第 28 届中国化学奥林匹克（决赛）实验试题

2014 年 11 月 28 日　长春

钙化合物的制备和有机钙化合物中钙质量分数的测定

特别提示

实验考试过程中必须穿实验服，戴防护眼镜，过肩长发必须盘上。如有违规，第一次将受到监考教师的警告，第二次实验成绩将被扣除5分，第三次将被取消实验考试资格，实验考试成绩以零分计。严禁携带手机及其他电子通信产品进入实验考试区，如有违规，取消实验考试资格，实验考试成绩以零分计。

注意事项

1. 开始实验前务必在实验报告上填写营号。
2. 进入考场前请仔细阅读实验考试须知，进入实验室后，一切服从监考教师安排。按照清单检查所提供设备、仪器、玻璃器皿、试剂和材料是否齐全、完好，若有问题，应及时报告监考教师。确认无误后，开始阅读试题。清点仪器和阅读试题的时间为20分钟。主考教师宣布实验开始指令后，正式开始实验。
3. 实验考试时间为4个小时。每延时3分钟扣1分；延长时间最多不超过15分钟。
4. 实验考试中禁止交谈，中途离开或再次进入实验室须经监考教师同意。
5. 必须依照实验规程使用实验药品和实验设备。一旦发生安全事故，必须立即报告监考教师。因个人操作不当引起安全事故、打碎玻璃仪器，按规定扣分。
6. 若实验失败，可自行决定是否重做，或向监考教师索要样品进行后续实验。
7. 所有实验记录及问题解答一律写在实验报告指定位置，写于其他位置无效。不得私自涂改原始数据，若需改动应向监考教师报告，经监考教师及营员本人同时签字确认。
8. 实验结束，将实验试题、实验报告及所要求的相关物品一并交予监考教师。
9. 实验结束后需清洗仪器、整理台面（不计入实验时间）。经监考教师许可，离开实验室。

搪瓷盘内的仪器和物品（2 人共用）

序号	仪器/物品	规格	个数	备注
1	烧瓶托	250 mL	2	每人 1 个
2	剪刀		2	每人 1 把
3	镊子		2	每人 1 个
4	带孔硅胶塞		2	每人 1 个
5	洗耳球		2	每人 1 个
6	滤纸	10 cm×10 cm	若干	
7	标签纸		若干	
8	胶管		4 根	每人 2 根
9	双顶丝		4	每人 2 个
10	烧瓶夹		4	每人 2 个
11	线手套		2 副	每人 1 副
12	防护镜		2	每人 1 个
13	一次性手套		2	每人 1 副

整理箱内的仪器和物品

序号	仪器/物品	规格	个数	备注
1	圆底烧瓶	100mL	1	
2	锥形瓶	100mL	1	
3	锥形瓶	250 mL	2	
4	烧杯	50mL	1	
5	烧杯	250mL	1	
6	烧杯	500mL	1	
7	球形冷凝管	19#, 200mm	1	
8	量筒	10mL	1	
9	量筒	100mL	1	
10	玻璃搅拌棒	15cm	1	
11	表面皿	10cm	1	
12	蒸发皿	150 mL	1	
13	布氏漏斗	8cm	1	
14	抽滤瓶	250 mL	1	
15	磁子	1cm	1	
16	药勺		1	
17	胶头滴管		2	

在实验台上的仪器和物品

序号	仪器/物品	规格	个/人	备注
1	加热磁力搅拌器	上海豫康	1	
2	滴定台		1	
3	蝴蝶夹		1	
4	去离子水洗瓶（塑料）	500mL	1	
5	移液管	A 级，20.00mL	1	
6	滴定管	A 级，50.00mL	1	
7	移液管架	木质	2 人共用	
8	抹布		1	
9	塑料盘		2 人共用	装垃圾
10	pH 试纸	50mL 广口瓶盛装	2 人共用	
11	滤纸片	塑料盘盛装	2 人共用	
12	去离子水（塑料桶）	5L	2 人共用	
13	水泵	立式	4 人共用	位于实验台两侧

实验室边台上的仪器和物品

序号	仪器/物品	规格	个/人	备注
1	烘箱		8 人共用	
2	电子天平	0.01 g/610g	4 人共用	
3	邻羟基苯甲酸甲酯	A.R，60mL 滴瓶	4 人共用	搪瓷盘内
4	石灰石粉	粉末，50mL 广口瓶	4 人共用	搪瓷盘内
5	氢氧化钠	A.R，500g，塑料瓶	4 人共用	搪瓷盘内
6	称量纸	10 cm×10 cm	若干	搪瓷盘内

试剂架上的仪器和物品

序号	仪器/物品	规格	个/人	备注
1	盐酸溶液	6 mol L^{-1}，125mL 滴瓶	2 人共用	对面 2 人共用
2	硝酸溶液	6 mol L^{-1}，125mL 滴瓶	2 人共用	对面 2 人共用
3	氢氧化钠溶液	6 mol L^{-1}，125mL 滴瓶	2 人共用	对面 2 人共用
4	乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA）标准溶液	500mL 塑料瓶	每人一瓶	
5	硫酸镁溶液	60mL 滴瓶	每人一瓶	
6	铬黑 T 指示剂	0.5%水溶液，30mL 滴瓶	2 人共用	
7	有机钙溶液	500mL 塑料瓶	每人一瓶	
8	缓冲溶液	pH=10，250mL 白玻瓶	2 人共用	对面 2 人共用

钙化合物的制备和有机钙化合物中钙质量分数的测定

一、实验内容

1. 化合物 A 的合成：以冬青油（邻羟基苯甲酸甲酯）为原料，在水溶液中进行反应，合成化合物 A。
2. 化合物 B 的合成：以石灰石为原料制备氢氧化钙，氢氧化钙与 A 反应合成化合物 B。
3. 有机钙化合物中钙含量及结晶水数量的测定。

二、相关物质的性状

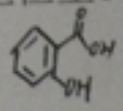
名　称	分子式或化学式	相对分子质量	性状	m.p./℃	溶解性
邻羟基苯甲酸甲酯	$C_8H_8O_3$	152.15	无色或淡黄色液体	−8	易溶于乙醇、乙醚，微溶于水
氢氧化钠	NaOH	40.00	白色固体		易溶于水、甲醇、乙醇
硝酸	HNO_3	63.01	无色溶液		溶于水
石灰石	$CaCO_3$	100.09	白色固体	1339	难溶于水
乙二胺四乙酸二钠盐	$C_{10}H_4N_2O_8Na_2{\cdot}2H_2O$	372.24	白色结晶	252	易溶于水
硫酸镁	$MgSO_4$	120.37	白色结晶	1124	易溶于水
氢氧化钙	$Ca(OH)_2$	74.09	白色固体	580	微溶于水(1.65g/L)
氯化铵	NH_4Cl	53.49	白色固体		溶于水
铬黑 T 指示剂	$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$	461.38	黑色粉末		易溶于水和醇

三、化合物 A 的合成

回流开始：08：35
回流结束：08145

称取 2.50 g 邻羟基苯甲酸甲酯，加入到 100 mL 圆底烧瓶中，加入 40 mL 水、3.80 g 氢氧化钠，搅拌下加热回流 10 分钟，冷却。用 6 mol L^{-1} 盐酸调 pH 为 2，水冷却以析出固体。减压过滤收集滤饼，用 6 mL 水分两次洗涤，抽干后得到化合物 **A**。将 **A** 放入烘箱，于 110℃ 干燥 10 分钟后，每 2 分钟称重一次至恒重。记录产品的质量，计算收率。

回打9:24



四、化合物 B 的合成

1. 氢氧化钙的制备 9:00

称取 2.00 g 石灰石粉，置于 100 mL 锥形瓶中，量取 10 mL 浓度为 6 mol L^{-1} 的 HNO_3 溶液，分次加入到锥形瓶中。反应完毕后，将溶液加热至沸腾，稍冷后减压过滤除去不溶的杂质。向滤液中加入 20 mL 6 mol L^{-1} 氢氧化钠溶液，有白色沉淀生成。加热煮沸 5 分钟，稍冷后减压过滤，用 20 mL 去离子水分次洗涤沉淀，得氢氧化钙固体。将此固体放入烘箱，于 110℃ 干燥 10 分钟，冷却，备用。

2. 化合物 B 的合成 10:00

向100mL 圆底烧瓶中加入 1.38 g 化合物 **A**、0.40 g 自制的 $Ca(OH)_2$ 固体和 15 mL 水，搅拌下加热回流 5 分钟。趁热减压过滤，将滤液转入蒸发皿，水蒸汽浴加热浓缩掉近一半溶液，立即停止加热，冷却析出固体。减压过滤并收集滤饼，得到化合物 **B**，用 4 mL 水分两次洗涤，将 **B** 放入烘箱，于 110℃ 干燥 10 分钟后，每 2 分钟称重一次至恒重，记录 **B** 的质量，计算收率。

五、有机钙化合物中钙含量及结晶水数量的测定 11:00

1. 用 EDTA 标准溶液润洗滴定管后，在该滴定管中装入 EDTA 标准溶液，调至零刻度。

2. 向 250 mL 锥型瓶中加入 10 mL 水、10 mL NH_3-NH_4Cl 缓冲溶液和 5mL 硫酸镁溶液。滴加 4 滴铬黑 T 指示剂，摇匀。用 EDTA 标准溶液滴定至终点。记录消耗的 EDTA 标准溶液体积 V_1。

3. 向上述锥形瓶中加入 20.00 mL 待测有机钙化合物溶液，摇匀，继续用 EDTA 标准溶液滴定至终点。记录消耗的 EDTA 标准溶液的总体积 V_2。

滴定分析实验须至少平行做三次。

六、处理数据和解答问题

根据实验记录数据，按要求进行计算，并回答问题。全部填写完毕后，将试题、实验报告、产品（**A**、**B**、氢氧化钙分别装于自封袋中，写上营号）交予监考教师。

七、 洗涤和清点仪器

将设备断电后，洗涤、清点所用器皿，报告监考教师验收。经监考教师验收后，按要求统一离开实验室。