

## ◎ Exp 8 實驗操作注意事項 ◎

此次實驗主要觀察三種溶劑之間的互溶情形，經由第三種溶劑的加入，使原本幾乎不溶(或部份互溶)的兩種液體最後完全溶成一相(液相)，當然我們要探討的是這第三種溶劑需要加入的最少量(體積)。使用到的藥品為甲苯、水及冰醋酸，其中甲苯與水幾乎不溶，而冰醋酸與甲苯及冰醋酸與水則完全互溶，經由冰醋酸的加入，使得原本不溶的甲苯－水混合液最後完全溶在一起。

此次實驗操作步驟不算困難，但是由於要觀察及判斷的相變化滴定次數較多，而同學們對相變化的滴定是第一次遇到，在判斷上難免經驗不足，也因此常常造成實驗時間過長，所以以下所列之實驗步驟注意事項，務必確實注意及遵守，同組同學也必須互相幫忙，以利實驗順利進行及避免實驗之重做。

| 實驗步驟                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    | 注意事項 |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|----|----|---|---|---|---|---|----|----|------|-----------|--------------------------------|--|--|--|--|--|--|--|--|--|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|---------|----|----|----|---|---|---|---|---|---|---|-------|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|
| (A)相變化滴定                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| (1)準備 10 個 125-ml 錐形瓶，依下列表格所示體積配製好甲苯及水之混合液，以八號矽膠塞將瓶子塞緊，此時可發現兩種溶劑並不溶在一起而分成上下兩層，水之比重較重，所以在下層。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| <table><tr><td rowspan="2">Solutions</td><td colspan="10">Initial volume of solvents, mL</td></tr><tr><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td><td>8</td><td>9</td><td>10</td></tr><tr><td>Toluene</td><td>15</td><td>10</td><td>10</td><td>5</td><td>5</td><td>3</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr><tr><td>Water</td><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>2</td><td>3</td><td>3</td><td>6</td><td>5</td><td>15</td><td>25</td></tr></table> |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      | Solutions | Initial volume of solvents, mL |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | Toluene | 15 | 10 | 10 | 5 | 5 | 3 | 3 | 1 | 1 | 1 | Water | 1 | 2 | 3 | 2 | 3 | 3 | 6 | 5 | 15 | 25 |
| Solutions                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | Initial volume of solvents, mL |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 1                              | 2  | 3  | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9  | 10 |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| Toluene                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 15                             | 10 | 10 | 5 | 5 | 3 | 3 | 1 | 1  | 1  |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| Water                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | 1                              | 2  | 3  | 2 | 3 | 3 | 6 | 5 | 15 | 25 |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| (2)在抽氣櫃內進行相變化滴定。在滴定管內加入冰醋酸，滴定上述配製好之混合液，原本不溶之甲苯—水混合液由於冰醋酸的加入，逐漸溶在一起，滴定過程必須邊滴定邊搖晃錐形瓶(左手旋轉控制滴定管之流速，右手搖晃瓶身)。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| (3)Solutions 1-7 在相變化滴定的過程中，發現溶液先變成白色混濁狀，然後再突然變成澄清，此即為滴定終點，注意滴定的過程中，要時時搖晃錐形瓶。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| (4)Solutions 8-10 仍可發現兩種溶劑並不溶在一起，然而由於甲苯只取 1ml，所以較難觀察出上下分層，不過由瓶底往上看，可看到水面上好像浮了一層油。此部份滴定判斷的方法與前述(2)稍有不同，由於甲苯量較少，所以白色混濁狀較難觀察到，此時改為觀察水面上不溶之液體是否消失來決定是否到達滴定終點。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |
| 相變化滴定非酸鹼滴定，因此不需加入指示劑。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                |    |    |   |   |   |   |   |    |    |      |           |                                |  |  |  |  |  |  |  |  |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |         |    |    |    |   |   |   |   |   |   |   |       |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |

相變化滴定非酸鹼滴定，因此不需加入指示劑。

**(B)決定 tie line**

- (1)在 4 個分液漏斗中，依下列表格所示體積配製好甲苯—冰醋酸—水之混合液，劇烈搖晃並放氣數次，然後靜置 20-30 分鐘。

| Run        | V <sub>toluene</sub> (mL) | V <sub>HOAc</sub> (mL) | V <sub>water</sub> (mL) |
|------------|---------------------------|------------------------|-------------------------|
| (40,20,40) | 16                        | 8                      | 16                      |
| (40,30,30) | 16                        | 12                     | 12                      |
| (40,40,20) | 16                        | 16                     | 8                       |
| (40,50,10) | 16                        | 20                     | 4                       |

- (2)待上述分液漏斗中的溶液靜置分層以後，由分液漏斗下方出口排出約 5ml 左右之下層液至事先標示好 5ml 刻度之 4 支試管中，再將此 4 支試管中的液體倒入 4 個事先秤好空瓶重的 125-ml 錐形瓶，移至天平秤重，再扣掉空瓶重，即為 5ml 待測溶液的重量。

- (3)於上述 4 瓶溶液中加入 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。

- (4)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。

此處所列為體積百分率，總體積為 40ml，與講義上要求以重量百分率濃度來配製有所不同，改變配製方法的理由主要是為了方便配製藥品，計算時必須重新計算成重量百分率。

標定可在溶液靜置的空檔進行。

此實驗過程較長，在本學期實驗中，常常是作的最久的實驗，必須分工合作，才有辦法在 3 小時內完成實驗，組員分配工作建議事項及實驗流程如下：

組員 A：先負責配製步驟(A)之 15 瓶溶液，並塞上矽膠塞，交與組員 B 進行滴定。

組員 B：負責以冰醋酸滴定步驟(A)之 10 瓶溶液(此組員較辛苦)。

組員 C：先配製步驟(B)4 瓶分液漏斗中的溶液，再進行 NaOH 之標定。

組員 A 及 C 完成上述工作後，再一起合作完成步驟(B)剩餘的步驟。