

Part A

一元硬幣中的合金主要組成之定量分析

原理及方法

一元硬幣中的合金主要是銅和鎳，另含少量的鋅。本實驗要測定兩個主要金屬：銅和鎳。銅是由碘滴定法測量，鎳則是利用吸收光度法。

將一個一元硬幣(約 3.8 克)稱重後溶於硝酸中，完全溶解後，用水稀釋，達總體積 100 mL 為 A 溶液。請取 A 溶液 15.0 mL 並以容量瓶稀釋到 100 mL，此稀釋液為 B 溶液。

金屬此時是以 $M^{2+}_{(aq)}$ 的形式出現，溶液並含硝酸鹽陰離子。

1. 寫出溶解金屬（銅，鎳，鋅都用 M 代替）之氧化還原平衡方程。(5%)

濃硝酸：當濃硝酸與金屬發生反應時，會產生棕色的二氧化氮氣體。



稀硝酸：大多數金屬與稀硝酸發生反應會被氧化，稀硝酸被還原成無色的一氧化氮氣體。



Cu^{2+} 之定量分析步驟

用吸量管取 10.00 mL 的 B 溶液到錐形瓶。加入約 3 mL 10% 的碘化鉀溶液，再加約 10 mL 去離子水。將錐形瓶置於暗處 10 分鐘。

用硫代硫酸鈉 (0.030 M) 滴定此溶液，直至顏色成為鮮黃色。加入澱粉溶液繼續滴定，直至顏色達無色。

記錄並回答下列問題：

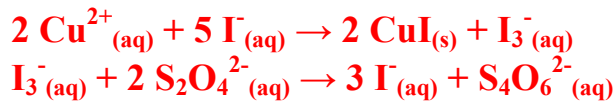
2. 記錄滴定體積，並求平均值。(35%)

	取 B 溶液體積	滴定前刻度	滴定後刻度	滴定體積
1				
2				
3				

平均

27.4 mL

3. 寫出 Cu^{2+} , I^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 之氧化還原平衡方程。(5%)

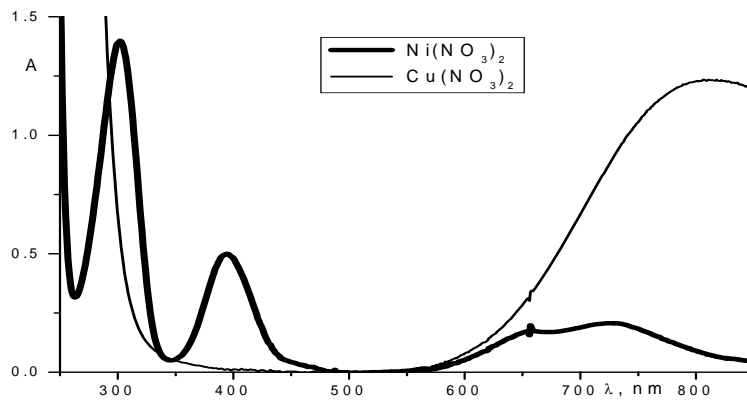


4. 計算銅在一元硬幣中的重量百分比(硬幣重 3.8 克, Cu:63.55)。(5%)

$$3.48 \text{ g} / 3.8 \text{ g} = 91.65\%$$

Ni^{2+} 之定量分析步驟

下圖的吸收曲線是 0.1 M 的鎳 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 和 0.1 M 的銅 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 的溶液在 300 到 800 nm 間的吸收。



5. 寫出你認為最適合測量 Ni^{2+} 的吸收波長。(10%)

~ 400 nm

用標準鎳溶液 (0.1M) 配製一系列稀釋的溶液。用吸量管取 0, 2.00, 4.00, 6.00 和 8.00 mL 到試管中，然後加入 10, 8.0, 6.0, 4.0 和 2.0 mL 水。仔細混合。加上你的原始樣本，用光度計測量各樣品的吸收。

記錄並回答下列問題：

6. 記錄標準鎳溶液之濃度和吸收度。

	1	2	3	4	5	6
濃度						
吸收度						

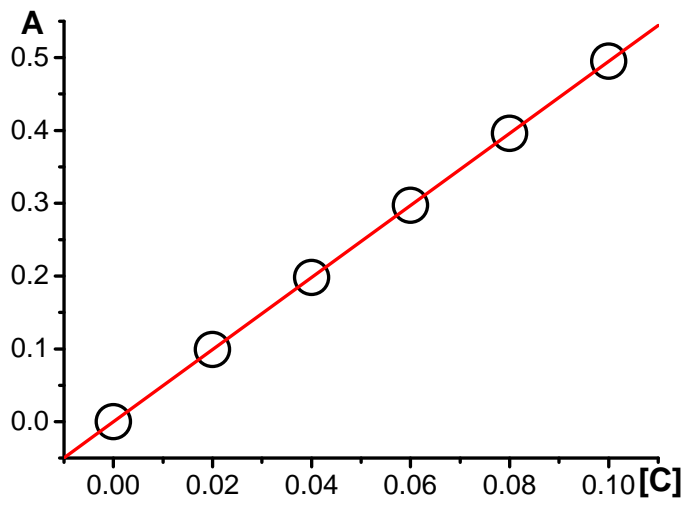
7. 待測樣品溶液的吸收度。(35%)

~ 0.2

~ 0.0389 M

編號：_____

8. 在方格紙上畫出 Ni^{2+} 離子濃度對吸收度的作圖。



9. 計算鎳在一元硬幣中的重量百分比(硬幣重 3.8 克，Ni:58.69)。(5%)

$$0.228 \text{ g} / 3.8 \text{ g} = 6.00\%$$

Part B

<用銅(I)-催化 isoxazole 的形成>

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。

本試卷一共 7 頁(包含此頁)。

公用實驗器材及藥品

- 毛細管
- 紫外線燈 (UV 燈)
- TLC 的展開液 (EA: hexane = 1 : 10)
- 抽濾裝置
- 塑膠滴管
- 膠台及膠帶
- 工業級丙酮 (已裝於洗瓶中)

實驗器材 (每人一份)

- TLC 的展開槽 (1 個)
- 7mL 樣品瓶含蓋 (1 個)
- 7mL 樣品瓶 (1 個)
- 10mL 量筒 (1 個)
- TLC 片 (5 片)
- 溫度計
- 100mL 圓底瓶 (1 個)
- 刮勺 (1 支)

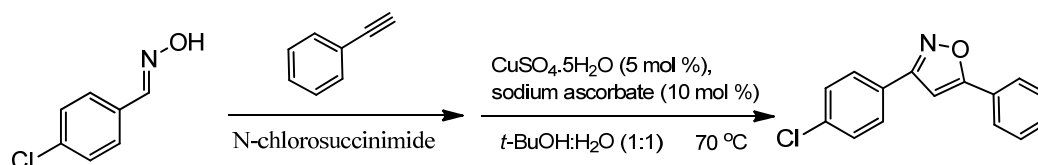
編號：_____

- 磁石 (1 個)
- 鑷子 (1 支)
- 加熱攪拌器
- 布氏(陶瓷)抽濾漏斗
- 金屬鍋 (1 個)
- 活性碳口罩 (1 個)
- 拋棄式手套 (1 雙, 可隨時更換)
- 濾紙 90mm (2 張)

實驗藥品

- (E)-4-chlorobenzaldehyde oxime
- N-chlorosuccinimide (NCS), N-氯代丁二醯亞胺
- 苯乙炔, C₈H₆
- 含五個結晶水的硫酸銅, CuSO₄·5H₂O (前方領取)
- 抗壞血酸鈉 sodium ascorbate, NaC₆H₇O₆
- 氨水, NH_{3(aq)}, 10% wt
- 新丁醇, (CH₃)₃COH

實驗原理



“點擊化學”是最廣為流傳的化學概念之一，例如：用銅(I)來催化炔進行Huisgen 偶極環化加成反應。

(一) 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或鑑定混合物的方法。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)之間的分布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，用毛細管吸取少量溶液並點在層析片的一端，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

編號：_____

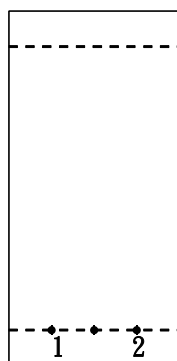
計算各成分移動的距離，與展開劑移動的距離之比值，得 R_f 值。此數值為該化合物於此展開劑的特性，可作鑑定、分離混合物之最佳條件之用。

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 2.5mmol 的 4-chlorobenzaldehyde oxime，和 3.0mmol 的 NCS 加入 100mL 圓底瓶，再加入 15mL 新丁醇水溶液(已由新丁醇與水依 1:1 的比例配置而成)並放入磁石。攪拌 5 分鐘。
- 2、接著將以下藥品加入反應瓶內。
 - a) 2.0mmol 的苯乙炔。
 - b) 1.0mL 抗壞血酸鈉水溶液。
 - c) 3~4 滴(5mol%)濃度為 1M 的含五個結晶水的硫酸銅水溶液。
- 3、在 45°C 下攪拌 30 分鐘後，將溫度提高到 65 °C 下持續攪拌約 90 分鐘，直到由 TLC 分析結果顯示反應已完成(用比例為 1:10 的乙酸乙酯:己烷的混合液當展開液)。
- 4、用毛細管從反應瓶中沾取少量步驟 3 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)



- 5、再至前面講桌，用毛細管(請至前面講桌領取)沾取少量的標準液輕輕地點在標 1 的位置(請輕輕點在所指定的位置上，如上圖)
亦即：1 為苯乙炔標準液，2 為反應瓶的溶液。
- 6、取約 2mL 的展開液(請至前面講桌領取)加到展開槽中，之後將步驟 5 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：_____

- 7、將步驟 6 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）
- 8、用 20mL 的冰水稀釋反應的混合物，然後加入 3.0mL 10%wt 的氨水。室溫下攪拌 10 分鐘。
- 9、利用布氏漏斗以抽氣過濾的方式收集結晶固體。並用清水數毫升清洗晶體。
- 10、利用刮勺，刮取少量的固體，並將其置於 7mL 樣品瓶中，再用少量的工業級丙酮溶解之。
- 11、用毛細管從步驟 10 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 4 的位置。（請輕輕點在所指定的位置上，如下圖）

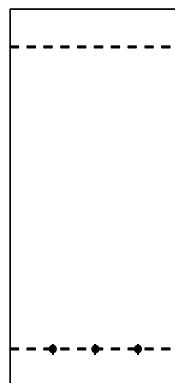
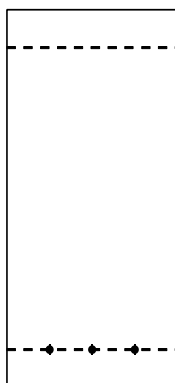


- 12、重複步驟 5~7。亦即：左邊 3 為苯乙炔標準液，右邊 4 為步驟 10 的溶液，
- 13、將已描繪出 UV 吸收位置的 TLC 片，貼到下方實驗紀錄(一)中所指定的位置上。（請至前面講桌拿取膠帶）
- 14、將其餘產物固體移至 7mL 樣品瓶中，貼上標籤，交至監考老師。（由老師測產率，及其純度。）

實驗紀錄

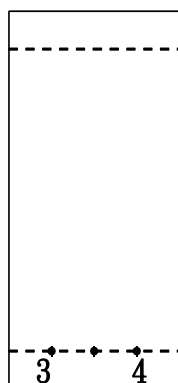
(一)

- (a)將 TLC 片貼到所指定的位置上，並以鉛筆描繪出 TLC 片在 UV 燈下的顯示結果。
(10 分)



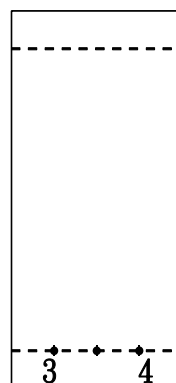
編號：_____

1 2
(步驟 7 的 TLC 片)



(步驟 13 的 TLC 片)

1 2
(描繪出步驟 7 的 TLC 片)



(描繪出步驟 13 的 TLC 片)

(二)請詳列算式，計算理論產率以及實際產率：(計算至小數點後三位)(60分)

7mL 樣品瓶 (含蓋) 的重量：_____ g

7mL 樣品瓶 (含蓋) 加上產物的重量：_____ g

產物的重量：
$$\frac{\text{樣品瓶加產物的重量}}{\text{樣品瓶(含蓋)的重量}} \text{ g} - \frac{\text{樣品瓶(含蓋)的重量}}{\text{樣品瓶(含蓋)的重量}} \text{ g}$$
$$= \text{_____ g}$$

(請詳列計算式)(計算至小數點後三位)

(假設原子量 H：1.00；O：16.00；C：12.00；N：14.00；Cl：35.50)

- A. 請寫出此反應產物之分子式：C₁₅H₁₀ClNO。
- B. 請寫出此反應產物之分子量：255.50。
- C. 理論產率：0.511g。
- D. 實際產率：_____。

(三) 產物純度的測量(相關數據由老師量測)。(30分)