



國立中正大學

*National Chung Cheng University*



積極創新 修德澤人



**114-1**

**補充教材三、氧化還原滴定—草酸鹽之分析**

**114.10.26 ~ 114.11.01 (預估操作時間：1.5 小時)**

# 一、目的

- 經由過錳酸根及草酸根的反應了解何謂**氧化還原反應**。
- 用**氧化還原滴定**求未知物所含某物質的比例。



## 二、原理

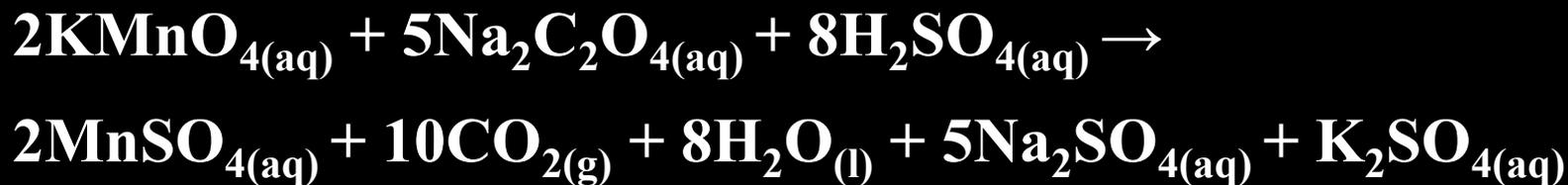
- 氧化：原子或離子失去電子而造成氧化態的增加。
- 還原：原子或離子得到電子而造成氧化態的減少。

→ 當一個反應發生時，若其中有一反應物發生氧化反應，則必有另一個反應物發生還原反應。

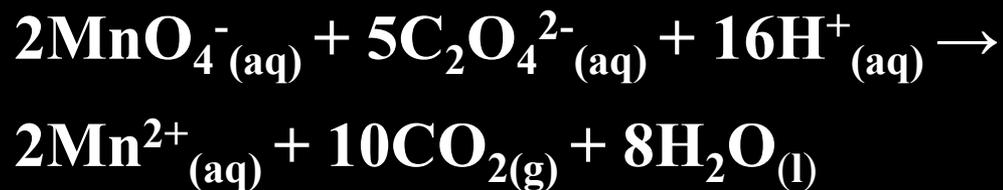
## 二、原理

- 本實驗中配製標準  $\text{MnO}_4^-$  (aq) 溶液，以一已知濃度之草酸鹽溶液在**酸性狀態**下來標定此標準溶液，再用此標準溶液來分析一未知草酸鹽中草酸根的含量。

分子式：



離子式：



## 二、原理

- 在氧化還原反應中，反應物中有元素的氧化數改變物質稱為氧化劑或還原劑，其當量等於該物質的分子量除以氧化數改變，而當量濃度為每升溶液所含的當量。
- $\text{MnO}_4^-$  (aq) 為紫色，而  $\text{Mn}^{2+}$  (aq) 為無色，在滴定剛開始時  $\text{MnO}_4^-$  (aq) 和  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  (aq) 反應形成  $\text{Mn}^{2+}$  (aq)，當  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  (aq) 用盡後，過量的  $\text{MnO}_4^-$  (aq) 會使溶液轉為淡紫色。

## 二、原理

- 此反應在室溫下反應很慢，所以需加熱到 **80°C**，其速率會隨著  $\text{Mn}^{2+}_{(\text{aq})}$  的增加而上升，即  $\text{Mn}^{2+}_{(\text{aq})}$  為此反應的催化劑，像這種由生成物作為催化劑的反應稱為**自身催化反應**。

# 三、儀器與材料

## 儀器

燒杯(250 mL)	錐型瓶(250 mL)	電磁加熱攪拌器
溫度計	鐵架	安全吸球
錶玻璃	吸量管(25 mL)	塑膠滴管(3 mL)
量筒(100 mL)	滴定管(50 mL)	漏斗
量筒(10 mL)	刮勺	磁攪拌子

★滴定管由助教提供

# 三、儀器與材料

## 藥品

0.02 M  $\text{KMnO}_{4(\text{aq})}$  \*\*

草酸鈉晶體\*\*

3.00 M  $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$  \*\*\*\*

未知物(草酸鹽)\*\*

\* 具有氧化性

\* 具有毒性

\* 具有脫水性

\* 具有腐蝕性

\* 具有刺激性

# 四、實驗步驟

## (一) 過錳酸鉀溶液的配製

1. 秤取約 **0.480 g** 的  $\text{KMnO}_{4(s)}$  加入 250 mL 燒杯中，再加入 **150 mL** 去離子水溶解之。
2. 將錶玻璃蓋住杯口，並緩慢加熱及攪拌 5 分鐘至錶玻璃上有水汽附著。



圖一、過錳酸鉀溶液



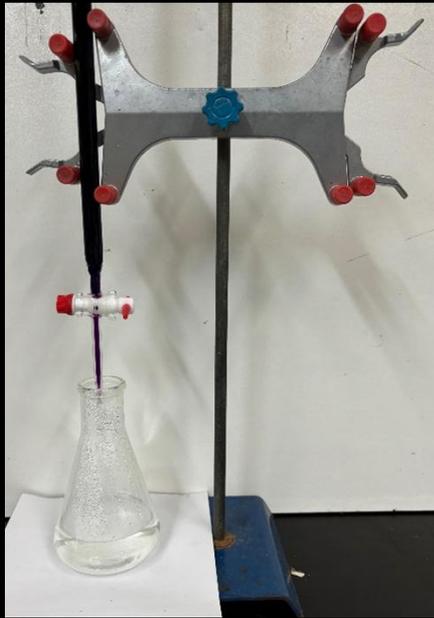
圖二、水汽附著錶玻璃

## (二) 草酸鈉溶液的配製

1. 秤取約 **0.500 g** 的  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_{4(s)}$  置於錶玻璃上，放入烘箱中乾燥約三十分鐘。
2. 秤取約 **0.250 g** 烘乾後的  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_{4(s)}$ ，置於 250 mL 的錐形瓶中。
3. 用 **100 mL** 的去離子水溶解  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_{4(s)}$ ，並緩慢加入 **25 mL** 的 **3 M  $\text{H}_2\text{SO}_{4(aq)}$** ，**加熱及攪拌至  $80^\circ\text{C}$** ，**但不可超過  $90^\circ\text{C}$** 。

## (三) 標定過錳酸鉀溶液的濃度

1. 迅速的以過錳酸鉀溶液滴定之，**到達滴定終點時溫度不可低於  $60^{\circ}\text{C}$** ，觀察溶液顏色變化，並記錄過錳酸鉀體積。



圖三、滴定裝置圖

註: 滴定管詳細操作方式於國立中正大學普通化學實驗基礎實驗技術操作網頁查詢觀看



圖四、蝴蝶夾



圖五、滴定裝置近照

## (四) 草酸鹽分析

1. 取烘乾之後的未知草酸鹽秤取 **0.250 g** 置於 250 mL 的錐形瓶中，並重複 (二) 和 (三) 部分的實驗步驟。
2. 利用實驗的結果計算出未知草酸鹽中含草酸根的重量級百分比。

達滴定終點前



圖六、滴定前顏色



達滴定終點時



圖七、滴定後顏色

# 五、注意事項

1. 滴定管須先用 DI 水洗過後再用過錳酸鉀溶液潤洗。
2. 請用漏斗添加過錳酸鉀溶液至滴定管內，接近刻度 0 時用滴管補滿。
3. 每台電磁加熱攪拌器的功率不同，加熱時須觀察溫度上升速度，避免溫度上升太快。
4. 加熱草酸鹽溶液時須緩慢增加溫度至 **80 ~ 90°C**，若加熱溫度超過 90°C，草酸根被分解成  $\text{CO}_{(g)}$ 、 $\text{CO}_{2(g)}$ 、 $\text{HCOOH}_{(aq)}$ ，造成反應誤差變大或反應失敗。
5. 加熱後的草酸鈉溶液要移開加熱器再開始滴定，且此步驟需配戴棉布手套避免燙手。

## 五、注意事項

6. 滴定時的動作要快且精準，當實驗溫度低於  $60^{\circ}\text{C}$  時，氧化還原反應速度會過慢而不易觀察。
7. 當溶液轉為粉紫色時需停止滴定，等待 10~20 秒確認顏色沒有變回透明時，即到滴定終點，避免滴定過量。
8. 實驗進行中，務必要穿著實驗衣，並戴護目鏡、手套和口罩。
9. 本實驗中所有藥品皆具毒性及一定的危險性，因此在操作本實驗時請謹守實驗室安全規範及助教指示，以確保安全。
10. 所有藥品及實驗器具皆不能帶出實驗室。

# 六、實驗數據與結果

## (一)、標定過錳酸鉀溶液的濃度

1. 草酸鈉重	g
2. 含過錳酸鉀溶液滴定管初讀數	mL
3. 含過錳酸鉀溶液滴定管終讀數	mL
4. 到達滴定終點所用之過錳酸鉀溶液體積	mL
5. 草酸鈉的克當量數	mol
6. 過錳酸鉀溶液之濃度	M

# 六、實驗數據與結果

## 計算過程

5. 草酸鈉的克當量數

6. 過錳酸鉀溶液之濃度

# 六、實驗數據與結果

## (二)、草酸鹽的分析

1.未知草酸鹽重	g
2.含過錳酸鉀溶液滴定管初讀數	mL
3.含過錳酸鉀溶液滴定管終讀數	mL
4.到達滴定終點所用之過錳酸鉀溶液體積	mL
5.草酸根的克當量數	mol
6.草酸根重	g
7.未知草酸鹽中草酸根的重量百分比	%

# 六、實驗數據與結果

## 計算過程

5. 草酸根的克當量數

6. 草酸根重

7. 未知草酸鹽中草酸根的重量百分比

# 七、問題與討論

1. a) 請解釋滴定終點的意義？實驗中何者為還原劑？  
b) 本實驗是否可使用  $\text{HCl}_{(\text{aq})}$  代替  $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$  ？

# 七、問題與討論

2. 溶液中含有未知草酸鹽 0.214 g，以過錳酸鉀溶液滴定之，用了 12.4 mL 達滴定終點。(草酸鹽溶液體積 125.0 mL，過錳酸鉀溶液的當量濃度 0.02 M)
- a) 計算樣品中草酸根的莫耳數。
  - b) 計算樣品中草酸根所佔的重量百分比。

# 七、問題與討論

2. a) 計算樣品中草酸根的莫耳數。

# 七、問題與討論

2. b) 計算樣品中草酸根所佔的重量百分比。

# 七、問題與討論

3. 為何標定時，是將過錳酸鉀溶液滴入草酸溶液以進行標定，而不是將草酸溶液滴入過錳酸鉀溶液中？

# 七、問題與討論

4. 以過錳酸鉀 ( $\text{KMnO}_4$ ) 滴定草酸鹽溶液的氧化還原實驗中，為什麼必須在酸性條件下進行？

# 國立中正大學化學暨生物化學系

教材製作：邵皓煒 助教

教材編修：高馨若 助教

指導老師：于淑君 教授

製作日期：114.08.25