



# 過錳酸鉀氧化還原滴定

(2020/05/08 修訂)

## 領取專用器材

- 100 mL容量瓶：1個
- **250 mL錐形瓶：4個**
- 25 mL滴定管：1支
- 玻璃滴管：1支
- 溫度計：1支
- 攪拌子：1顆(小助點發)

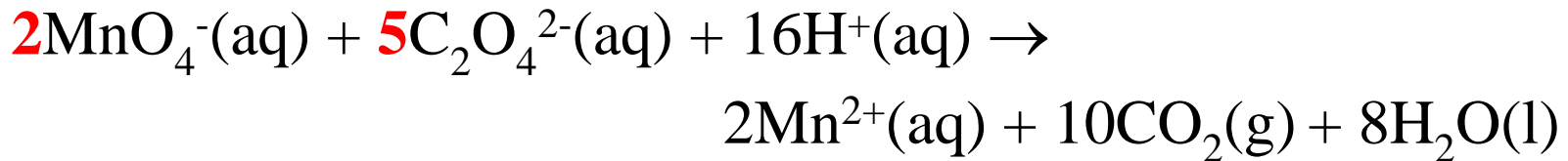
## 準備個人器材

- 100 mL燒杯：2個
- 10 mL量筒：1支
- 50 mL量筒：1支



# 實驗目的

- 利用草酸鈉標定過錳酸鉀溶液之濃度



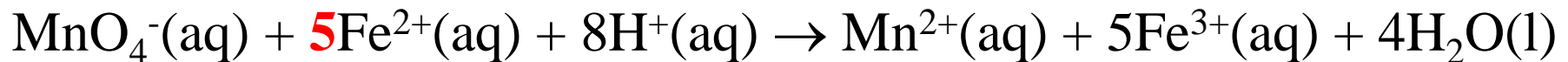
- **McBride**

- 於60~90 °C，滴定至粉紅色持續30秒不褪色

- **Fowler-Bright** (避免空氣和草酸根反應)

- 室溫下先以80%過錳酸根與草酸根離子反應
- 再加熱至55~60 °C完成滴定

- 以過錳酸鉀滴定分析未知樣品中亞鐵含量



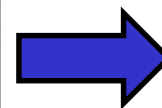
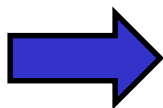
$$\frac{n_{\text{Fe}^{2+}}}{5} = \frac{n_{\text{MnO}_4^-}}{1}$$



# 步驟 1 配製 0.02 M $\text{KMnO}_4$

## 配製 0.02 M 過錳酸鉀溶液

- 稱約 0.3 g  $\text{KMnO}_4(\text{s})$
- 以容量瓶配製成 100 mL 溶液

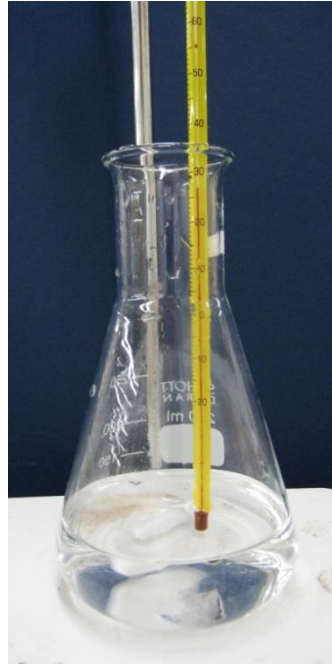


配好後溶液轉  
置燒杯，容量  
瓶速洗淨

確認固體完全溶解



# 步驟 2 McBright 法標定



(1) 精稱草酸鈉

0.1~0.15 g

250 mL 錐形瓶

加入 50 mL

1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$

加熱至  $80^\circ\text{C}$

攪拌滴定至終點

\* 粉紅色 30 s 不褪色

(2) 空白滴定：滴定 50 mL 之 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$



# 步驟 3 Fowler-Bright 法標定



## (1) 精稱草酸鈉

- 0.1~0.15 g於錐形瓶
- 加50 mL 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$

室溫下

加約80%  $\text{KMnO}_4$   
攪拌至溶液澄清無色

加熱至55~60°C

滴定至終點

\* 粉紅色持續30 s  
不退色

(2) 空白滴定：滴定50 mL之1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$



# 實驗注意事項

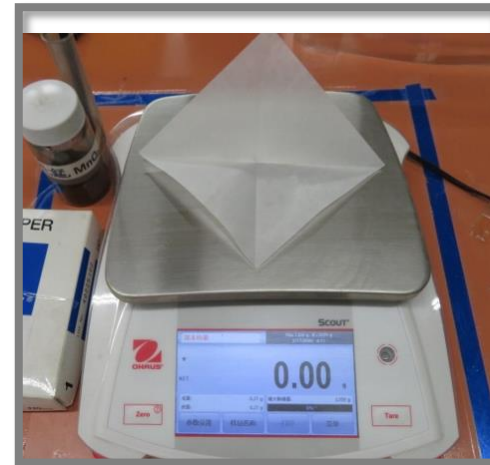
## 精簡報告

- 以容量瓶配製藥品，應搭配漏斗、滴管使用
- 在排煙櫃中加熱待滴定溶液及濃鹽酸
- 拿取經加熱之錐形瓶務必戴棉布手套隔熱
- 鐵礦砂中的鐵含量實驗不做（參考實驗）
- 含 $\text{KMnO}_4$ 廢液倒入過錳酸鉀專用重金屬廢液回收桶
- 精簡報告，數據計算含：
  - 過錳酸鉀標定濃度—McBride法
  - 過錳酸鉀標定濃度—Fowler-Bright法
  - 未知試樣鐵含量%
  - 滴定體積均需扣除空白滴定之體積



# 電子天平與稱量

- 天平是精密稱量儀器，需避免震動及移動
- 平時均插上電源，以保持暖機
- 使用前確認天平是水平（水平儀）且是乾淨乾燥
- 壓按【ON】開機，壓按【TARE】使天平歸零
- 所稱物品需放冷，質量不可超過稱量上限
- 待稱物放在稱盤中心位置，以準確量測
- 螢幕數值穩定後讀記全部數值（電子天平 $\pm 0.01$  g）
- 稱量藥品時用公用藥匙及摺疊過的稱藥紙或燒杯盛裝
- 先加少量藥品評估大致的藥品取量，避免過量致廢棄
- 避免量取的藥品灑落天平上，造成天平腐蝕
- 秤量完畢，蓋上藥品瓶蓋、關閉電源
- 不慎灑落在天平的藥品，需將天平關機後以毛刷掃除
- 秤取少量藥品時應使用精密度較高之分析天平（ $\pm 0.0001$  g），天平歸零及讀取數值時均需關閉防風罩，再讀記穩定數值
- 實驗結束，關閉天平電源，蓋上防塵套



電子天平

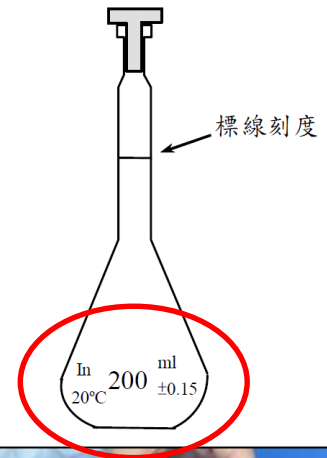


分析天平



# 容量瓶

- 容量瓶及瓶蓋清洗乾淨後用蒸餾水淋洗數次
- 精稱固體藥品置於燒杯中，以部分水(溶劑)溶解後，再將溶液經由漏斗完全移轉入容量瓶
- 用適量水(溶劑)淋洗燒杯及漏斗3次以上
- 加水(溶劑)到容量瓶2/3容積
- 沿水平方向旋轉式搖動瓶，初步混合溶液
- 以滴管小心加水到標線位置(勿用洗瓶添加)
- 蓋好瓶塞，一手壓按住瓶塞，另一手托住瓶體，將瓶倒轉，使氣泡上升到頂，並將瓶沿水平方向旋轉使溶液混合，再倒轉回來；重覆此倒置混合數次
- 混合均勻的溶液倒入燒杯中取用
- 容量瓶不可置於烘箱中高溫烘乾，以免影響體積
- 不將容量瓶當作直接加熱反應的器具或儲存瓶使用
- 容量瓶使用後應盡速沖洗乾淨







# 滴定操作

- 洗淨滴定管，並以少量滴定劑潤洗2次
- 關閉滴定管活栓，經由漏斗裝填試劑，裝填時稍微提高漏斗，讓管內空氣能排出，溶液可順利流入
- 加入滴定試劑到超過滴定管“0”刻度線
- 重複快速轉動活栓數次，將活栓下方氣泡趕除
- 滴定管若有滴漏，可將活栓螺帽適度調緊直到不再滴漏
- 以錐形瓶裝待測液，固體溶質需全溶，並加適量指示劑
- 讀取、記錄滴定管之初體積( $V_i$ )與終體積( $V_f$ )至0.01 mL
- 慣用手搖瓶，另一手反扣控活栓，水平圓周旋轉搖瓶
- 滴定時，滴定管之流放尖端要保持在錐形瓶的瓶口內
- 實驗完畢，管中試劑排放入廢液杯，再用清水將滴定管清洗乾淨
- 洗乾淨的滴定管倒置在滴定管架上，晾置滴乾
- 滴定管因為管徑長，在清洗操作時需要格外小心

