

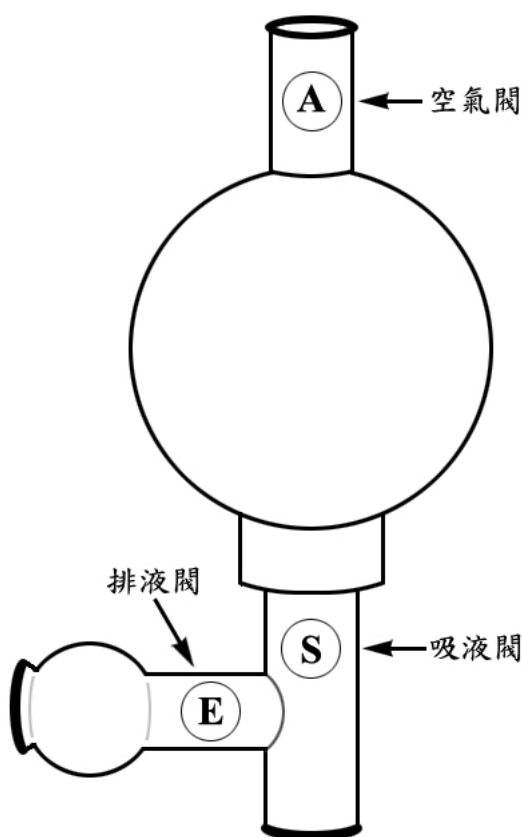
◎ Exp 2 實驗操作注意事項 ◎

此次實驗主要的目的在觀察溫度對草酸飽和溶解度的影響，影響實驗結果的主要因素有(1)草酸飽和溶液的配製方法是否正確，(2)實驗過程中，溶液必須時時維持飽和狀態及(3)取液的手法技巧是否熟練而迅速，因此以下所列出之實驗步驟注意事項，務必確實注意及遵守，以利實驗順利進行及避免實驗之重做。

實驗步驟	注意事項
<p>(A)配製草酸飽和溶液</p> <p>(1)各班實驗所使用之草酸溶液已事先放置於一 250-ml 錐形瓶中，並以矽膠塞塞住，請自行加蒸餾水補充液面高度至瓶身標示刻度的 200ml 處。</p> <p>(2)在實驗所提供的加熱鍋中加水超過加熱圈(水位高度約在鍋內一半處)，插上電源煮水加熱，於上述裝有草酸溶液的錐形瓶中插入一支溫度計及一支攪拌棒，小心將錐形瓶浸入加熱鍋中加熱，時時攪拌溶液使瓶內水溫快速上升至 50°C，此時，移出錐形瓶，持續維持攪拌動作並觀察瓶內是否仍有部份草酸沈澱，且不應持續的攪拌而溶解。若草酸全部溶解而無草酸固體存在於瓶內，則加入草酸藥品，直至水溫維持在 50°C 時，不論如何攪拌，瓶內仍有部份草酸固體存在為止，每次加入草酸時可大膽的以刮勺一次加入 2-3 匙。</p>	<p>實驗要觀察的第一個溫度是 45°C，然而配製飽和溶液時必須將溶液加溫超過待測溫度 5°C 以上為佳(以此次實驗而言，亦即 50°C 以上)，再將其降至待測溫度(45°C)，觀察是否有多餘的草酸結晶析出，才能確保所配製之溶液達到飽和。</p>
<p>(B)恆溫飽和溶液及準備取液分析</p> <p>(1)事先將恆溫水槽加水加熱，並調整至 45°C。</p> <p>(2)將上述配製好之 50°C 溶液(雖然內有草酸固體存在，然而在此溫度下無法確定此為飽和溶液)，緩緩攪拌降溫至 45°C，此時可看到有多餘的草酸結晶析出，其晶形為針狀，若沒有此現象發生，表示所配製之溶液並未達到飽和，必須重新完成步驟(A)。在確定溶液已達飽和後，將降溫後的 45°C 飽和溶液移至恆溫水槽中恆溫靜置，靜置的目的在使攪拌過程中所造成的混濁溶液隨著草酸結晶的沈澱而澄清，因此，在此次實驗中使用恆溫水槽的目的只在於維持取液前的溶液能保持定溫，而非用來加熱溶液。</p>	<p>攪拌降溫的過程中，攪拌速度必須緩慢且不可以冷水或冰水沖刷錐形瓶以求快速降溫，否則會造成結晶突然大量析出而不飽和，而此次實驗由 45°C 高溫往低溫操作，主要的目的亦在使溶液能時時維持在飽和狀態。</p>

(3)利用溶液靜置沈澱的空檔，準備兩個清洗乾淨的 125-ml 錐形瓶，倒掉瓶內水份，但不需烘乾，而瓶外則需擦拭乾淨，秤重並記錄空瓶重，然後置於桌上乾淨處準備盛接待測液，同時可由一位同學使用吹風機以強熱風吹熱一支單一刻度為 5-ml 的 Pipette，準備吸取飽和溶液。

(C)取液分析

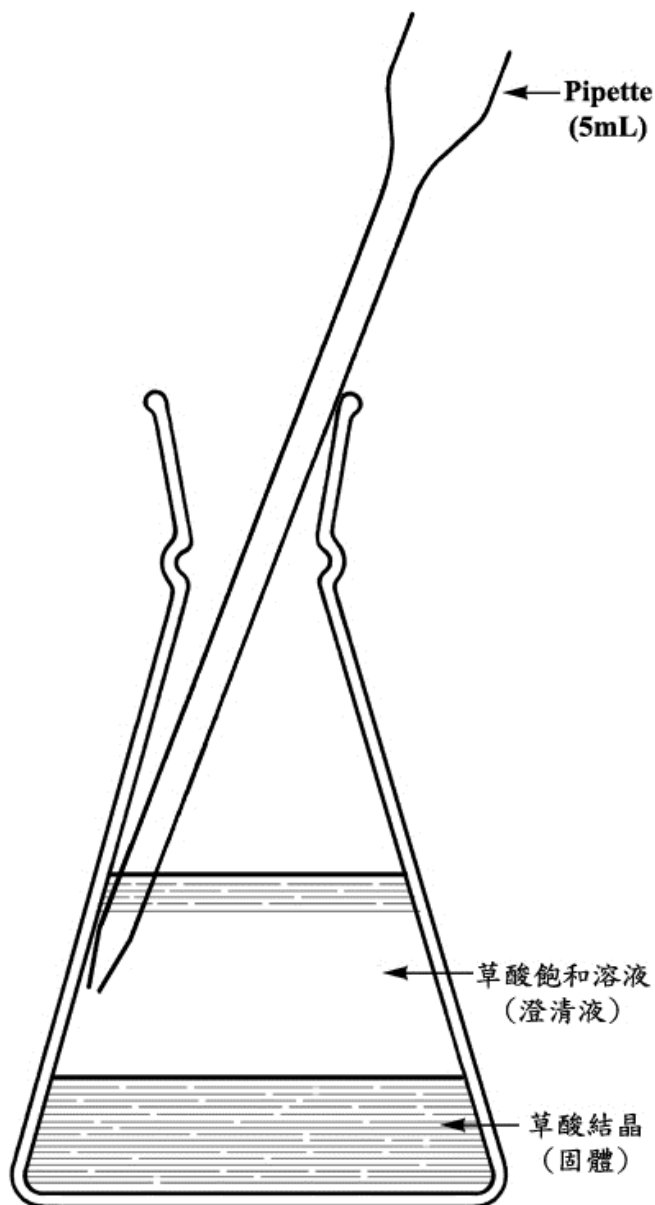


(1)上圖示為一舊式的安全吸球，此次實驗不適用實驗室所提供的新式安全吸球，而為了能夠順利且無阻礙的吸取飽和溶液，吸球傳統的標準使用方法在此將稍作改變。

(2)按下吸球的空氣閥(A)，排出其內的空氣，插入前述吹熱中的 5-ml Pipette，待吹熱至高溫確定可以取液後，如下圖所示，將 Pipette 傾斜插入錐形瓶內上層的澄清液中，尖端斜靠在錐形瓶的玻璃壁上，而不要直立取液，以避免取液時，因水流翻動而帶動底下的草酸固體向上揚起。

加熱 Pipette 的目的，在避免取液時，溶液因遇冷溶解度下降而造成結晶突然析出，必須強調的是量取體積用的玻璃器材不可加熱，而此次實驗取液並不需精準的控制 5ml，因此加熱造成的玻璃器材體積改變，並不會影響此次實驗結果。

(3)快速吸取約 5-ml 的澄清液，移出 Pipette 騰空置於前述已先秤過空瓶重的 125-ml 錐形瓶上方，**左手壓擠安全吸球之球體**，同時**右手大姆指及食指緊壓安全吸球上的吸液閥(S)**，快速將溶液擠壓至錐形瓶中，接著再次吸取第二次溶液，同一溫度必須進行兩次測量。



(4)將加入飽和溶液的兩瓶 125-ml 錐形瓶秤重並記錄，扣掉空瓶重，此即為所取的 5ml 左右的溶液重，再以乾淨的蒸餾水沖洗錐形瓶內緣的殘留草酸固體，搖晃溶解，注意加入之水位約在瓶身刻度標示的 50-75ml 左右即可，於溶液中加入 2-3 滴酚酞當作指示劑，以 1M NaOH 滴定至顯現淡淡粉紅色為止，記錄滴定的體積。

取液速度要快，否則固體析出在 Pipette 底端時，無法完全將飽和溶液移入錐形瓶中，部份流入瓶中的溶液非飽和溶液，此時，必須重新清洗 Pipette 及錐形瓶，並重作前面步驟，如此必將影響實驗的進行。

注意必須秤重後才可加水溶解，步驟不可顛倒。

(5)依序降溫調整 3 個不同的溫度，重複前述所有取液測量，本班的要求約各差 4°C 即可，亦即 45、41、37 及 33°C。

(6)標定 1M NaOH: 秤取並記錄約 2g 之 KHP 於 125-ml 錐形瓶中，加水至瓶身刻度 50-75ml，以攪拌棒攪拌溶解，加入 2-3 滴酚酞當作指示劑，以 NaOH 滴定至顯現淡淡粉紅色為止，記錄滴定的體積。標定必須作兩次。

進行各個溫度的測量，Pipette 必須重新清洗乾淨。

此實驗過程中，溶液溫度降溫的控制時間較長，必須分工合作，才有辦法在 3 小時內完成實驗，特別注意的是，不要一到實驗室就直接想先作 NaOH 之標定，飽和溶液未配製好，所有實驗流程根本進行不下去，組員分配工作建議事項及實驗流程如下：

(一)事先準備

組員 A：先負責配製步驟(A)之飽和溶液。

組員 B：先加水調整恆溫水槽之水溫至 45°C，接著洗淨 10 個取液用的 125-ml 錐形瓶(5 個溫度各兩瓶)，並先秤重其中兩個空瓶重，以備 45°C 時取液用。

組員 C：進行 NaOH 之標定。

(二)飽和溶液恆溫中及取液

組員 B：待組員 A 將飽和溶液配製好並放入恆溫水槽中恆溫靜置時，吹熱 5-ml Pipette，然後取液兩瓶交予組員 A，接著將恆溫水槽調降 4°C(此員負責調水溫及取液)，可加入冷水至水槽中快速降溫，再秤重兩個 125-ml 錐形瓶備用，清洗乾淨 5-ml Pipette，待組員 C 將溶液降溫並重新放回恆溫水槽靜置後，再次吹熱 5-ml Pipette，準備取液。

組員 A：從組員 B 接過裝有飽和溶液之錐形瓶兩瓶，先將溶液秤重，加水溶解進行滴定(此員專責滴定)。

組員 C：待組員 B 取完溶液後，將錐形瓶移出水槽，緩緩攪拌降溫 4°C(此員專責調降飽和溶液溫度)，再放回已調好相同溫度的恆溫水槽中。雖然溶液降溫非常緩慢，但必須時時注意並提醒組員 B 快將恆溫水槽溫度調好，以免溶液降溫後，水槽的溫度卻還未調整好，而無法恆溫。