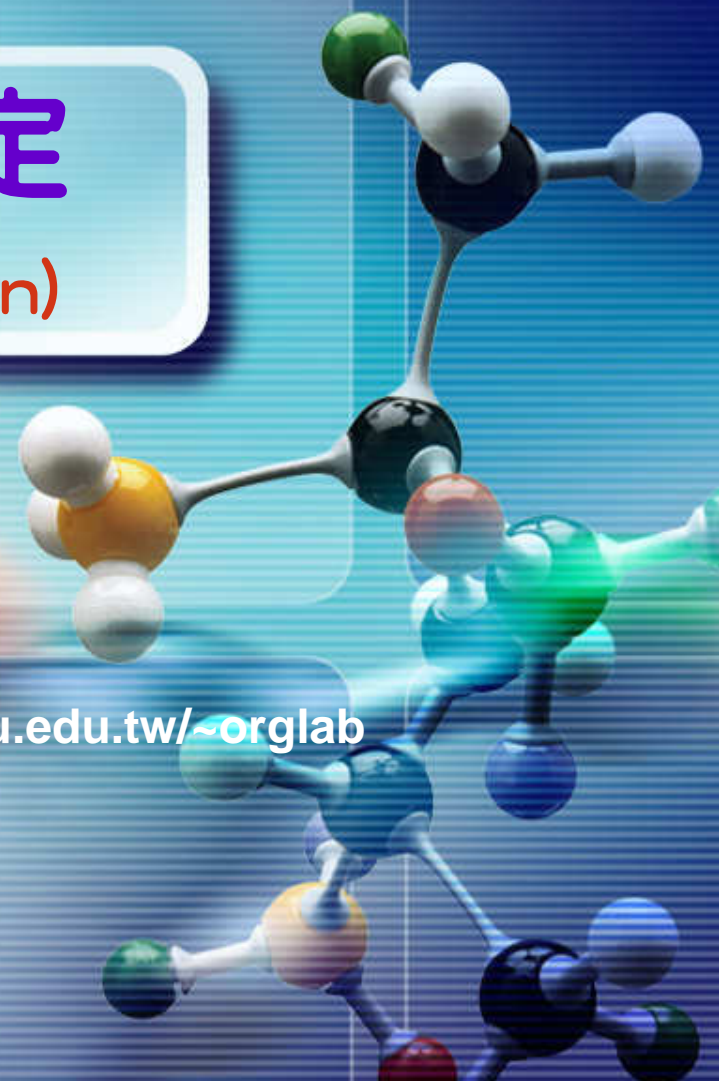




實驗六 氧化還原滴定

(Oxidation-Reduction Titration)

<http://www2.thu.edu.tw/~orglab>



滴定之離子方程式：



(紫)

(無色)

(無色)

+7

+3

+2

+4



A. 配製滴定用的 $\text{KMnO}_4(\text{aq})$: (跟課本不同)

取已配好之 10mL 1N (0.2M) $\text{KMnO}_4(\text{aq})$



加蒸餾水 (~90mL) 稀釋至 100mL (~0.1N)



在燒杯內,以玻棒充分攪拌均勻



取 5mL $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 潤洗滴定管壁 (下端需關閉)



透過漏斗小心倒入 $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 至滴定管內 (下端需關閉)



※ $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 具高氧化性, 勿接觸皮膚

B. 標定 $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ (共作兩次) : (課本 步驟B 1. 不用做)

精秤 $\sim 0.1\text{g}$ 乾燥過的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 於 250mL 燒杯內 (記錄重量)



加入 20mL 蒸餾水溶解



加入 2mL 18M H_2SO_4 酸化 (小心取用)



加熱到 80°C (不可超過 90°C)



以 0.1N $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 滴定至終點 (淡粉紅色出現 15 秒不消失)
(滴定過程隨時注意溫度不可低於 60°C)



記錄使用 $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 的體積(初、末)



再重複一次標定 $\text{KMnO}_4(\text{aq})$ 的步驟

C. 滴定未知樣品,測草酸根($C_2O_4^{2-}$)含量:(只作一次)

稱 0.1~0.2g 未知樣品(#1~6) 於250mL燒杯內 (記錄重量)



加入 20mL 蒸餾水溶解



加入 2mL 18M H_2SO_4 酸化



加熱到 $80^\circ C$ (不可超過 $90^\circ C$)

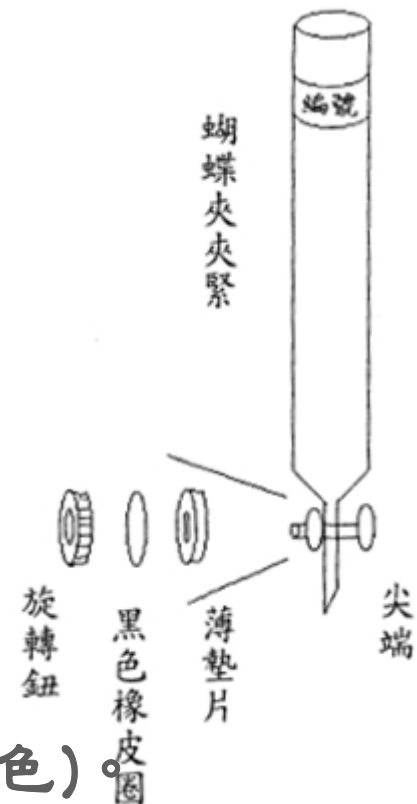


以 0.1N $KMnO_4(aq)$ 滴定至終點 (淡粉紅色出現15秒不消失)
(滴定過程隨時注意溫度不可低於 $60^\circ C$)



記錄使用 $KMnO_4(aq)$ 的體積(初、末)

1. 滴定管(buret)按編號、組別取用,用後拆洗,(先使用10%NaHSO_{3(aq)}沖淋,用清水清洗,再組回)。
2. 先用水試,看是否會漏。
3. 以滴定液(0.1N KMnO₄)潤洗管壁,每次5mL。
4. 記錄使用初、末之刻度(垂直讀取)。
最小刻度 + 一位估計值(0.01mL)
5. 滴定前,尖端處不可留空白或有氣泡。
6. 滴定前漏斗取下,燒杯下放一張白紙(以判定顏色)。
7. 一手控制旋鈕(流量),另一手取燒杯輕輕旋轉。



步驟B：標定 KMnO_4 ，求 $N_{\text{KMnO}_4} = ?$

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的當量數 = KMnO_4 的當量數

$$\frac{\text{Wt}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{134 / 2} = N_{\text{KMnO}_4} \times V_{\text{KMnO}_4} (\text{L})$$

步驟C：滴定未知，求 $\text{Wt}\% (\text{C}_2\text{O}_4^{2-}) = ?$

KMnO_4 的當量數 = $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的當量數

$$N_{\text{KMnO}_4} \times V_{\text{KMnO}_4} (\text{L}) = \frac{\text{Wt}(\text{C}_2\text{O}_4^{2-})}{88 / 2}$$

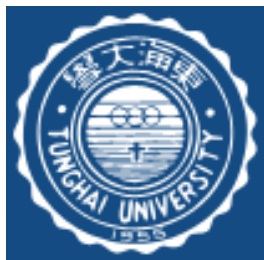
$$\therefore \text{Wt}\% (\text{C}_2\text{O}_4^{2-}) = \frac{\text{Wt}(\text{C}_2\text{O}_4^{2-})}{\text{Wt}(\text{稱取未知物的重量})} \times 100\%$$

1. 未用完之 KMnO_4 滴定液,在確定成績後,再倒入廢液桶。
(否則重做需重新標定 KMnO_4 濃度)
2. 稀釋 KMnO_4 或硫酸溶液時,將溶液一邊倒入蒸餾水,
一邊攪拌均勻,放熱劇烈時,可**冰浴**。
3. 不小心碰到 KMnO_4 (氧化劑)可用 NaHSO_3 (還原劑)去除。



- 檢查實驗結果之數據。
- 收拾桌面,各項器材歸定位,由小助教檢查完畢評分後方可離開實驗室
- 實驗問題: 1, 3
- 討論分數占10%,要寫,不可一句話帶過。





The End !

<http://www2.thu.edu.tw/~orglab>