

105 學年度第二學期
普通化學實驗
助教手冊

作者

陳靖璇 許展華

楊淳如 吳澄翔

EXP 1 [EXP 2](#) [EXP 3](#) [EXP 4](#) [EXP 5](#)

[EXP 6](#) [EXP 7](#) [EXP 8](#) [EXP 9](#) [EXP 10](#)

Exp1 Chemical equilibrium: LeChatelier's principle

目的：探討濃度和溫度對化學平衡的影響。

藥品：

0.1M 硫酸銅 CuSO ₄	0.01M 硝酸銀 AgNO ₃
0.1M 氯化鎳 NiCl ₂	6M 硝酸 HNO ₃
0.1M 氯化鈷 CoCl ₂	0.1M 鹽酸 HCl
0.1M 碘化鉀 KI	1M 鹽酸 HCl
0.1M 碳酸鈉 Na ₂ CO ₃	15M 氨水 NH ₃

儀器：

- (1) 滴管 (2) 250 mL 燒杯 (3) 小試管*3 (4) 大試管*1 (5) 滴管
(6) 100 mL 量筒 (7) 加熱板

原理：

化學平衡：

化學平衡是一種動態平衡，正反應速率 = 逆反應速率

勒沙特列原理：

在一個可逆且已平衡的反應中，當改變某些因素時，將使平衡系統發生變動。當一個平衡系統受到外在因素（包括：溫度、壓力、濃度等）的破壞時，平衡發生變動，新平衡會朝向抵消此因素的方向移動，直到達成新的平衡為止。

實驗步驟：

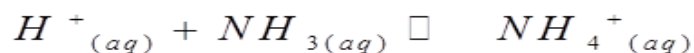
Part I：改變反應物或生成物的濃度

A. 銅和鎳離子

- 取 1ml 0.1M CuSO₄ 至 1 個小試管，紀錄顏色。
- 加入數滴 15M NH₃ 至顏色改變且溶液清澈為止，並紀錄顏色。



- 加入數滴 1M HCl 至顏色改變且溶液清澈為止，並紀錄顏色。



- 取 1ml 0.1M NiCl₂ 至 1 個小試管重複上述步驟。



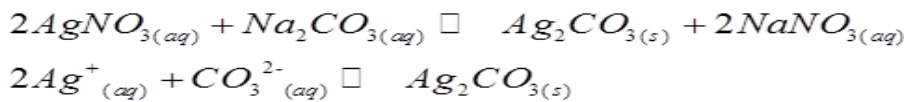
B. 鈷離子

1. 取 0.5ml(約 10 滴) 0.1M CoCl_2 至 1 個小試管，紀錄顏色。
2. 加入數滴 12M HCl 至顏色改變且溶液清澈為止，並紀錄顏色。

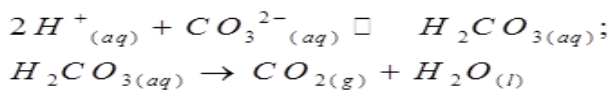
$$[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}_{(aq)} + 4\text{Cl}^-_{(aq)} \rightleftharpoons [\text{CoCl}_4]^{2-}_{(aq)} + 6\text{H}_2\text{O}_{(l)}$$
3. 慢慢加水混和，並紀錄顏色。

Part II：涉及難溶鹽的平衡

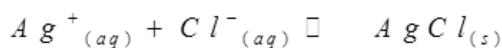
1. 0.5ml(約 10 滴) 0.1M Na_2CO_3 + 0.5ml(約 10 滴) 0.01M AgNO_3 於大試管，觀察紀錄。



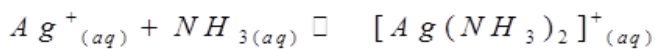
2. 小心加數滴 6M HNO_3 至有明顯變化並記錄。



3. 加入數滴 0.1M HCl 至有明顯變化並記錄。



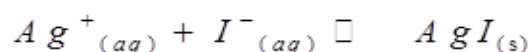
4. 加入數滴 15M NH_3 至有明顯變化並記錄。



5. 加數滴 6M HNO_3 至有明顯變化並記錄。

6. 加入數滴 15M NH_3 至不再有明顯變化並記錄。

7. 加入數滴 0.1M KI 至有明顯變化並記錄。



Part III：溫度對平衡的影響

1. 在 250ml 燒杯中加熱 75ml H_2O 至沸騰。
2. 取 1ml 0.1M CoCl_2 至 1 個小試管紀錄顏色。
3. 將試管浸入熱水中，紀錄顏色並比較顏色變化。

*在室溫下穩定，遇熱變成藍色，在潮濕空氣中放冷又變成紅色。

其水溶液加熱或加濃鹽酸、氯化物或有机溶剂变为蓝色。

實驗注意事項：

1. 濃 NH_3 及 HCl 具有刺激性氣味，小心別吸入。
2. 使用 NH_3 及 HCl 與 HNO_3 若不慎被潑濺，應用大量清水沖洗。
3. 避免硝酸銀與可燃物品接觸，有爆炸危險。

Exp2 Hydrolysis of Salts and PH of Buffer Solutions

目的：了解水解反應、酸鹼指示劑以及緩衝溶液的行為。

藥品：

醋酸鈉 $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	3.0M 醋酸 $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$
0.1M 氯化鋅 ZnCl_2	6.0M 氫氧化鈉 NaOH
0.1M 氯化銨 NH_4Cl	甲基橙 methyl orange, $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$
0.1M 明礬 $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$	甲基紅 methyl red, $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$
0.1M 碳酸鈉 Na_2CO_3	溴百里酚藍 bromothymol blue, $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{SBr}_2$
0.1M 氯化鈉 NaCl	茜黃素 alizarin yellow R, $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_5$
0.1M 醋酸鈉 $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$	酚酞 phenolphthalein, $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$
6.0M 鹽酸 HCl	酚紅 phenol red, $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{O}_5\text{S}$

儀器：500ml 錐形瓶 150ml 燒杯*2 10ml 和 100ml 量筒 試管*6
試管架 加熱板 玻璃棒 pH 計量器 滴管 洗瓶

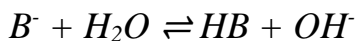
原理：

鹽類水溶液的酸鹼性取決於鹽類解離後各離子與水的反應。

- 強酸與強鹼反應產生的鹽，如氯化鈉，其溶液呈中性；
- 強酸與弱鹼反應產生的鹽，如氯化銨，其溶液呈酸性；
- 弱酸與強鹼反應產生的鹽，如醋酸鈉，溶於水後呈鹼性；
- 弱酸與弱鹼反應產生的鹽，其水溶液的酸鹼值則須視組成而定，如醋酸銨溶於水後呈中性。

陰離子水解：鹼性鹽類

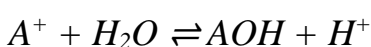
鹼性鹽類的陰離子(B^-)會水解產生 OH^- ，使使溶液鹼化。



$$\text{鹼度係數} : K_b = \frac{[\text{HB}][\text{OH}^-]}{[\text{B}^-]}$$

陽離子水解：酸性鹽類

鹼性鹽類的陽離子(A^+)會水解產生 H^+ ，使使溶液酸化。



$$\text{酸度係數} : K_a = \frac{[\text{AOH}][\text{H}^+]}{[\text{A}^+]}$$

$$K_a * K_b = K_w = 10^{-14}$$

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+] = -\log K_a + \log\left\{\frac{[\text{AOH}]}{[\text{A}^+]}\right\} = \text{p}K_a + \log\left\{\frac{[\text{AOH}]}{[\text{A}^+]}\right\}$$

實驗步驟:**A. Hydrolysis of Salts**

加 8 種 5mL 的 sample($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ / ZnCl_2 / NH_4Cl / $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ / NaCl / NaOH /Tap water/Boiled water)到試管中，再分別加入 6 種指試劑(Methyl orange/Methyl red /Bromothymol blue/Phenolphthalein Alizarin yellow/Phenol red)

B. PH of buffer solution**I. 製備乙酸乙酸钠 buffer**

1. 3.5g $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ 放入 150mL 燒杯
2. 加入 8.8 mL 3M 醋酸
3. 加入 55.6 mL 蒸餾水
4. 攪拌至乙酸钠完全溶解
5. 用 PH meter 測量酸鹼度

II. 酸與鹼對於緩衝溶液 PH 值的影響

1. 到一半的 buffer 到另一個燒杯，並標記 1、2
2. 加 1mL 6M HCl 至燒杯 1
3. 加 1mL 6M NaOH 至燒杯 2

pH 計操作方法:

1. 取一已知 pH 值的緩衝溶液。
2. 連接 pH 計暖機 10min。
3. 開啟電源呈待機狀態。
4. 確認電極連接正確。
5. 標準化 pH 計：
 - a) 將電極小心進入緩衝溶液中，勿插到底部（電極很脆弱）。
 - b) 開啟“read”或“pH”。
 - c) 開啟“standard”鈕直至對緩衝溶液起反應。
 - d) 靜待 5 秒穩定讀數。
 - e) 將鈕調製待機狀態，小心取出電極，應用蒸餾水沖洗，即可開始測量。

實驗注意事項:

1. 使用 pH 計電極相當脆弱，使用要小心。
2. 使用強酸強鹼時，若不慎被潑濺到，應立即用大量清水沖洗。

EXP3 Heat of Neutralization

目的：利用卡計測量伴隨中和反應的能量變化

藥品：

1M HCl	1M HC ₂ H ₃ O ₂
1M NaOH	

儀器：

加熱板 保麗龍杯*2 400 ml 燒杯 250ml 燒杯 溫度計*1 50ml 量筒

原理：

每個化學變化會伴隨著能量的損失，通常以熱的形式。在常溫下發生的能量變化稱反應熱或焓變化(ΔH)，吸熱 $\Delta H > 0$ ，放熱 $\Delta H < 0$ 。

此實驗測量酸鹼反應所放出的中和熱：

$$\Delta H = -\Delta T(\text{卡計熱容量} + \text{內容物熱容量})$$

$$\Delta T = \text{起始溫度及末溫度差異} = T_f - T_i$$

卡計熱容量測量：熱水失去的熱-冷水得到的熱

$$\begin{aligned} & [(T_2 - T_f) \times 50 \text{ g} \times 4.184 \text{ J/K-g}] - [(T_f - T_1) \times 50 \text{ g} \times 4.184 \text{ J/K-g}] \\ & = (T_f - T_1) \times \text{heat capacity of calorimeter} \end{aligned}$$

T_1 =卡計和 50ml 冷水的溫度， T_2 =50ml 熱水溫度， T_f =混合後的溫度，
水的比熱=4.184J/K-g

實驗步驟：

A. 卡計的熱容量

1. 將兩保麗龍杯套疊一起，如圖所示，將溫度計塞入橡膠塞的孔，確定溫度計沒有接觸到杯底，將此裝置放進 400ml 燒杯中提供穩定度

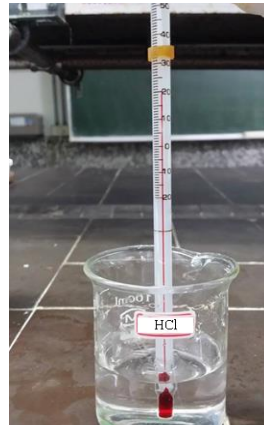


2. 取 50mL 水倒入保麗龍杯並開蓋等 5 分鐘使平衡後測量溫度,
3. 另外加熱 50mL 水約高於室溫 15~20°, 記錄水溫
4. 倒入卡計, 每 15 秒記錄一次溫度持續 3 分鐘, 算出卡計熱容



B. HCl 和 NaOH 的中和熱

1. 倒入 1 M NaOH 50mL 至保麗龍杯, 並測量溫度
2. 另外取 50mL 1M HCl 至燒杯並測量溫度
3. 將 HCl 加入保麗龍杯
4. 每 15 秒記錄一次溫度, 持續 3 分鐘, 算出反應中和熱



C. CH₃COOH 和 NaOH 的中和熱

1. 倒入 1 M 50mL NaOH 並測量溫度, 另外取 50mL 1M CH₃COOH 測量溫度後加入保麗龍杯
2. 每 15 秒記錄一次溫度, 持續 3 分鐘, 算出反應中和熱

注意事項:

1. 酸鹼中和時需緩慢倒入
2. 溫度計需擦拭乾淨再進行測量, 以免產生誤差

EXP 4. Oxidation-Reduction Titration II: Analysis of Bleach

目的：證明還原反應可被用來測定家用漂白劑中次氯酸的含量。

藥品：

3.0 M 硫酸(H ₂ SO ₄)	1.0 M 硫代硫酸鈉(Na ₂ S ₂ O ₄)
0.01 M 碘酸鉀(KIO ₃)	3 % 鉬酸銨
3.0 M 碘化鉀(KI)	澱粉指示劑

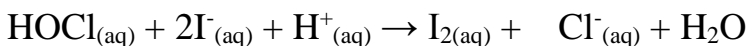
儀器：

500 mL 錐形瓶 100 mL 燒杯 250 mL 錐形瓶*3 滴定管

10 mL 和 100 mL 量筒各 1 洗瓶 試管*3

原理：

漂白水為強氧化劑進行還原反應，本次實驗要利用氧化還原滴定來檢測漂白水有多少的氧化劑(次氯酸鈉)，先加入過量的 KI，使 I⁻ 氧化成 I₂：



再利用硫代硫酸鈉滴定 I₂ 還原成 I⁻： $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}_{(aq)} + \text{I}_{2(aq)} \rightarrow 2\text{I}^{-}_{(aq)} + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}_{(aq)}$

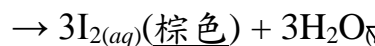
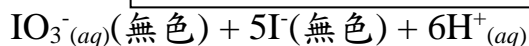
步驟：

Part A 標準化 0.05 M 硫代硫酸鈉溶液

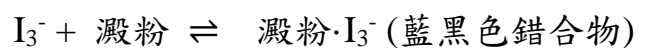
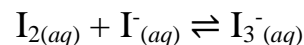
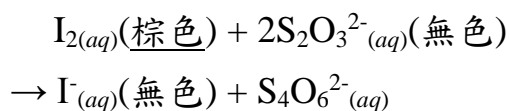
總反應式： $\text{IO}_3^{-}_{(aq)} + 6\text{S}_2\text{O}_3^{2-}_{(aq)} + 6\text{H}^{+}_{(aq)} \rightarrow \text{I}^{-}_{(aq)} + 3\text{S}_4\text{O}_6^{2-}_{(aq)} + 3\text{H}_2\text{O}_{(l)}$

加入 300 mL 蒸餾水稀釋 15 mL 1 M 的
硫代硫酸鈉溶液至 0.05 M 進行標定。

將 15 mL 0.01 M 碘酸鉀 + 25 mL 蒸餾水 + 3 mL 3 M 的碘化鉀 + 2 mL 的
3 M 硫酸放入錐形瓶進行滴定(此時呈褐色是因為有碘的存在)。

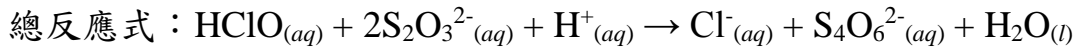


開始利用配好之 0.05 M 硫代硫酸鈉溶液進行滴定,此時會由褐色
轉為淡黃色,再加入 0.5 mL 的澱粉指示劑(此時溶液成藍黑色)。



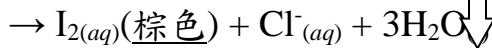
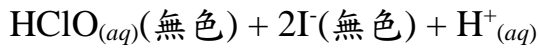
繼續進行滴定使之由藍黑色褪為無色完成
滴定並記錄讀數(共滴定二次)。

Part B 未知漂白劑的氧化力測定

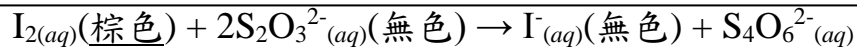


取 0.5mL 漂白水(重約 0.4~0.6g)稀釋至 25mL，裝置 250 mL 錐形瓶中

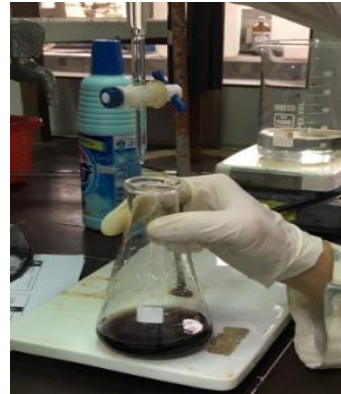
加入 3mL 3M KI 搖晃均勻再加入 2mL 3M H₂SO₄，最後在加入 5 滴 3% 鉬酸銨(溶液呈現深棕色)



利用標定好的 Na₂S₂O_{3(aq)} 開始滴定，當溶液變成淡黃色時，加入 0.5mL 澱粉指示劑(藍黑色)，滴至無色滴定完成，共滴定 2 次



滴至淺黃色



加入澱粉試劑成藍黑色

注意事項：

- 漂白水若不慎碰到皮膚,應以大量清水沖洗
- 滴定時須快速完成
- 製作澱粉指示劑時水要沸騰

EXP 5 Rate of Chemical Reaction I : A Clock Reaction

目的

測量過硫酸根濃度的改變和碘離子反應，對反應速率的影響，了解反應物濃度對反應的影響，並求得化學反應速率定律式。

藥品

0.2 M KI 碘化鉀	0.4M Na ₂ S ₂ O ₃ 硫代硫酸鈉
1% 澱粉溶液(沸騰)	0.1M Na ₂ H ₂ EDTA solution 乙二胺四乙酸二鈉
0.2 M (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 過硫酸銨	0.2M KNO ₃ 硝酸鉀

儀器

計時器 (手機) 滴定管架 10 ml & 100 ml 量筒
 試管 x9 250 ml 錐瓶 x4 250 ml or 600ml 燒杯 x4

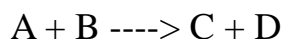
原理

反應發生時，反應物必須經由特定粒子碰撞，且具備足夠能量。

1. 影響勻相溶液反應速率的因素:

- (1) 反應物性質:反應物的活性
- (2) 反應物濃度:單位體積粒子數變多，提高碰撞機率，反應速率提升
- (3) 溫度:溫度上升，粒子動能提高(有效碰撞)，粒子速度提升，單位時間碰撞次數提高，因此反應速率提高
- (4) 催化:部分反應，催化可提高反應速率(粒子有有效排列讓反應發生)；或是提供另一反應途徑(活化能變少)

2. 反應速率的定義:



測量 A 或 B 的消失速率或 C 或 D 的生成速率。

EX:若只有 C 有顏色，測量 C 的生成速率(溶液顏色強度 vs 時間)

數學表示方法:

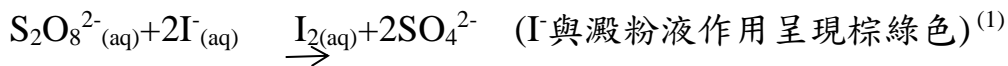
$$A \text{ 的消失速率} = \frac{-\Delta[A]}{\Delta T}, \quad C \text{ 的生成速率} = \frac{\Delta[C]}{\Delta T}$$

反應速率和反應物濃度有關:

$$\text{Rate} = k[A]^x[B]^y$$

[A]及[B]為莫爾濃度，x.y 為濃度對速率的影響強度，k 為速率常數(const)，和濃度無關，只和反應溫度有關

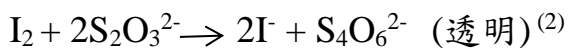
3. Reaction of Peroxydisulfate Ion with Iodide Ion :



Rate of disappearance $\text{S}_2\text{O}_8^{2-} = k [\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^x [\text{I}]^y$ ，目標:測量 x.y.k

加入少量試劑 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) => 溶液顏色改變，仔細觀察藍黑色出現的時間，畫出 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 消耗量對時間的圖(反應速率)

*改變 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ & 2I^- 初始濃度，觀察對反應的影響，並得知級數藍黑色的出現 (澱粉 + I_2 形成錯合物)，由於 (1) 產生 I_2 ， I^- 在 (1) 式中被消耗，但在 (2) 式中又被產生，因此 I^- 的濃度不變



4. 反應速率的圖形

作圖:斜率 = $\frac{\Delta \text{S}_2\text{O}_8^{2-}}{\Delta t}$

$2 \times 10^{-4} \text{ mol S}_2\text{O}_8^{2-}$ 消耗越快表示反應越快

(1) 根據實驗步驟，用 $2 \times 10^{-4} \text{ mol S}_2\text{O}_8^{2-}$ 反應會使溶液變為藍黑色

(2) KNO_3 不參與反應，使反應離子濃度一樣

(3) 滴入 EDTA 是為了減少金屬離子及雜質對反應的影響

實驗步驟

A. Preliminary Experiments

(1) 5ml 0.2M KI solution，加入 10 ml 蒸餾水到試管，加入 3 滴澱粉溶液混合，再加入 5ml 0.2M $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，觀察顏色變化

(2) 重複上述步驟，當顏色變化時加入 4 滴 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ，觀察顏色變化

B. Kinetics Experiment

速率測量

1. 準備溶液 x4

	KI soln	starch soln	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	KNO_3 soln	EDTA	總體積
Solution 1	25 ml	1 ml	1 ml	48 ml	1D	75 ml
Solution 2	25 ml	1 ml	1 ml	23 ml	1D	50 ml
Solution 3	50 ml	1 ml	1 ml	23 ml	1D	75 ml
Solution 4	12.5 ml	1 ml	1 ml	35.5 ml	1D	50 ml

2. 將 solution 各別倒入 250ml 錐形瓶

3. 滴入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液至錐瓶中:* 一加入就計時開始

Solution 1、3 加入 25 ml 的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，Solution 2、4 加入 50 ml 的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

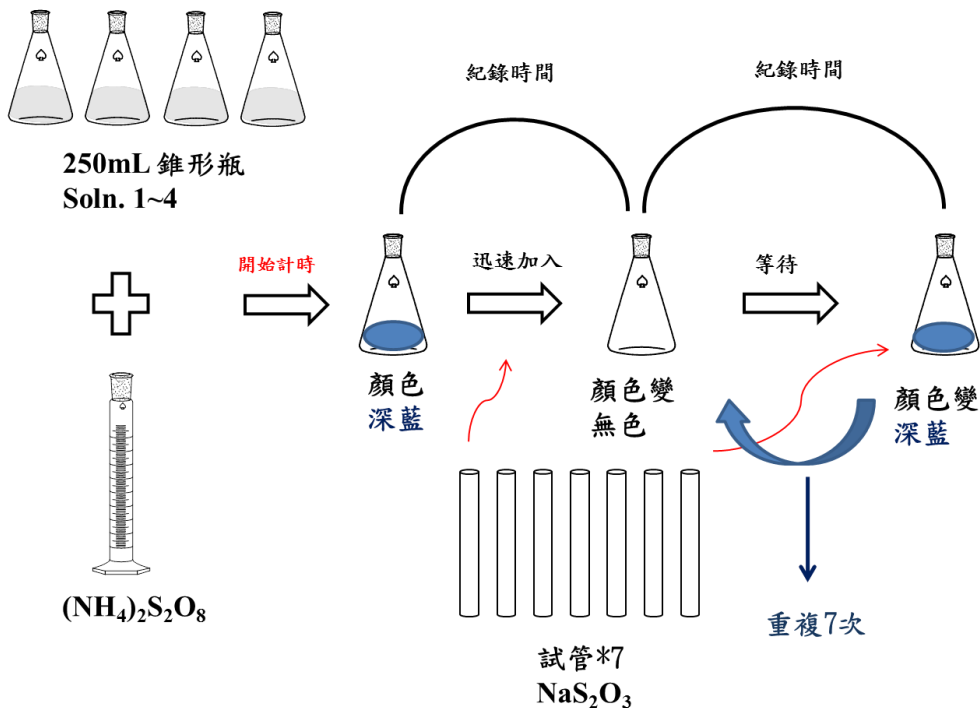
4. 藍黑色出現 ($2 \times 10^{-4} \text{ mol S}_2\text{O}_8^{2-}$ 已反應)，立刻加入 $1 \text{ ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ，顏色消失
5. 紀錄藍色出現的時間，再加入 $1 \text{ ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ，重複步驟 7 次
6. 紀錄完 solution1 的時間，重複步驟 solution 2.3.4

*solution 2.4 需加入 $50 \text{ ml (NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，solution 3 需加入 $25 \text{ ml (NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

7. 計算:(將加入的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 至各溶液中的數據列表)

- (1) 一開始的反應 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 加入，紀錄顏色跟顏色之間時間差，以及累計總共的時間
- (2) $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 消耗的 mol 數與時間(s)的關係

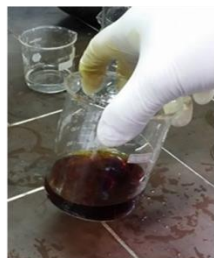
示意圖: Part B Kinetics Experiment



實驗觀察: Part A Preliminary Experiments



1.10ml 蒸餾水稀釋 0.2 M 5 ml KI + 3滴澱粉液 + 0.2 M 5 ml $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (搖變黃黑色)



重複前步驟，溶液有變化加入4滴硫酸代硫酸鈉(變透明)

實驗注意事項

1. 仔細配置溶液，並確定實驗前溶液是未被污染的
2. $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 加入攪拌就要開始計時

EXP 6. Preparation and Reactions of Coordination Compounds : Oxalate Complexes

目的：

藉由製備一個代表性化合物，了解一些典型的反應，且得到一些熟悉的配位化合物。

藥品：

草酸鈉($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
丙酮	二水合二鉻酸鈉($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
冰	五水合硫酸銅($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
50% 乙醇	95% 乙醇:

實驗：

加熱板 100 mL 燒杯 冰浴鍋 玻棒 250 mL 燒杯 樣品瓶
9cm 濾紙 溫度計 水流抽濾機 洗瓶 滴管

原理：

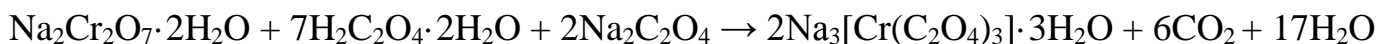
幾乎所有過渡元素的化合物都是配位化合物，其中金屬為路易斯酸，而原子或分子(配子是路易斯鹼)與金屬(路易斯酸)結合為配位化合物。

配位化合物的化學式通常是由方括號來表示，例如： $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$ 。

在配位化合物中也有異構物；如 $[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})]$ ，就有順式和反式的結構，這兩種異構物也稱為幾何異構物。

步驟：

A. 製備 $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$



1. 將 10 g 的草酸加入含有 20 mL 水的 250 mL 燒杯
2. 緩慢加入 3.6 g 的二水合二鉻酸鈉至 250 mL 燒杯 (橘色變墨綠色會自發反應沸騰，且有氣體劇烈冒出(放熱))
3. 當反應緩和 (約 15 分鐘) 加入 4.2 g 草酸鈉水合物，且加熱綠黑色液體 10 分鐘至沸騰(要攪拌)
4. 讓燒杯其內容物冷卻至室溫(立刻變固體)，加入 10 mL 95% 酒精並用力攪拌，進一步在冰水中冷卻燒杯及其內容物(不要干擾)。
5. 冷卻 15-20 分鐘後，利用抽氣過濾的方式得到結晶。

6. 在瓷漏斗上，用三份 10 mL 50% 酒精水溶液沖洗結晶，再以 25 mL 95% 酒精沖洗，並將產物放在空氣中乾燥。
7. 風乾後的產物保存在小玻璃瓶中，並稱重、計算產率。

B. 製備 $\text{K}_2[\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



1. 將 10 g 的草酸鈉加入含有 50 mL 水的 100 mL 燒杯
2. 準備另一個 100 mL 燒杯，加熱 6.2 g 的硫酸銅五水合物在 12 mL 的水至 90 °C
3. 當兩燒杯混合物完全溶解後，迅速將硫酸銅水溶液加入至 10g/50ml 草酸鉀水溶液並快速攪拌。
4. 讓燒杯其內容物冷卻，冰浴 15-30 分鐘(不要干擾)。
5. 利用抽氣過濾的方式得到結晶，在瓷漏斗上，用三份 12 mL 冷水、10 mL 95% 酒精及 10 mL 蒸餾水沖洗結晶，並將產物放在空氣中乾燥。
6. 風乾後的產物保存在小玻璃瓶中，並稱重、計算率。

注意事項：

1. 二鉻酸鹽有劇毒，應小心使用。
2. 反應過程劇烈，應多留意。
3. 使用乙醇及丙酮時，應遠離火源。

Exp 7. Oxidation-Reduction Titration I : Determination of Oxalate

目的：熟悉還原化學並分析草酸樣品。

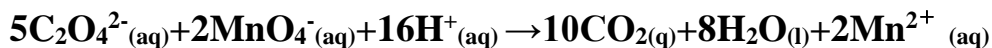
藥品

草酸鈉($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	1.0 M 硫酸(H_2SO_4)
0.02 M 過錳酸鉀(KMnO_4):	實驗六合成的錯合物($\text{Na}_2[\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):

實驗

滴定管 滴定管夾 鐵架 燒杯 玻璃棒 溫度計 加熱板

原理：



此反應在室溫下進行緩慢，必須溫和的加熱溶液。過錳酸根的滴定不需要加指示劑，因為過錳酸根離子是深紫色而錳離子近乎無色，所容易觀察。

步驟：

Part A

1. 配製 0.02M 過錳酸鉀(標定)

Part B $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 測定

1. 秤量 2 分 0.2g 的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
2. 分別加入 250mL 的 1M H_2SO_4
3. 加熱至 80~90°C
4. 用 KMnO_4 滴定(溶液保持 70°C)
5. 計算 KMnO_4 濃度(2 次結果誤差 < 0.01)

Part C

1. 取兩份 Topic 6 實驗的 $\text{Na}_2[\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 作為未知物，重複 Part B 步驟。



開始滴定



滴定完成

注意事項：

1. KMnO_4 溶液配完須立即使用，避免光罩及熱源，會造成其分解。一般工業製成的 KMnO_4 中都含有少量的 MnO_2 ，因此在標準化前，可利用加熱 KMnO_4 溶液至沸騰後過濾而去除 MnO_2 ，因 KMnO_4 會受到多種物質影響而造成還原現象。
2. 攪拌溶液時，不要使用溫度計
3. 讀取滴定管時，保持眼睛與溶液表面呈水平

EXP 8. Preparation of Aspirin and Oil Wintergreen

目的

了解有機化合物的合成

藥品

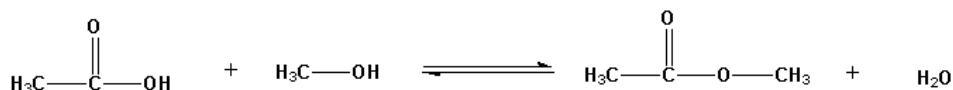
醋酸酐($(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ (acetic anhydride))	乙醇
1% FeCl_3 solution:	甲醇
柳酸(or 水楊酸)(salicylic acid)	硫酸

儀器

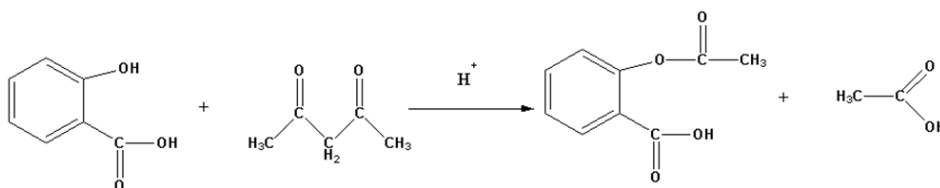
125ml 錐形瓶 10 ml & 100ml 量筒 錶玻璃 溫度計 濾紙 加熱板 600 ml 燒杯
大試管 小試管*4 漏斗 瓷漏斗 抽濾瓶 抽氣過濾機

原理

酯類為有機酸的衍生物羧基(-COOH)和酒精在無機酸中催化獲得(酯化反應)



酯類通常具有香氣味像是水果香。本次實驗要製備鄰羥基苯甲酸(水楊酸，柳酸)的兩種衍生酯類，其中一種為乙醯柳酸(阿斯匹靈，由加熱水楊酸及醋酸而得)，利用醋酸酐酯化反應比醋酸更完全且快速。



阿斯匹靈為早期常用藥物，具鎮痛解熱功能

另一製備酯類為柳酸甲酯(冬青油)，由柳酸的羧基和甲醇合成，為肌肉痠痛的外用藥調味劑：



酚為苯環上含有-OH 官能基的化合物，此官能基在柳酸及柳酸甲酯上有，而不在乙醯柳酸上。很多酚類會和 FeCl_3 形成綠藍色錯合物。1% FeCl_3 可用於檢測是否含有酚

補充

1. 關於水楊酸和阿斯匹靈的檢驗法，是加入黃褐色的氯化鐵 (FeCl_3) 溶液，由於水楊酸上 $-\text{OH}$ 基和 $-\text{COOH}$ 基的氧具有孤對電子，可嵌合 Fe^{3+} 形成紫色的錯合物，而阿斯匹靈則否。故可藉此檢測產物的純度，看其中是否仍含有水楊酸。水楊酸極性比阿斯匹靈大，可溶於甲醇中，故最後我們用甲醇溶解過量未反應的水楊酸，而對甲醇溶解度較低的阿斯匹靈則會析出。

實驗步驟

A. Synthesis of Aspirin

1. 取 3g 柳酸加入 125ml 錐形瓶，紀錄質量(小數兩位)，加入 6ml 醋酸酐及 5 滴硫酸，搖晃使混合
2. 熱水浴 $80\sim 90^\circ\text{C}$ ，維持 20mins，攪拌使混合
3. 冷卻至室溫，接著加入 40ml 的蒸餾水，攪拌均勻，將錐形瓶冰浴使形成結晶
4. 抽氣過濾並用一點冷水沖洗結晶，風乾
5. 取少量已製備的阿斯匹靈至試管中，加入 5ml 的水溶解
6. 加入 1 滴 FeCl_3 溶液至試管中並標註顏色(確認是否含有未反應的柳酸)

*大部分固體可以藉由再結晶而純化:將物質溶解在可溶性的溶劑裡加熱至沸點並過濾，移除不能溶的雜質，冷卻再結晶

7. 若不純則進行再結晶，取 6g 阿斯匹靈至 20ml 乙醇在 125ml 錐形瓶，水浴加熱
8. 融解後加入 50ml 約 50 度熱水(若有結晶產生，則再次加熱直到晶體溶解)
9. 緩慢冷卻同時使用錶玻璃蓋住瓶口
10. 形成結晶，抽氣過濾並用冰冷蒸餾水沖洗，風乾
11. 利用 1% FeCl_3 溶液測試再結晶後的阿斯匹靈是否含有酚
12. 紀錄風乾後阿斯匹靈重，放入 Sample 瓶待下次實驗使用

B. Synthesis of Methyl Salicylate

1. 將 1g 柳酸，5ml 甲醇到大試管
2. 滴入 3 滴硫酸，放入熱水浴(約 70°C) 15mins
3. 紀錄氣味，在滴入 1 滴 1% FeCl_3 溶液至試管，紀錄顏色變化。

實驗注意事項

1. 醋酸酐及濃硫酸接觸皮膚會引起嚴重灼傷，須用大量清水沖洗
2. 隔水加熱過程中，要確保水楊酸完全溶解，因此錐形瓶“瓶壁”上不可以有固體殘留

EXP9 Analysis of Aspirin

目的：利用酸鹼滴定及反滴定的技巧來測定阿斯匹靈的純度

藥品：

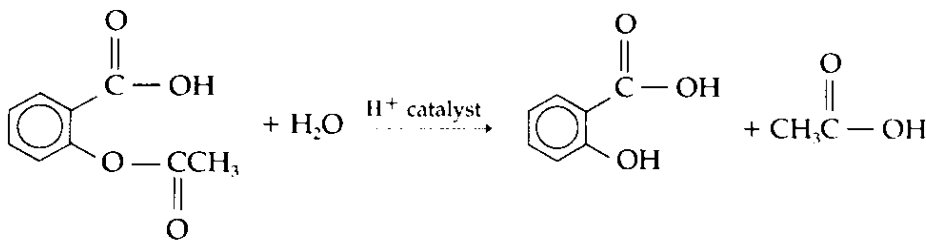
阿斯匹靈(每組 0.5g x 3)	95% 乙醇
0.1M HCl	酚酞指示劑
0.1M NaOH	

儀器：

250mL 錐形瓶 50mL 滴定管 600mL 燒杯 滴定管夾 鐵架和鐵環 加熱板

原理：

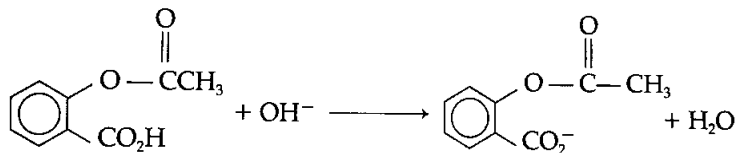
實驗 41 所製備的阿斯匹靈或許不是純的，最可能的雜質是酸、醋酸或是水楊酸。甚至大部分商業的阿斯匹靈片也不是 100% 乙醯柳酸。此外，濕氣會水解阿斯匹靈，長時間暴露於濕氣中會發覺阿斯匹靈有醋味。水解產物的氣味事實上是乙酸：



此實驗要測定製備的阿斯匹靈純度，尤其要測定分析物質中乙醯柳酸的百分率，滴定過程中，加入過量的滴定液然後再滴定另一試劑，此方法稱為反滴定。

反應試劑的毫莫耳數 = 總毫莫耳數 - 反滴定的毫莫耳數

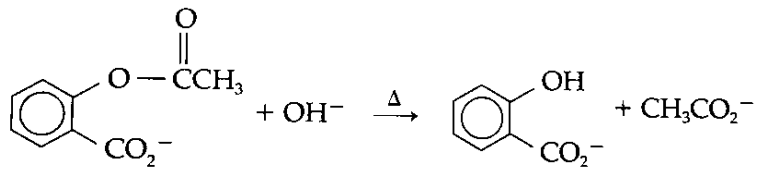
在低溫時，乙醯柳酸可以用鹼來中和。



如果沒有存在酸雜質，可以藉由標定完的鹼溶液滴定測量阿斯匹靈的純度，若存在酸雜質，阿斯匹靈滴定不只中和乙醯柳酸還有酸雜質，因此，從滴定阿斯匹靈中酸存在的總毫莫耳數可以被計算。

酸的總毫莫耳數 = NaOH 毫升 * NaOH 濃度

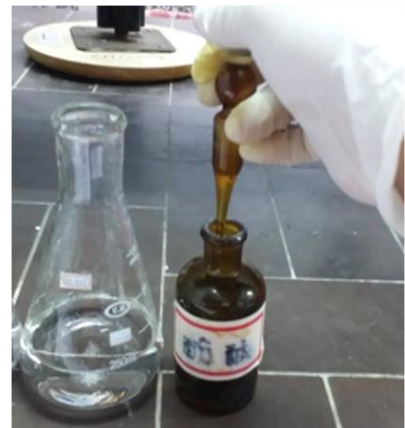
為了測量物質中乙醯柳酸存在的量，在高溫時物質迅速加入的鹼反應。



此反應表現其稱為鹼提高水解或皂化。中和所有阿斯匹靈中酸性物質後，加入過量的鹼使反應發生，水解中未消耗的過量鹼會被 HCl 反滴定測量，這些數據可計算物質中乙醯柳酸的重。

步驟:

1. 取 0.5g 阿斯匹靈至 250 mL 錐形瓶，加 25mL 15°C 的 95% 乙醇及兩滴酚酞，搖晃均勻



2. 利用 0.1M NaOH 滴定至淡粉紅色(雜質及乙醯柳酸)，並記錄體積。

3. 再加入 20mL(10ml) 0.1M NaOH，使溶液過鹼再移至熱水浴 15 分鐘。



4. 冷卻至室溫(若溶液非呈現粉紅色，再加入兩滴酚酞)，利用 0.1M HCl 滴定至無色並紀錄加入的體積，共滴定 2 次



注意事項:

1. NaOH 配置前，需使用煮沸過的水，冷卻後配置
2. 滴定管需先做潤洗動作
3. 乙醇易燃
4. HCl 和 NaOH 具腐蝕性

Exp10 Ion-Exchange Resins: Analysis of a Calcium, Magnesium, or Zinc Salt

目的：熟悉離子交換層析及其應用。

藥品

陽離子交換樹脂 (Dowex 50-W-X-8)	未知鈣、鎂、鋅鹽類
6.0M 鹽酸 HCl	酚酞, $C_{20}H_{14}O_4$
0.1M 氫氧化鈉 NaOH	磷苯二甲酸氫鉀 $KHC_8H_4O_4$, KHP

儀器：

100ml & 250ml 燒杯 玻璃棒 50ml 滴定管*2 250ml 錐形瓶*3 pH 試紙

原理：

陽離子交換樹脂： $R_z^-H^+(s) + M^+(aq) \rightleftharpoons R_z^-M^+(s) + H^+(aq)$

陽離子正價數越高且體積越小，吸附越好；陽離子正價數相同且體積越大，電荷密度越小，吸附越好。

陰離子交換樹脂： $R_z^+OH^-(s) + X^-(aq) \rightleftharpoons R_z^+X^-(s) + OH^-(aq)$

陰離子負價數越高且體積越小，吸附越好；陰離子負價數相同且體積越小，電荷密度越大，吸附越好。

硬水：含 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 及 Fe^{3+} 離子的水溶液。

實驗步驟：

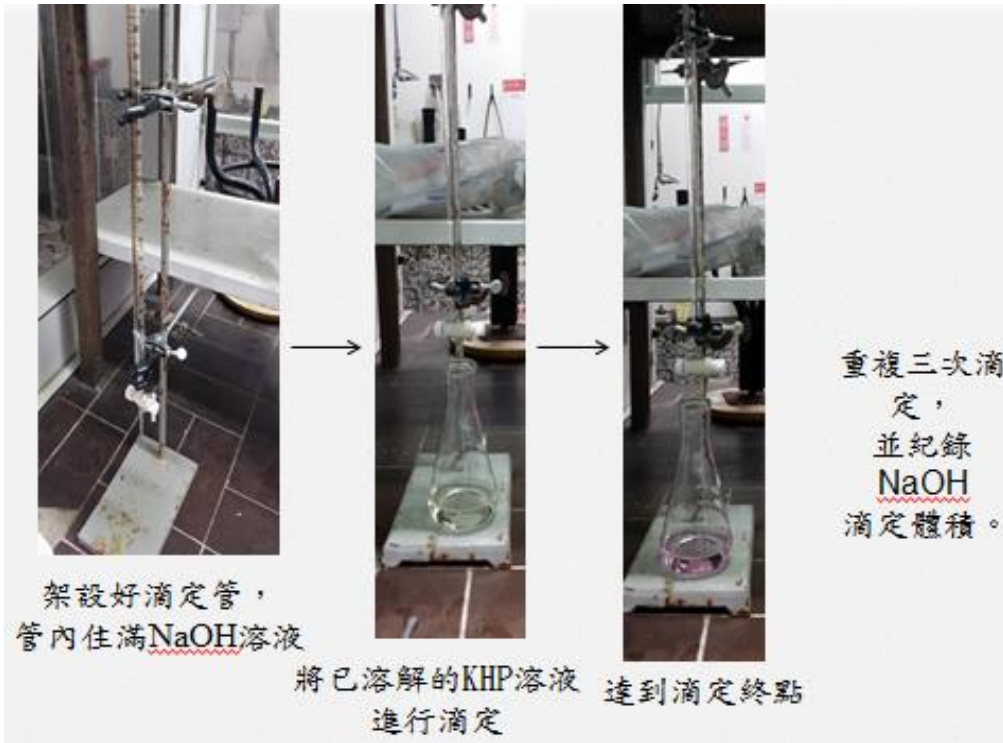
(A) NaOH 標定

在600mL燒杯中煮沸400mL蒸餾水

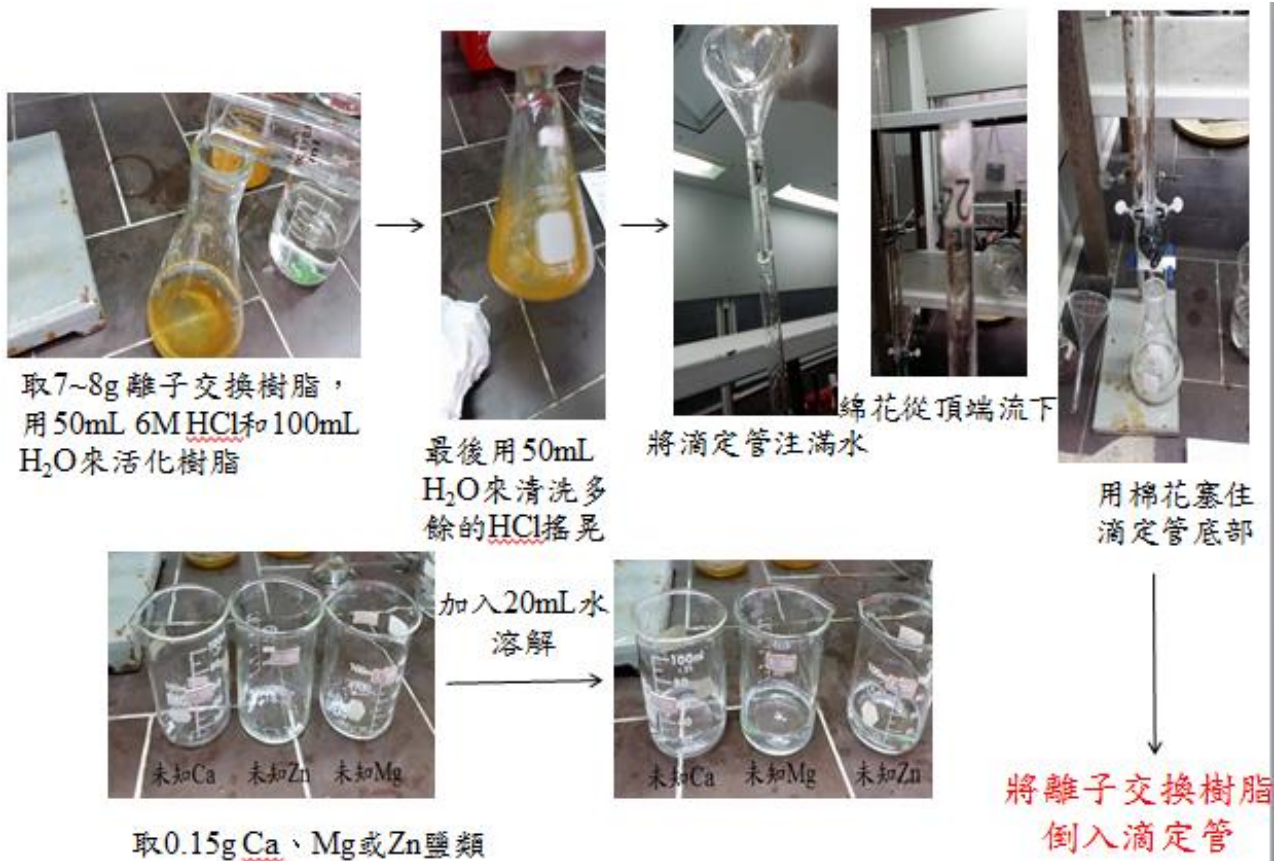
秤重0.4~0.6g的KHP兩份，放入250mL錐形瓶

各加入100mL的蒸餾水溶解

加入3滴酚酞



(B) 離子交換樹脂





將Ca、Mg或Zn鹽類
倒入滴定管中



用250mL錐形瓶收集
液體(流速約1滴/秒)

加入酚酞後
用NaOH滴定



記錄NaOH用量的體積

最後用鹽酸 50 ml 和水清洗樹脂數次,回收樹脂。

實驗注意事項：

1. 使用強酸強鹼時，若不慎被潑濺到，應立即用大量清水沖洗。
2. 開始層析時，液面須隨時高於樹脂。
3. 做下一個層析前，需先確認洗滌液是否跟已沸水 pH 值相同。