

實驗名稱	氧化還原滴定
實驗方程式	<p style="text-align: right; color: red;">促進反應快速：加濃硫酸/加熱</p> <p>高錳酸鉀與草酸鈉在硫酸溶液中的反應：</p> $2\overset{+7}{\text{KMnO}}_4(\text{aq}) + 5\overset{+3}{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}(\text{aq}) + 8\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq}) \longrightarrow 2\overset{+2}{\text{MnSO}}_4(\text{aq}) + 10\overset{+4}{\text{CO}_2}(\text{g}) + 8\text{H}_2\text{O}(\text{l}) + 5\overset{+6}{\text{Na}_2\text{SO}_4}(\text{aq}) + \overset{+4}{\text{K}_2\text{SO}_4}(\text{aq})$ <p>★轉移e⁻越多⇒氧化力越強。</p> <p>離子方程式：</p> <p>(草酸根由草酸鈉得來，鈉不參與反應)</p> $2\overset{+7}{\text{MnO}_4^-}(\text{aq}) + 5\overset{+3}{\text{C}_2\text{O}_4^{2-}}(\text{aq}) + 16\text{H}^+(\text{aq}) \longrightarrow 2\overset{+2}{\text{Mn}^{2+}}(\text{aq}) + 10\overset{+4}{\text{CO}_2}(\text{g}) + 8\text{H}_2\text{O}(\text{l})$ <p>(紫) 氧化劑 (無色) 還原劑 (無色)</p>
實驗原理	<p>氧化指一原子或離子失去電子；還原則是獲得電子，氧化還原反應因此又稱為電子轉移反應。在一個氧化還原反應中，其中一反應物被氧化，另一反應物必須被還原。許多元素，特別是過渡金屬元素，可以呈現多重氧化狀態(ex: 錳有2+, 3+, 4+, 6+, 7+五種氧化狀態，其中6+, 3+在水溶液中很不穩定)高錳酸根離子，MnO₄⁻，為強氧化劑，易氧化其他反應物，本身易被還原。</p> <p>反應中Mn(VII)還原為Mn(II)，而C(III)氧化為C(IV)。氧化還原反應中僅有少數原子參與反應，我們稱之為「氧化還原原子」。反應物的當量為其分子量除以各氧化還原原子氧化狀態的改變數，一當量反應物的質量同時含有一當量氧化還原原子的質量。</p> <p>MnO₄⁻ ⇒ 粉紅色，Mn²⁺ ⇒ 無色，因此MnO₄⁻是很好的指示劑。以MnO₄⁻滴定C₂O₄²⁻，MnO₄⁻還原為Mn²⁺，溶液維持無色直到C₂O₄²⁻全反應，此時稍過MnO₄⁻將成為過量，溶液變粉紅色，表示已到滴定終點。</p> <p>MnO₄⁻ - C₂O₄²⁻之氧化還原反應在室溫下相當緩慢，因此滴定前，C₂O₄²⁻需加熱至80°左右，以確定滴定過程中，反應已平衡。即使在高溫下，反應仍進行緩慢。Mn²⁺產物具有催化現象，反應速率隨Mn²⁺之增加而加快。任何反應可藉所形成之產物進行催化的現象，稱為自身催化。</p>
注意事項	<ol style="list-style-type: none"> (1) KMnO₄(aq)具高氧化性，勿接觸皮膚。 (2) 滴定时若觀察變色不易，可墊一張白紙在燒杯下方。 (3) 剩餘未滴定過的0.1N KMnO₄溶液(包括滴定管內的)，要倒入預備的回收瓶。 (4) 其他含錳離子廢液請倒入廢液桶。 (5) 滴定管的活栓開關請拆下，須用亞硫酸氫鈉溶液以洗淨牙漬後用流水洗淨，並依序(墊片→橡皮圈→旋鈕)裝回，經檢查後，放回滴定管架。

實驗步驟
+
實驗觀察

實驗步驟 A: 配製滴定用的 KMnO_4 (aq)

高錳酸鉀 / 過錳酸鉀

* 先用水試, 看是否會痛

取已配好之 10 mL 1N (0.2M) KMnO_4 (aq)

本身為紫色, 無需外加指示劑

當量濃度

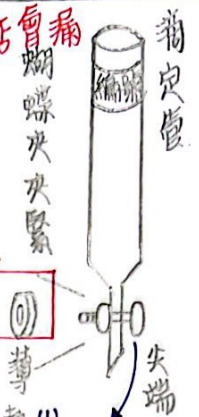
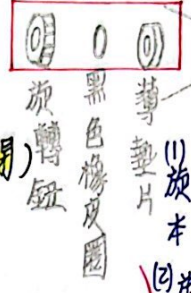
加蒸餾水 (50 mL) \Rightarrow 不可用自來水! \because 有 K^+ ... 等其他物質

在燒杯內, 以玻璃棒充分攪拌均勻

透過漏斗小心倒入 KMnO_4 (aq) 至滴定管內 (下端需關閉)

* KMnO_4 (aq) 具高氧化性, 勿碰觸皮膚

* 缺 - 不可



(1) 旋轉閘與玻璃本體垂直表示關閉
(2) 旋轉角度決定流速

B: 標定 KMnO_4 (aq) (共作 2 次) \rightarrow 改為 1 次

* 精科! (可以少不能多)

精科 \sim 0.1g 乾燥過的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 於 100 mL 燒杯內 (紀錄重量)

加入 20 mL 蒸餾水溶解

加入 2 mL 18M H_2SO_4 酸化 (小心取用)

加熱到 85°C (不可超過 90°C) * 滴定時溫度不能太低不然速度會太慢

以 0.1 KMnO_4 (aq) 滴定至終點 (約 20s 淡粉紅色出現 15s 不消失)

(滴定過程隨時注意溫度不可低於 60°C)

記錄使用 KMnO_4 (aq) 的體積 (初.末)

步驟 B = 標定 KMnO_4 , 求 N_{KMnO_4} = ?

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

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

C: 測定未知樣品, 測草酸根 ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) 含量: (只作一次)

稱 0.1g 未知樣品 (#1~6) 於 100 mL 燒杯內 (紀錄重量)

加入 20 mL 蒸餾水溶解

加入 2 mL 18M H_2SO_4 酸化

加熱到 70°C (不可超過 90°C)

以 0.1N KMnO_4 (aq) 滴定至終點 (淡粉紅色出現 15s 不消失)

(滴定過程隨時注意溫度不可低於 60°C)

記錄使用 KMnO_4 (aq) 的體積 (初.末)

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

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

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

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

氧化還原滴定

實驗報告

組別: 10 組員簽名: 張庭瑜、林樹偉

結果 (網底之空格為實驗觀察或記錄之數據, 其餘則填入計算數據)

B. MnO_4^- 溶液確實濃度之標定 (標定 KMnO_4 , 求 $N_{\text{KMnO}_4} = ?$)

測定次數	1	2
$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 精確質量 (g)	0.1g	
KMnO_4 滴定初讀數 (mL)	50 (mL)	
KMnO_4 滴定末讀數 (mL)	38 (mL)	
KMnO_4 用去體積 (mL)	12 (mL)	
KMnO_4 確實濃度 (N)	0.1244 (N)	
KMnO_4 平均濃度 (N)		

公式:

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

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

計算: (取至小數點下四位, 之後四捨五入)

$$\frac{0.1}{134/2} = N_{\text{KMnO}_4} \times \frac{12}{1000} (\text{L})$$

$$\frac{0.1}{67} = N_{\text{KMnO}_4} \times 0.012 (\text{L})$$

$$N = 0.12437$$

$$\approx 0.1244 \#$$

C. 草酸根的分析 (滴定未知, 求 W_t % of $C_2O_4^{2-}$ =?)

未知編號: 4 號 19.7%

未知樣品精確質量 (g)	0.1 g
KMnO ₄ 滴定初讀數 (mL)	38 (mL)
KMnO ₄ 滴定末讀數 (mL)	34.1 (mL)
KMnO ₄ 用去體積 (mL)	3.9 (mL)
樣品中含草酸根重量百分比 (%)	<u>21%</u>

Nice!

公式:

KMnO₄ 的當量數 = C₂O₄²⁻ 的當量數

$$N_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4} (L) = \frac{W_t(C_2O_4^{2-})}{88/2}$$

$$\therefore W_t\% (C_2O_4^{2-}) = \frac{N_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4} (L) \times \frac{88}{2}}{W_t(\text{unknown})} \times 100\% \quad (\leftarrow \text{請直接代入此公式})$$

※計算時，高錳酸鉀濃度，請使用前面標定的平均濃度。

計算:

$$0.1244 (N) \times \frac{3.9}{1000} = \frac{W_t(C_2O_4^{2-})}{88/2}$$

$$0.1244 (N) \times 0.0039 = \frac{W_t(C_2O_4^{2-})}{44}$$

$$W_t(C_2O_4^{2-}) = \frac{0.1244 \times 0.0039 \times 44}{0.1} \times 100\%$$

$$\approx 0.2134 \times 100\%$$

$$\approx 21\% \#$$

問題

1. 草酸在濃硫酸中會逐漸分解： $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4(\text{aq}) \rightarrow \text{H}_2\text{O}(\text{l}) + \text{CO}(\text{g}) + \text{CO}_2(\text{g})$ ，在稀硫酸中此分解反應會較為緩慢，但長時間時仍不能忽略。假若在 B 部份實驗裡，草酸根離子酸化後放置很久才開始滴定，則實驗會產生何種影響？（與立刻進行滴定者作比較！）

註：假設 MnO_4^- 不會氧化 CO 。

實驗結果	增加，減少或不變	理由
(a) MnO_4^- 溶液所需的體積		
(b) 求得 MnO_4^- 溶液的當量濃度		
(c) 未知樣品之草酸根離子重量百分比(C 部分實驗)		

2. 欲配製 0.450 N KMnO_4 溶液 0.600 L 需高錳酸鉀多少克？

$$\text{KMnO}_4 \text{ 分子量} = 158$$

$$0.450 \times 0.600 (\text{L}) = 0.27$$

$$0.27 \times 158 = 42.66 (\text{g}) \#$$

3. 一溶液含 0.310 克的未知草酸鹽，以 0.150 N KMnO_4 滴定，需 15.33 mL 方達終點。
 $(\text{C}_2\text{O}_4^{2-})$ 0.01533 (L)

? (a) 計算樣品中草酸根($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$)的莫耳數。0.0037 mol

(b) 計算樣品中草酸根($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$)的重量百分比。32.64%

$$\text{Wt} (\text{C}_2\text{O}_4^{2-}) = \frac{0.150 \text{ N} \times 0.01533 (\text{L}) \times \frac{88}{2}}{0.310 (\text{g})}$$

$$\approx 0.32638 (\text{g})$$

$$\approx 32.64\% \#$$

$$\text{mole 數} = \frac{0.32638}{88} \approx 0.0037 (\text{mol}) \#$$

討論紀錄

這次的實驗過程非常考驗細心與耐心，很容易一不留神就超過滴定中點了，以我們這組的實際經驗為例，在標定 KMnO_4 時，在已知大約滴 11.5 毫升時就會有理想的粉色出現的情況下，我們只專注在控制流速，導致粉色比理想中的更深，但仍是可以接受的範圍內。這也反應出了細心度的問題，我們並未注意兩邊的條件。在測定未知樣品時，我們更是做到第三次才成功……反我們疑惑的是理論上接近滴定中點時應褪色會稍慢，可是我們做的四次卻都毫無徵兆？尤其是在滴定未知樣品時滴 3.9 mL 和 4 mL 顏色深淺就差很多，可見是一滴都不能多或少。透過這個實驗，我學會更細心的去操作每個實驗步驟，滴定過程能調好適當的流速，耐心等待，讓顏色達到最美的淡粉色以減少落差。

90