第 28 届中国化学奥林匹克（决赛）实验考试

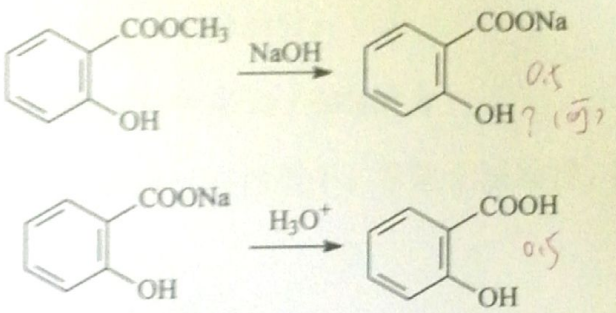
评分标准

2014 年 11 月 28 日　长春

钙化合物的合成和有机钙中钙质量分数的测定

一、化合物 A 的合成 （共 9 分）

合成 A 的反应式



反应式正确得 1 分，每个 0.5 分，反应式错误或者没有画出得 0 分

列式并计算收率（%）(2 分)

列式正确得 1 分

计算正确得 1 分

列式不正确此题得 0 分

A 的收率　（6 分）

分数：　收率大于等于 90%按 6 分给分；

收率小于 90% 按实际收率×6 / 90%给分

称量时未将滤纸去除，此项扣 3 分　收率大于 100% 此项扣 2 分

Scanned by CamScanner

二、化合物 B 的合成 （共 11 分）

列式并计算收率（%）2 分 列式正确得 1 分 计算正确得 1 分 列式不正确此项得 0 分 若 B 由浓缩蒸干直接得到，此项不得分
B 的质量 （9 分） 分数：收率大于等于 60%按 9 分给分； 收率小于 60%按实际收率×9 / 60%给分 合成 B 过程中，浓缩时液体蒸干，导致无法抽滤，B 质量得分扣 5 分 收率大于 100% 此项扣 5 分 称量时未将滤纸去除，此项扣 5 分

三 滴定分析

1.数据记录（ 4 分）

记录项目	分数	评分标准
c_{EDTA} (mol/L)	0.5	缺一个数据记录或一个数据的有效数字错误，扣 0.5 分
$c_{有机钙}$(g/L)	0.5	
V_1 (mL)	0.5	
V_2 (mL)	0.5	
V_2-V_1 (mL)	0.5	

Scanned by CamScanner

用 EDTA 滴定硫酸镁至终点时，溶液颜色为：	0.5	纯蓝色或蓝色均正确
加入待测钙溶液，溶液颜色为：	0.5	酒红色或红色均正确
用 EDTA 滴定至终点，溶液颜色为：	0.5	纯蓝色或蓝色均正确

四、数据处理（共 10 分）

1. 写出计算有机钙中钙质量分数 ω 的公式。**（1 分）**

$$\omega = c_{EDTA} \times (V_2 - V_1) \times Mr_{Ca} / (V_{有机Ca} \times c_{有机Ca}) \times 100\%$$

用已知数据带入公式正确得分。

2.计算 3 次滴定分析中钙的质量分数和平均质量分数。**（8 分）**

真值：8.94%

4 组质量分数中，每组真值在 8.91%到 8.97%之间(按相对误差 0.3%计算)得 2 分，其余按 2× [1-(相对误差绝对值 / 3%)] 计算得分；

质量分数应保留 3 位有效数字，有效数字错误，本题扣 0.5 分（质量分数在 1-10%范围内，有效数字应为三位）

3. 若有机钙为葡萄糖酸钙（$Ca(C_6H_{11}O_7)_2 \cdot nH_2O$），计算 n 值。**（1 分）**

$n=1$

n 值在 0.5~1.5 范围内，得满分。

Scanned by CamScanner

五、回答问题（共 6 分）

1. 为什么在制备化合物 **B** 过程中，要充分洗涤氢氧化钙？（**2 分**）

答案：最终产物 **B** 的收率降低、纯度降低。（1 分）

因为抽滤时氢氧化钙混有大量的氢氧化钠及硝酸钠，如果不充分洗净，氢氧化钠粘附在氢氧化钙表面。在制备化合物 **B** 时，氢氧化钠与化合物 **A** 反应，降低了化合物 **A** 与氢氧化钙反应的量。（1 分）

2. 写出滴定过程中加入有机钙化合物溶液时发生的化学反应。（EDTA 用 H_2Y^{2-} 表示；指示剂用 HIn^{2-} 表示）（**2 分**）

$$Ca^{2+} + MgY \longrightarrow CaY^{2+} + Mg^{2+}$$

$$Mg^{2+} + HIn^{2-} \longrightarrow MgIn^{-} + H^{+}$$

每个反应式 1 分。

3. 请阐述 Mg^{2+} 在滴定过程中的作用及机理。（**2 分**）

镁离子作为滴定的辅助指示剂使用。（**0.5 分**）

机理：铬黑 T 与钙离子形成的络合物不够稳定，易导致终点提前。铬黑 T 与镁离子形成的配合物稳定性高于与钙离子形成配合物的稳定性，显色的灵敏度高于与钙离子显色的灵敏度。从而可以减小滴定误差，提高终点变色敏锐性。（**1.5 分**）

（络合物稳定关系 $CaY^{2-}>MgY^{2-}>MgIn^{-}>CaIn^{-}$）

Scanned by CamScanner

额外扣分项（从实验总分中扣除)

1. 拖延时间，按规定扣分。考试时间每延长 3 分钟扣 1 分，延长时间最长不超过 15 分钟。

2. 由操作不当损坏仪器，每损坏一件扣除 1 分。

3. 索要原料重新合成 A 扣 3 分，索要化合物 A 进行后继实验，一次（无论多少）扣 3 分，索要氢氧化钙进行后继实验，一次（无论多少）扣 3 分。

5. 废液和固体废料未按照规定处理，一次扣 2 分。

6. 未经允许涂改实验数据，一次扣 2 分。

7. 因个人原因造成安全事故，扣 10 分。

8. 产品称量在 0.03 克以外算不恒重，扣 2 分。

Scanned by CamScanner