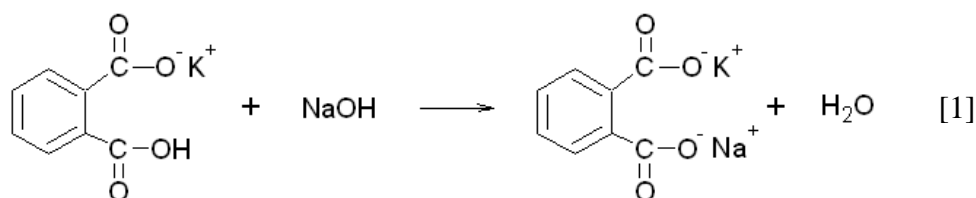


微量化學實驗：酸鹼滴定的微量實驗

■ 原理和概念

酸鹼滴定或酸鹼中和滴定是一種測量體積的定量分析法，也是分析化學的基礎。本實驗所提供的氫氧化鈉溶液並非標準溶液，必須用標準酸來標定其濃度。鄰苯二甲酸氫鉀（potassium hydrogen phthalate, KHP）可以當作標準酸，因為苯二甲酸氫鉀的純度高且其 $K_a = 5.72 \times 10^{-6}$ （在 25°C 下）不會太弱。在室溫下，鄰苯二甲酸氫鉀在水中能夠釋放一個質子與氫氧化鈉反應，其反應如式[1]所示：



利用已知濃度的鹼或酸溶液，以滴定方式測定酸或鹼溶液的未知濃度，其原理主要是當酸鹼反應達到當量點時，氫離子（ H^+ ）的當量數等於氫氧根離子（ OH^- ）的當量數，藉此推知未知濃度，如式[2]所示。若酸為單質子酸而且鹼為單一氫氧根離子，則未知濃度的計算，如式[3]所示。

$$N_a \times V_a = N_b \times V_b \quad [2]$$

$$M_a \times V_a = M_b \times V_b \quad [3]$$

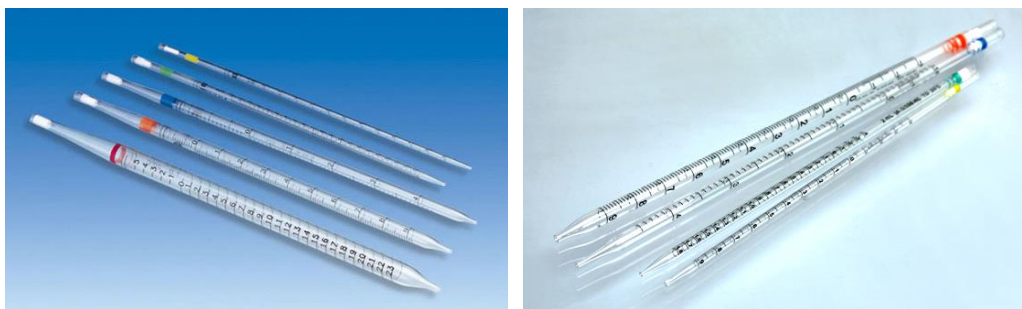
此處， N_a ：酸的當量濃度， V_a ：酸的體積， N_b ：鹼的當量濃度， V_b ：鹼的體積。 M_a ：酸的體積莫耳濃度， M_b ：鹼的體積莫耳濃度。

本實驗的氫氧化鈉溶液的濃度標定和待測樣品的濃度測定，在酸鹼滴定时都可以使用酚酞指示劑的開始變色（呈現粉紅色）當作滴定的終點。

■ 微量滴定管的製作和操作

一、器材和工具

丟棄式塑膠移液管（PS 製移液管，2.000 mL in 1/100 mL TD 20°C ）1支（見圖二）、剪刀 1支、塑膠注射針附針頭（2.5 mL）1支、防水砂紙（150#粗目）1小張、石臘膜（parafilm, 約 1.0 cm x 2.0 cm，或用雙面膠取代）2小張。

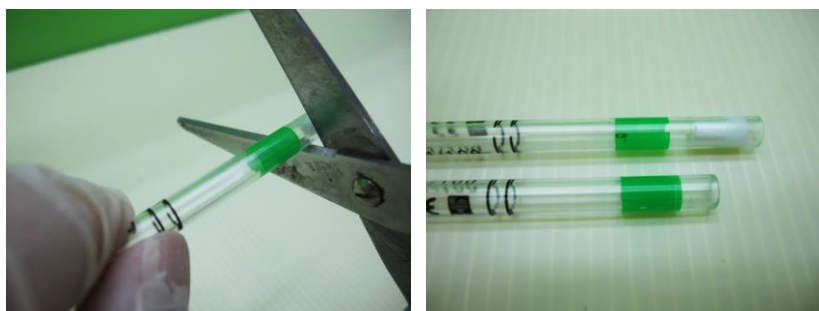


圖二：各種體積刻度的丟棄式塑膠移液管

(圖片來源：<http://goo.gl/z7zXIJ> (左) 和 <http://goo.gl/dT7RYd> (右))

二、微量滴定管的製作

1. 取一支 2.000 mL 丟棄式塑膠移液管，用剪刀剪掉此管後端的棉花部分，如圖三所示。



圖三：用剪刀剪掉移液管的後端 (左) ; 剪掉棉花部分的移液管 (右)

2. 取一支塑膠注射針的針頭，使用剪刀截斷鐵製的針頭，保留鐵製的針頭約 1.0 公分，如圖四所示。(注意：保留鐵製的針頭約 1.0 公分，否則填充滴定液會自動藉由毛細作用而滴下。)



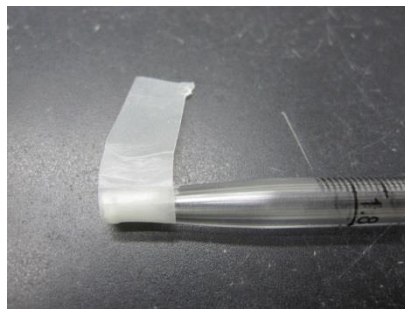
圖四：用剪刀截斷鐵製的針頭

3. 手持針頭的開口，垂直地抵住磨砂紙，以旋轉圓圈的方式磨平針頭的開口，如圖五左所示。磨平的針頭，以避免刺傷皮膚，如圖五右所示。



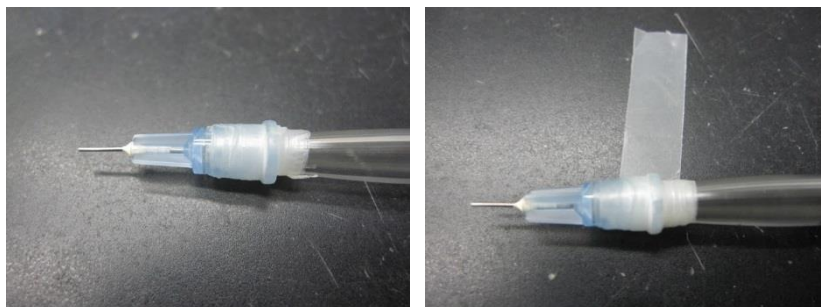
圖五：用磨砂紙磨平針頭的開口（左）；磨平的針頭（右）

4. 用石臘膜（或雙面膠）纏繞移液管的前端，以增加前端的厚度，使針頭的套頭與移液管的前端能夠緊密接合，如圖六所示。



圖六：用石臘膜纏繞移液管前端，以增加前端的厚度

5. 用針頭緊密地套住移液管的前端，如圖七左所示。然後用石臘膜纏繞接合處，使其緊密連接在一起，如圖七右所示。



圖七：用針頭套緊移液管的前端（左）；用石臘膜纏繞在接合處（右）

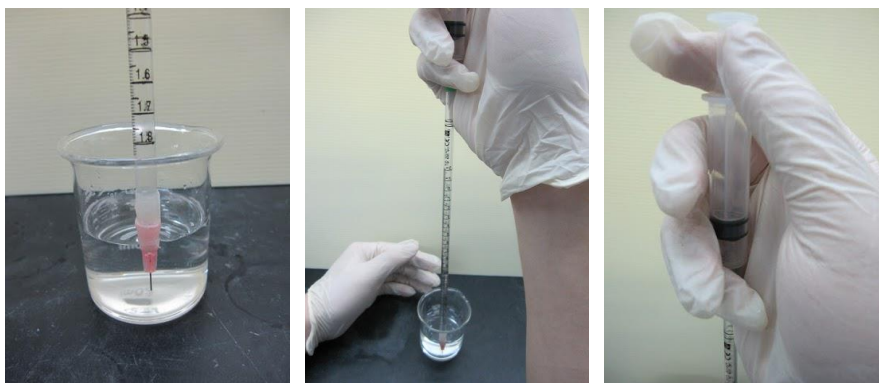
6. 取一支塑膠注射針筒，針筒的前端直接插入移液管的後端開口，使之緊密接合，如圖八左所示。若接合處無法密合，則用石臘膜或雙面膠設法緊密接合在一起。組裝完成的一支 2.000 mL 微量滴定管，如圖八右所示。



圖八：針筒的前端直接插入移液管的後端開口（左）；組裝完成的一支微量滴定管（右）

三、微量滴定管的操作

1. 吸取溶液：取一支自製微量滴定管，透過針頭的開口吸取溶液。方便的作法是用一隻手握住注射針的筒管，藉由手指輕輕地使力，往上推針筒的推拉桿來吸取溶液，吸取的動作盡可能緩慢，不宜過急，如圖十所示。



圖十：微量滴定管吸取溶液的操作

2. 滴定溶液：方便的作法是用一隻手握住注射針的筒管，藉由手指輕輕地使力，往下壓針筒的推拉桿。當壓下推拉桿時，移液管內的溶液會緩慢地滴下來。壓下推拉桿的動作不宜過大，滴定溶液的滴加速率就不會過快，如圖十一所示。



圖十一：利用手指輕輕地使力，壓下針筒的推拉桿

3. 為方便讀取刻度，手指應該放置在溶液到達的刻度處附近，如圖十二所示。



圖十二：手指放置於溶液到達的刻度處附近

4. 在滴定終點前，若控制得宜，則溶液會自動停止滴下。若控制不得宜，以致溶液仍然繼續滴下，則用手指（戴乳膠手套）輕輕抵住針頭的開口，很容易使之停止滴下，如圖十三所示。



圖十三：用手指（戴手套）抵住針頭的開口使溶液停止滴下

5. 微量滴定管的清洗：滴定完畢後，先排除在微量滴定管內的溶液，再吸取並排除自來水兩次，然後用蒸餾水清洗一次。

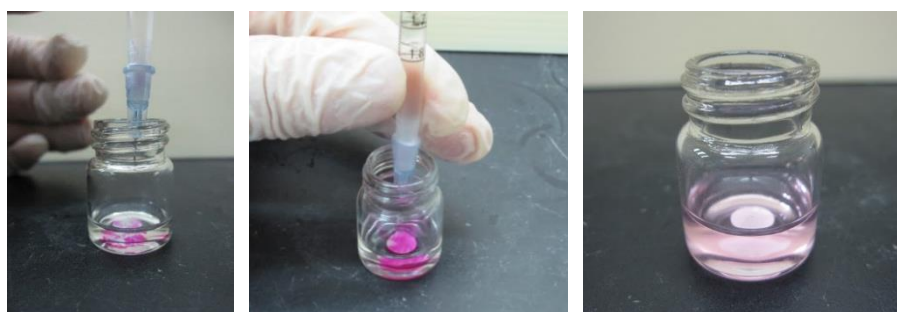
■ 微量滴定步驟

一、藥品與器材

1. 微量滴定管 2 支、小燒杯或小玻璃瓶（約 30-50 mL） 1 個。
2. 0.1 M NaOH（待標定） 6 mL、0.1 M KHP（已知濃度） 3 mL、食用醋 0.6 mL、酚酞指示劑 3 滴。
3. 配製鄰苯二甲酸氫鉀（KHP）溶液：稱取 1.7971 g 的 KHP（莫耳質量為 204.22 g/mol），放入 100.00 mL 的量瓶，用蒸餾水稀釋到刻度線，並混合均勻。此處[KHP] = 0.0880 M。
【此量足以 30 組使用】

二、氫氧化鈉的微量標定

1. 清洗微量滴定管：先吸取自來水並排除兩次，然後用蒸餾水清洗一次，用 0.1 M 氫氧化鈉潤濕一次。
2. 用一支微量滴定管，吸取 0.1 M 氫氧化鈉，並記錄起始的刻度。【操作過程請見「微量滴定管的製作和操作」一節】
3. 用另一支微量滴定管，取 1.000 mL 的 KHP 溶液（已知濃度），裝在一個小的玻璃瓶（或試飲杯）中，並加入 1 滴的酚酞指示劑。【操作過程請見上述】
4. 以 NaOH 溶液緩慢地滴定，並搖晃小玻璃瓶，直到溶液呈現粉紅色，持續 15 秒不褪色即滴定終點，如圖十四所示。
5. 記錄 NaOH 的最後刻度。
6. 重複滴定步驟三次。
7. 計算 NaOH 溶液的體積莫耳濃度。



圖十四：滴定過程的顏色，滴定剛開始（左）；滴定中途（中）；及滴定終點（右）

三、食用醋中醋酸濃度的微量測定

1. 稀釋 5 倍的食用醋：用一支 20 mL 的移液管，取 20.00 mL 的食用醋，放入 100 mL 的量瓶，用蒸餾水稀釋到刻度線，並混合均勻。【此量足以提供 30 組實驗之用】
2. 清洗微量滴定管：先吸取並排除自來水兩次，然後用蒸餾水清洗一次，用 0.1 M 氫氧化鈉潤濕一次。
3. 用一支微量滴定管，吸取 0.1 M 氫氧化鈉，並記錄起始的刻度。【操作過程請見「微量滴定管的製作和操作」一節】
4. 用另一支微量滴定管，取 1.000 mL 稀釋 5 倍的未知濃度食用醋，裝在一個小的玻璃瓶（或試飲杯）中。【操作過程請見上述】
5. 再加入約 1 mL 的蒸餾水，並加入 1 滴的酚酞指示劑。

- 以 NaOH 溶液緩慢地滴定，並搖晃小玻璃瓶，直到溶液呈現粉紅色，持續 15 秒不褪色即滴定終點。
- 記錄 NaOH 的最後刻度。
- 重複滴定步驟三次。
- 計算食用醋中醋酸的體積莫耳濃度。

■ 廢棄物處理和安全注意事項

- 滴定後的溶液為中性溶液，可倒入水槽，用大量的流水沖掉。
- 使用過後的微量滴定管必須清洗，並排除水分，以避免金屬針頭的內部生鏽。
- 清洗後的微量滴定管應該妥善保管，可以重複使用。
- 未使用的鄰苯二甲酸氫鉀溶液和稀釋的食用醋可倒入水槽，用大量的流水沖掉。

■ 結果與討論

日期：_____；時間：_____；組別：____；學號：_____；姓名：_____

一、氫氧化鈉溶液的微量標定

表一：氫氧化鈉溶液的標定數據

項目	試驗一	試驗二	試驗三
鄰苯二甲酸氫鉀	---		
濃度 (M_a), M			
體積 (V_a), mL			
氫氧化鈉溶液	---		
起始刻度 (V_i), mL			
最後刻度 (V_f), mL			
使用體積 (V_b), mL			
標定濃度 (M_b), M			
濃度的平均值 (M), M	---		---
實驗精確度	---		
各次試驗的偏差, M			

平均偏差, M	---		---
相對平均偏差, %	---		---

(在此寫出實驗討論)

二、食用醋中醋酸濃度的微量測定

表二：測定食用醋的醋酸濃度

項目	試驗一	試驗二	試驗三
食用醋	---		
被稀釋的倍數 (D)			
被滴定體積 (V_a), mL			
使用氫氧化鈉溶液	---		
標準濃度 (M_b), M			
起始體積 (V_i), mL			
最後體積 (V_f), mL			
滴定體積 (V_b), mL			
食用醋的醋酸濃度	---		
濃度 (M_a), M			
濃度平均值 (M_{aa}), M	---		---
實驗精確度	---		
各次試驗的偏差, M			
平均偏差, M	---		---
相對平均偏差, %	---		---

(在此寫出實驗討論)

實驗設計：黃稜蘊、楊水平，國立彰化師範大學化學系

資料來源：《臺灣化學教育》(<http://chemed.chemistry.org.tw/>)，第十四期。