)	8
過濾片(裝在有蓋子的結晶盤內)	1
2 mL 刻度吸量管	3
5 mL 刻度吸量管	1
攪拌器	1
10 mm 攪拌子	1
22 mm 攪拌子	1
10 mL 玻璃量瓶	1
測 pH 值用試紙(裝在夾鏈袋內)	3
塑膠製有刻度的 10 mL 量筒	1
塑膠管用來裝玻璃毛細管	1
抽濾用錐形瓶	1



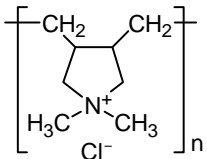
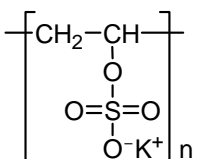
10 mL 試管	1
100 mL 試管	1
有蓋子的 TLC 展開槽	1
TLC 片(裝在夾鏈袋內,使用前仔細檢查是否完整,若有損毀立刻要求更換,此狀況不會被扣分)	4
鑷子	1
夾鏈袋 A 及 B, 裝 TLC 用	1 for each
夾鏈袋 C 用來裝沉澱物(產物)及過濾片的結晶盒	1
<b>實驗 2 使用(在 2 號塑膠籃內, 桌面或滴管架)</b>	
2-mL 刻度吸量管	1
5-mL 刻度吸量管	1
標籤(裝在夾鏈袋中)	4
LED 燈(裝在夾鏈袋中, 全程直接使用, 不要自袋中取出)	1
Nessler tube (Nessler 試管, 有刻度)	5
Nessler tube rack (Nessler 試管架)	1
50-mL 容量瓶	2
5-mL 吸量管	1
10-mL 吸量管	1
<b>實驗 3.1 使用(在 2 號塑膠籃內或滴管架):</b>	
滴定管	1
滴定管夾	1
100-mL 廣口錐形瓶	6
玻璃漏斗(用以將化學試劑倒入滴定管中)	1
1-mL 刻度吸量管	2
5-mL 吸量管	1
20-mL 吸量管	1
<b>實驗 3.2 使用(在 2 號塑膠籃內):</b>	
10-mL 樣品瓶(在夾鏈袋中)	10
塑膠滴管	1
<b>公用設備:</b>	
不同尺寸的手套	
UV 燈	
清潔用紙	



## 藥品

藥品	數量	容器
多種用途(1 號塑膠籃內)		
0.5 mol L <sup>-1</sup> hydrochloric acid (0.5 mol L <sup>-1</sup> HCl)	50 mL	塑膠瓶
實驗 1 使用(在 1 號塑膠籃內)		
1,4-dihydro-2,6-dimethylpyridine-3,5-dicarboxylic acid diethyl ester (C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>4</sub> ; 1,4-DHP_powder)	1 g	樣品瓶
1,4-DHP for TLC (1,4-DHP_TLC)	3 mg	樣品瓶
Ethanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	10 mL	玻璃瓶
Ethyl acetate (CH <sub>3</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )	25 mL	玻璃瓶
Heptane (C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> )	20 mL	玻璃瓶
Potassium iodide (KI)	150 mg	玻璃瓶
Sodium metabisulfite (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	1 g	玻璃瓶
Saturated sodium hydrogencarbonate solution (Sat. NaHCO <sub>3</sub> solution)	25 mL	玻璃瓶
Urea hydrogen peroxide (CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O•H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ; UHP)	1 g	樣品瓶
實驗 2 使用(在 2 號塑膠籃內)		
樣品溶液(標示為 “Sample solution”)	30 mL	塑膠瓶
Fe(bpy) <sub>3</sub> <sup>2+</sup> 標準溶液 1(每升溶液中含 2.00 毫克 Fe) (標示為 “Standard Fe(bpy) <sub>3</sub> <sup>2+</sup> solution 1”)	50 mL	塑膠瓶
Fe(bpy) <sub>3</sub> <sup>2+</sup> 標準溶液 2(每升溶液中含 3.00 毫克 Fe) (標示為 “Standard Fe(bpy) <sub>3</sub> <sup>2+</sup> solution 2”)	50 mL	塑膠瓶
Acetate 緩衝液 (pH 4.6, 醋酸與醋酸钠 1:1 的混合液 CH <sub>3</sub> COOH-CH <sub>3</sub> COONa 溶液)	50 mL	塑膠瓶
0.1 mol L <sup>-1</sup> disodium hydrogenphosphate solution (0.1 mol L <sup>-1</sup> Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	25 mL	塑膠瓶



0.2 % (w/v) 2,2'-bipyridine 水溶液 (0.2 % (w/v) $C_{10}N_2H_8$ )	25 mL	塑膠瓶
Sodium thioglycolate ( $C_2H_3NaO_2S$ )	20 mg	樣品瓶
實驗 3.1 使用(在 2 號塑膠籃內或桌面)		
多醣體溶液 (標示為 “Polysaccharide solution”)	50 mL	塑膠瓶
聚胺鹽水溶液 (PDAC)  	240 mL	玻璃瓶
(0.0025 mol L <sup>-1</sup> PVSK) 聚乙稀醇硫酸鉀水溶液(0.0025 mol L <sup>-1</sup> ; 以單體計算之濃度)  	240 mL	玻璃瓶
0.5 mol L <sup>-1</sup> NaOH 溶液 (0.5 mol L <sup>-1</sup> NaOH)	50 mL	塑膠瓶
TB 指示劑 (toluidine blue (TB) aqueous solution) (1 g L <sup>-1</sup> $C_{15}H_{16}N_3SCl$ )	6 mL	點滴瓶



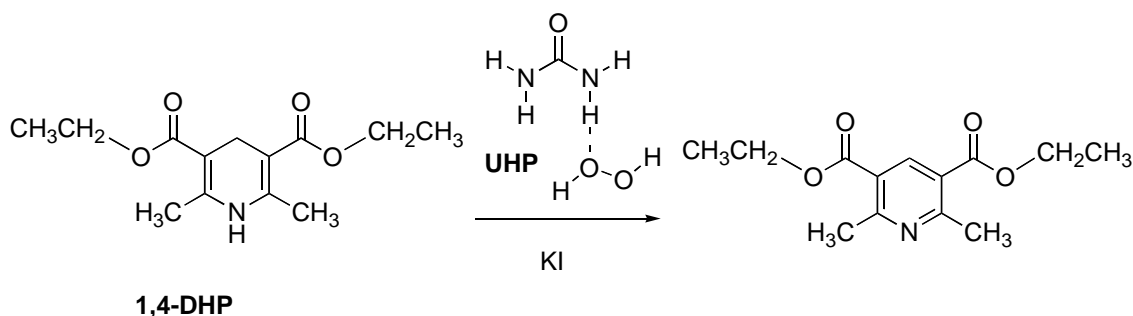
實驗 3.2 使用(在 2 號塑膠籃內)		
樣品溶液 X-1 (X: A-H)	10 mL	點滴瓶
樣品溶液 X-2 (X: A-H)	10 mL	點滴瓶
樣品溶液 X-3 (X: A-H)	10 mL	點滴瓶
樣品溶液 X-4 (X: A-H)	10 mL	點滴瓶
樣品溶液 X-5 (X: A-H)	10 mL	點滴瓶



# 實作 1

## 漢斯酯(Hantzsch Ester)和尿素過氧化氫(Urea Hydrogen Peroxide)的反應

本實驗中，你將使用一種對環境比較友善的氧化劑-尿素過氧化氫(UHP)-來氧化 1,4-dihydro-2,6-dimethylpyridine-3,5-dicarboxylic acid diethyl ester (簡稱為 1,4-DHP 或漢斯酯) 來製備吡啶雙酯類衍生物。



### 實驗步驟：

- (1) 首先將長22-mm的磁攪拌子放入100 mL的試管中，用夾子將試管夾好並置於攪拌器的上方。之後將1克的1,4-DHP (標成1,4-DHP-粉狀物) 及150毫克的碘化鉀(KI)加入試管內，再用有刻度的5 mL滴管吸取5 mL的酒精加到試管內。
- (2) 戴手套並將 1 克的尿素過氧化氫(UHP)加至上述溶液並攪拌(注意:此反應屬於放熱反應)
- (3) 薄層色層分析片(TLC)的分析：首先，用玻璃量瓶(measuring glass)配製由乙酸乙酯(ethyl acetate)：庚烷(heptane) 所組成的展開液 (體積比為 1：2)，取適量的展開液加至 TLC 展開槽內。之後取 1 毫升的乙酸乙酯加到裝有 3 毫克的 1,4-DHP 的樣品瓶內(標示成 1,4-DHP-TLC)。
- (4) 仔細檢查 TLC 片是否完整，如發現有破損或刮傷，請馬上要求更換，此要求並不會被扣分。用鉛筆在 TLC 片的下方輕輕畫一條線 (如圖 1 所標示)。
- (5) 在反應的過程中，反應的溶液液將會變成澄清狀(通常是在20分鐘之內)。當溶液變成澄清時 (反應溶液的溫度冷卻下降時可能會有沉澱的形成或析出，而此析出物並不會影響到 TLC的分析)，用玻璃毛細管吸取少量的反應溶液分別點至TLC片的中央及右側(如圖1所示，標成Y)。用另一支玻璃毛細管吸取少量步驟(3)中的1,4-DHP溶液並點至TLC的中央及左側

(如圖1所示，標成X)。結果可形成三個點，而中間的點則是包含了反應的溶液(Y) 和 1,4-DHP(X)。用鑷子將TLC片置於展開槽內展開 (參考圖1及圖2)，當TLC片展開到適當的位置時用鉛筆輕輕地將溶劑的前緣畫出。之後將TLC片置於波長254 nm的UV燈下進行分析，用鉛筆將有UV吸收的點描繪出來。你可根據TLC片的分析結果來判斷反應進行的程度。如果你發現溶液中仍有大量的反應物1,4-DHP存在時，你可在十分鐘後重覆一次此TLC片的分析步驟 (注意:在步驟8時，你將會再進行一次此TLC片的分析)，將此步驟所得到的最後一片TLC片裝入標示有“A”的夾鍊袋內。

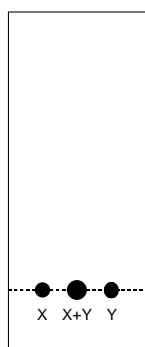


圖 1

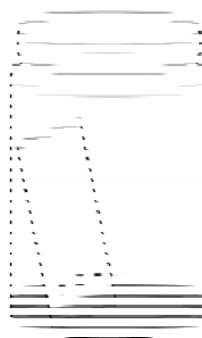


圖 2

- (6) 組裝如圖3的抽濾裝置。首先將小型真空馬達的橡皮管接到抽濾瓶(iii)的側管，再將布氏漏斗(Buchner funnel)(i)和橡皮圈(ii)置於抽濾瓶(iii)的上方，之後將過濾片(glass microfiber filter sheet)放置於布氏漏斗(i)內。
- (7) 用塑膠製的 10 mL 量筒量取 5 mL 的水，加到反應的溶液內，之後加入 1 克的 sodium metabisulfite ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )，再將試管內的混合液(包括磁攪拌子)轉移到 200 mL 的廣口錐形瓶內，並用 30 mL 的水洗滌試管。將此 200 mL 的廣口錐形瓶置於攪拌器上方攪拌，再用有刻度的 2 mL 滴管將飽和的碳酸氫鈉溶液少量且分次加入溶液中，直至溶液的 pH 值大於 7 (用 pH 紙測試)。將沉澱物用圖3的抽濾裝置進行分離及抽濾，用少量的水洗滌沉澱物，並持續抽濾數分鐘以幫助產物的乾燥。
- (8) 將抽濾瓶(iii)內的濾液轉移至 300 mL 的廣口錐形瓶內，用有刻度的 2 mL 滴管吸取 2 mL 的濾液到 10 mL 的試管內，加入 10-mm 的磁攪拌子到試管內並用夾子夾好試管。之後用有刻度的 2 mL 滴管吸取 1 mL 的乙酸乙酯加到試管

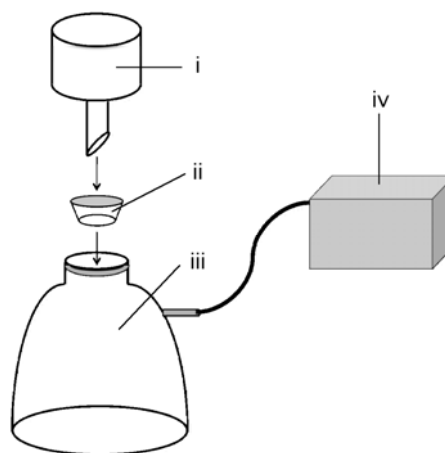


圖 3



內並在攪拌器上方劇烈攪拌 30 秒，停止攪拌並等待溶液分成兩層時，用玻璃毛細管吸取上層的乙酸乙酯溶液進行 TLC 片的分析(重覆實驗步驟(5)的步驟)以觀察是否仍有產物殘留在濾液中。如同步驟(5)，用鉛筆將溶劑的前緣和有 UV 吸收的點(如果有的話)清楚地描繪出來。將 TLC 片裝至標示有”B”的夾鍊袋內。如果你發現仍有產物出現在 TLC 片子上時，代表你須繼續用更多飽和的碳酸氫鈉溶液來中和濾液。

- (9) 如果你發現仍有沉澱物形成時，則需再一次進行分離、抽濾及洗滌的動作，如果沒有沉澱物的形成則可跳過此過濾的步驟。
- (10) 將所分離出來的沉澱物持續抽氣十分鐘，以幫助產物的乾燥。將你的產物和過濾片置於結晶盒(crystallization dish)內，注意不要將攪拌子放至結晶盒內，並將標有你的號碼的蓋子蓋到結晶盒上。之後將結晶盒裝入標示有” C” 的夾鍊袋內。
- a) 將夾鍊袋”A”內的 TLC 片所顯示的結果描繪至答案卷上。
- b) 計算並記錄在袋子”A”內的 TLC 片上有 UV 吸收點的  $R_f$  值(至小數點第二位)。
- c) 畫出尚未被飽和的碳酸氫鈉所中和前而且是屬於有機陽離子的化合物的結構。
- d) 寫出 UHP 反應以後所產生的產物的分子式。
- e) 交出下列項目
- 放置於標示有 ”A” 夾鍊袋的 TLC 片
  - 放置於標示有 ”B” 夾鍊袋的 TLC 片
  - 放置於標示有”C” 夾鍊袋的結晶盒，結晶盒內含你的產物及過濾片

## 實作 2

### 利用比色法決定 Fe(II)和 Fe(III)的含量

在本實驗中，你需要利用Fe(II)和2,2'-bipyridine(bpy)作用形成深紅色Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup>錯合物的顯色反應，以比色分析法決定模擬magnetite溶於水之樣品溶液中Fe(II)和Fe(III)的含量。

Fe(bpy)<sub>3</sub><sup>2+</sup>的含量可用Nessler試管以比色法決定之。這是一種很簡單的技術，在光譜儀器尚未普遍以前已被使用，且其準確度可以達到低於±5%。比色法常使用一組Nessler試管；其中一管裝參考溶液，另一管則裝測試溶液。藉由調整溶液的液柱高度而使兩溶液顏色深淺一致。

當兩溶液顏色看起來相同時，測試溶液的濃度可由參考溶液之已知濃度和兩溶液之液柱高度，以及下式之朗伯-比耳定律求得

$$A = \epsilon cl$$

式中， $A$  為吸收值， $c$  為濃度， $l$  為光徑長， $\epsilon$  為莫耳吸收常數。首先，你將進行 A 和 B 兩個測量以學習此技術之運用；然後，再進行 C 和 D 的測量以決定 Fe(II)和 Fe(III)的濃度。

#### 實驗步驟：

- (1) 在50 mL之容量瓶中，使用合適之吸量管，添加5 mL acetate 緩衝液，5 mL disodium hydrogenphosphate 溶液(用以遮蔽Fe(III)的干擾)，5 mL 2,2'-bipyridine 溶液及10.00 mL 樣品溶液(sample solution)，然後加水稀釋至50 mL刻度處。塞住容量瓶，將溶液混合均勻。至少靜置二十分鐘使其完全顯色。將此溶液標示為"sample 1"。
- (2) 在另一50 mL容量瓶中，加入5 mL acetate 緩衝液，5 mL disodium hydrogenphosphate 溶液及5.00 mL樣品溶液(sample solution)。然後，加入20 mg sodium thioglycolate粉末(過量)將Fe(III)還原為Fe(II)。加水稀釋至50 mL刻度處。塞住容量瓶，將溶液混合均勻。至少靜置二十分鐘。將此溶液標示為"sample 2"。
- (3) 根據下面之"比色測量說明"進行A~D之測量

#### 比色測量說明

將一對 Nessler 試管置於 Nessler 試管架上，放在 LED 燈上(實驗全程不可將燈自袋中取出)，並打開此燈(圖 2.1)。

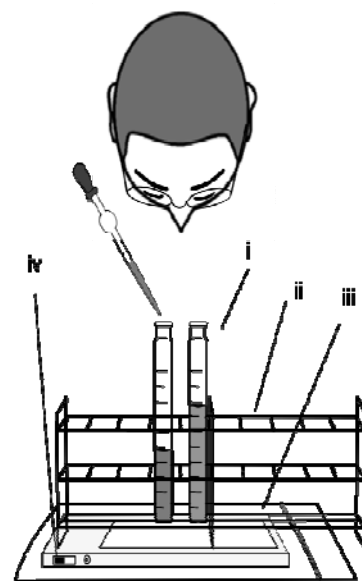


圖 2-1 比色測量： i Nessler 試管； ii Nessler 試管架； iii LED 燈(置於夾鏈袋中)； iv 電源開關



將"standard  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$  solution 1" 倒入其中一管至一適當高度(建議 70~90 mm) , 作為測量 A~D 之參考(試管上之刻度代表由底部算起之 mm 數)。將測試溶液倒入另一試管, 自上方往 LED 燈處俯視, 以比較兩溶液顏色之深淺。用刻度吸量管吸取或加入測試溶液直到兩管溶液顏色深淺看起來相同。記錄高度讀數至少要到 1 mm。

注意：一個範圍內的顏色深淺用目測時也許會視為相同。因此擬決定較為可靠之測試溶液的液柱高度時, 應將這個顏色範圍的因素考慮進來。例如, 當你在調整測試溶液之液柱高度,  $h$ , 時, 若一直都是增加(或減少)溶液體積, 則你將可能得到較真正值低(或高)的數值。因此欲估計較為可靠的真正值, 可由低和高的極限值平均而得。

測量A：使用"standard  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$  solution 1" 作為參考及測試溶液進行測量。在此測量中, 將參考溶液倒入Nessler 試管中至一適當的高度, 然後將測試溶液倒入另一Nessler 試管中, 直到兩管溶液顏色一致 (當顏色一致時, 理論上兩溶液之高度應相同), 其高度為低極限值。然後, 加入更多測試溶液, 直到你認為兩管溶液顏色明顯不同, 其高度為高極限值。記錄和參考溶液顏色深淺相同之測試溶液高度之低極限值(lower limit)和高極限值(higher limit)。

a) 將測量 A 之結果填入答案卷之表格中。

測量B：使用"standard  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$  solution 1" 作為參考溶液, "standard  $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$  solution 2" 作為測試溶液進行測量。

b) 將測量 B 之結果填入答案卷之表格中。

測量C：進行 "sample 1" 之測量

c) 將測量 C 之結果填入答案卷之表格中。

測量D：進行 "sample 2" 之測量

d) 將測量 D 之結果填入答案卷之表格中。

e) 將測試溶液濃度  $c$  表示為參考濃度  $c'$ , 每一溶液之液柱高度  $h$  和  $h'$ 的關係式

f) 計算原始樣品溶液中 Fe(II)和 Fe(III)的濃度, 以  $\text{mg L}^{-1}$  為單位。



## 實作 3

### 聚合物分析

聚合物可用於各種分析。在本題中，你先要利用聚合物的相互作用性質來分析一個高分子多醣體衍生物。此聚合物的作用方式也會被用來判定第二部分中的聚合物。

#### 3.1 利用膠體滴定分析多醣體衍生物

你有一個多醣體溶液，此多醣體含有磺酸根( $-\text{SO}_3^-$ )和羧酸根( $-\text{COO}^-$ )。你可利用磺酸根和羧酸根被質子化，形成磺酸- $\text{SO}_3\text{H}$  和碳酸- $\text{COOH}$  的難易不同，而可在酸性或鹼性條件下用膠體滴定來判斷此二酸基的濃度。此實驗是使用反滴定方式進行。

當這些酸基是離子形式時，此多醣體是一陰離子聚合物。當加入陽離子聚合物 PDAC (poly(diallyldimethylammonium) chloride salt)時，它們會形成多離子化合物。PDAC 溶液需要經標準 PVSK 溶液來標定。在膠體滴定的滴定終點時，陽離子基團的數量和陰離子基團的數量相等。

#### 實驗步驟：

(1) 用吸量管準確取出 20 mL 的 PDAC 溶液到 100 mL 的廣口錐形瓶中。加入兩滴 TB 指示劑，此時溶液為藍色。用標準 PVSK 溶液(0.0025M，聚合物中以單體計算之濃度)標定。滴定前溶液的顏色是藍色，達到滴定終點時，溶液的顏色會變為紫色。在達到滴定終點前溶液可能會混濁。當紫色可維持 15-20 秒，才算達到滴定終點。若有需要，可重複滴定。(PVSK; potassium poly(vinyl sulfate) 聚乙烯醇硫酸鉀，滴定液)

1a) 記錄標定使用 PVSK 溶液的體積 (準確到 0.05 mL)。

(2) 用吸量管準確取出 5 mL 的多醣體溶液(polysaccharide solution)和 20 mL 的 PDAC 溶液到 100 mL 的廣口錐形瓶中。加入 0.4 mL 的 NaOH 溶液( $0.5 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaOH}$ )和兩滴 TB 指示劑。用 PVSK 滴定此藍色溶液。若有需要，可重複滴定。(因 pH 值之不同，聚集形式看起來可能不同)。

1b) 記錄此鹼性溶液中滴定所使用 PVSK 溶液的體積 (準確到 0.05 mL)。

1c) 在答案卷上標出在此鹼性溶液中，那些酸基是以去質子化(離子)形式呈現。

(3) 重複步驟(2)，但此時加入 0.5 mL 的 HCl 溶液 ( $0.5 \text{ mol L}^{-1} \text{ HCl}$ )，不要加 NaOH。

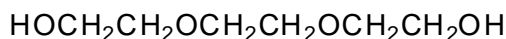


- 1d)** 記錄此酸性溶液中滴定所使用 PVSK 溶液的體積 (準確到 0.05 mL)。
- 1e)** 在答案卷上標出在此酸性溶液中，那個酸基是以去質子化(離子)形式呈現。
- 1f)** 計算此多醣體溶液(polysaccharide solution)中， $-\text{SO}_3^-$  (或 $-\text{SO}_3\text{H}$ ) 以及 $-\text{COO}^-$  (或 $-\text{COOH}$ ) 的濃度(用  $\text{mol L}^{-1}$  表示)。

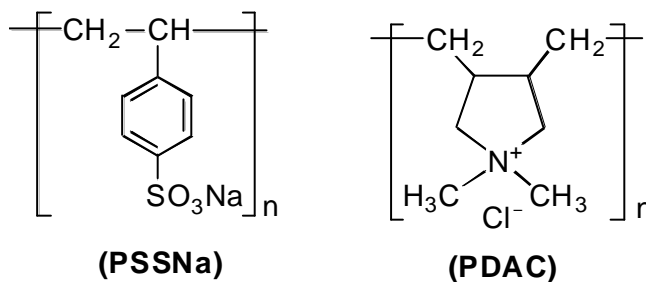
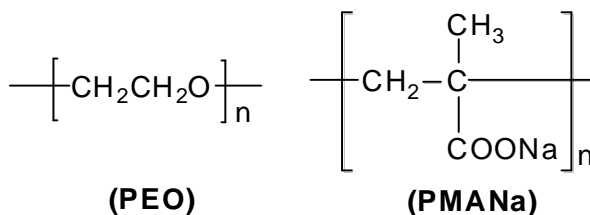


### 3.2 聚合物定性分析鑑定

你有 5 管樣品溶液，編號為 X-1~5 (其中 X 為英文字母 A-H，你需要將你樣品的英文字母寫在答案卷上)，每管樣品中只有一個以下化合物 (所有的都有用到)。濃度為  $0.05 \text{ mol L}^{-1}$  (聚合物中以單體計算之濃度)。你要進行下列實驗，來判斷化合物。



(TEG)



有用資訊：

- (1) 在實驗 3-1 中，兩種離子型聚合物在適當量混合後會聚集之現象，可應用在在此實驗中，幫助判斷溶液中的化合物。
- (2) 樣品瓶裝 5 mm 高之樣品，約為 1 mL。記得每樣樣品只有 10 mL。

實驗步驟：

- (1) 將任兩溶液等體積混和到樣品瓶中，觀察結果。
- (2) 再用塑膠滴管加入約 10 滴  $0.5 \text{ mol L}^{-1}$  的 HCl 溶液 ( $0.5 \text{ mol L}^{-1}$  HCl) 到每一樣品瓶中。觀察結果，並判斷每個溶液中的化合物。

在答案卷上勾選正確答案，記得寫出你的樣品編號。