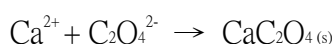


第三十屆國際化學奧林匹亞競賽

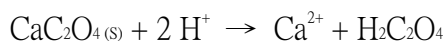
實作測驗

草酸根沈澱再用過錳酸根滴定來決定鈣離子濃度的實驗

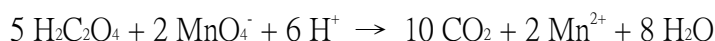
本實驗你必須在含有鈣鎂離子的溶液中，先利用草酸根選擇性將鈣離子以草酸鈣沈澱出來。且以過濾法完全分離。



然後再以酸溶解沈澱物：



而所釋放出的草酸，以標準的過錳酸鉀溶液滴定



草酸鈣沈澱物的生成

1. 以一 25.00 毫升取液管精確量取所提供給你含有鈣/鎂離子的溶液至一 250.0 毫升的容量瓶中，以蒸餾水精確的稀釋至刻度(即稀釋為原濃度的 1/10)

注意：分析兩次此稀釋的鈣/鎂離子溶液。你有足夠的試劑可以做三次分析實

驗，但你必須小心控制時間及所用的器材。

依照下列步驟，量取你的實驗樣品

2. 以一 25.00 毫升取液管量取上面稀釋的鈣/鎂離子溶液，放入一 250 毫升的燒杯，然後再加約 10 毫升 3M H_2SO_4 及約 50 毫升的蒸餾水

小心：3M H_2SO_4 腐蝕性非常強！下列步驟牽涉到熱溶液(幾乎可沸騰)，

要小心且注意所產生的蒸汽！

3. 將上面配製好的溶液蓋上表玻璃(表玻璃凹面朝上)，在加熱板上緩緩的加熱，一直到非常的熱但不要沸騰。
4. 由加熱板取下的熱溶液，再小心的加入 1.5 克固體草酸銨，搖晃溶液直至大部分的草酸銨溶解。

注意：草酸溶液是有毒的，勿將含有草酸的溶液倒入水槽，而須將其倒入實

驗台尾端標有「Permanganate/Oxalate residues」廢液瓶中。

5. 加 5~10 滴的甲基紅指示劑溶液到燒杯中，趁溶液還熱，將標示 1：1 的氨水溶液慢慢地一面攪拌加入其中，以增加溶液的 pH 值，直至溶液顏色由粉紅恰好變成橘色。假如加太多的氨水溶液，溶液將變成黃色，為校正此問題，再加入 1 滴 3M 的 H_2SO_4 以降低 pH 值，若又太低再以氨水調至滿意剛好橘色為止。

注意！標示 1：1 的氨水溶液腐蝕性強，且有很強的刺鼻味，用畢立即蓋緊。

6. 將調好的溶液，靜置至少 60 分鐘中，以便將草酸鈣沈澱完全，記住此時間 不要攪動此溶液。

在此 60 分中的等待，你必須去完成實作測驗二

注意！若你有信心確定沈澱已完全，再進行下面的步驟。

草酸鈣沈澱的過濾

7. 在一 250 毫升錐形瓶的瓶口，插入一已放入濾紙的漏斗，用少許的蒸餾水潤濕濾紙，使服貼於漏斗上，再將步驟 6 所得上層液傾倒過濾，收集錐形瓶的濾液，用洗瓶潤洗步驟 3 的表玻璃所附著物質的部份(此時燒杯內仍有沈澱物)。
 8. 測試過濾液是否仍有鈣離子的存在，可在一塊黑色的塑膠布，滴一滴過濾液，然後於其上滴一滴草酸銨試劑，若有白色(或混濁)現象生成，則不幸的是你的草酸鈣沈澱並不完整(這也許是 pH 值未調好，或等待沈澱時間不夠久)。若時間許可，你可重新來過，若無時間，則繼續做下列的分析。
 9. 若過濾液，已檢測不到鈣離子，用裝水的洗瓶，小心的將燒杯內的草酸鈣沈澱洗到漏斗的濾紙上，利用玻璃棒上橡皮端將燒杯中殘留的沈澱物刮下，並用裝水的洗瓶，將固體沈澱物再洗至漏斗的濾紙上。
- 10.每次用約 10 毫升的水洗沈澱物，洗四次，用錐形瓶收集洗液。
- 11.將前幾步驟在錐形瓶中的濾液，一起倒入標有「Permanganate/Oxalate residues」廢液瓶中。再用水清洗所有盛過濾液的錐形瓶，也將洗液倒至廢液瓶中。
- 12.用不超過 10 毫升的水淋洗草酸鈣沈澱物，以錐形瓶收集濾液，可在一塊黑色的塑膠布上，滴一滴過濾液，然後於其上滴一滴硝酸鈣試劑，若有白色(或混濁)現象生成，繼續淋洗及測試，直至淋洗液無草酸根為止。

13.當沈澱物已無草酸根，將洗液丟棄，並將錐形瓶淋洗乾淨。

注意！再繼續做下一個步驟前，你必須要求監試人員檢視你的沈澱物，並要求他在你的答案卷上簽名。

14.利用玻棒在漏斗上的濾紙中間底端戳一個小洞，再用約 20 毫升的水將濾紙上的草酸鈣沈澱物經小洞沖洗至錐形瓶中。

注意！要淋洗玻棒及濾紙折疊處所有的固體殘留沈澱物。

15.利用塑膠滴管取約 25 毫升 3M H_2SO_4 溶解任何殘留在濾紙上微量的草酸鈣，用錐形瓶收集濾液。最後再用約 20 毫升的水淋洗濾紙。

利用高錳酸根的滴定

16.將上面所收集的草酸鈣溶解液，加水至體積約 100 毫升後，將其置於加熱板上加熱至約 60°C ，然後當所有的草酸鈣完全溶解，趁熱，再小心的利用標準的高錳酸鉀溶液滴定此溶液。

注意：不需要用溫度計量此溶液的溫度， 60°C 會燙手。

17.滴定後的溶液，倒入標有「Permanganate/Oxalate residues」廢液瓶中。

計算鈣離子在所提供的原始鈣/鎂離子溶液中的平均濃度。

原子量：Ca 40.08；Mg 24.31；Mn 54.94；C 12.01；O 16.00 克/莫耳