

# 2014 年第四十六屆國際化學奧林匹亞競賽 --實作試題(3)

第四十六屆國際化學奧林匹亞競賽代表團

## 實作試題 (續)

### 實作三：含結晶水的鋅-鐵(II)草酸複鹽之分析

Practical Problem 3 13 % of the total	Code:		Task	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Total
	Examiner		Mark	0	25	2	25	3	4	3	2	5	2	71
			Grade											

鋅-鐵(II)草酸複鹽經常用於合成鋅鐵鹽的前驅物，鋅鐵鹽因具有磁性常被使用於許多電子裝置，然而，複鹽可能因合成方法不同而具有許多不一樣的組成與結晶水含量。

本實驗為分析含結晶水的鋅-鐵(II)草酸複鹽 (代號 Z) 以判定其實驗式。

#### 【步驟 $\text{KMnO}_4$ 溶液之標準濃度會公布於實驗室牆上】

帶著一個乾淨的 250 mL 燒杯去找在天平旁的助教，他會給你 Z 的純樣品作分析，在稱量紙上精確稱出重量在 0.7-0.8 克之間的純樣品 Z ( $m$  公克)，立即將此樣品倒入 250 mL 燒杯中作後續分析，並將重量紀錄於下表。

#### 問題 3.1：記錄你所稱取的純樣品 Z 的重量

Mass of sample, $m$ (gram) 樣品重量	Lab assistant's signature 實驗室助教簽名
-----	-----

#### 【樣品 Z 的分析】

- 以 100mL 量筒取約 30 mL 的 30 wt%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液，並倒入含有已知重量的樣品 Z 之 250 mL 燒杯。為了加速混合物的溶解可用加熱板加熱，注意請勿沸騰，絕對不可以使用數位溫度計因為酸液會破壞它，當固體完全溶解後，請將燒杯移離加熱板並使其

冷卻到室溫，待冷卻到室溫，將全數液體倒入 100mL 定量瓶，加入蒸餾水達到 100mL 刻度，此溶液稱為溶液 C。

- 使用有正確標示的燒杯裝  $\text{KMnO}_4$  標準溶液，再倒入有**棕色**刻度線的滴定管。
- 使用有正確標示的燒杯裝 EDTA 標準溶液，再倒入有**藍色**刻度線的滴定管。

**【以  $\text{KMnO}_4$  滴定】**

- a) 用 5 mL 刻度吸量管吸取 5.00mL 的溶液 C 放入 250 mL 錐形瓶。
- b) 在此錐形瓶中加入約 2 mL 的 30 wt%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液，約 3 mL 的 3.0M  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ，以及約 10 mL 的蒸餾水，將此混合物放在加熱板上加熱，注意不可以沸騰。
- c) 以  $\text{KMnO}_4$  標準溶液趁熱滴定此溶液，將滴定管的讀值記錄於下表中，在滴定終點可看見溶液出現粉紅色，可視你的需要重複此滴定次數，將你認為可接受的  $\text{KMnO}_4$  溶液使用量( $V_1$  mL)記錄於下。

**問題 3.2：記錄  $\text{KMnO}_4$  標準溶液使用量**

(你無需填滿此表)

	Titration No 滴定次數			
	1	2	3	4
Initial reading of the burette of $\text{KMnO}_4$ , mL $\text{KMnO}_4$ 滴定管滴定起始讀值, mL				
Final reading of the burette of $\text{KMnO}_4$ , mL $\text{KMnO}_4$ 滴定管滴定終點讀值, mL				
Consumed volume of $\text{KMnO}_4$ , mL $\text{KMnO}_4$ 使用體積, mL				

可接受的體積(Accepted volume) $V_1 = \text{_____ mL}$
----------------------------------------------------

**問題 3.3：請問可否以 HCl 或  $\text{HNO}_3$  取代  $\text{H}_2\text{SO}_4$  來溶解樣品 Z 並進行後續分析？**

HCl	YES <input type="checkbox"/>	NO <input type="checkbox"/>
$\text{HNO}_3$	YES <input type="checkbox"/>	NO <input type="checkbox"/>

**【EDTA 滴定】**

將兩個 250 mL 燒杯洗淨以備下面實驗使用，吸取 10 mL 的溶液 C 放入 250 mL 燒杯，在加熱板上加熱並攪拌，**注意請勿沸騰**，將約 15 mL 20 wt% 的 NaOH 溶液加入燒杯並持續攪拌約 3-5 分鐘，使氫氧化鐵(iron hydroxide)完全沉澱並將所有  $Zn^{2+}$  轉換成  $[Zn(OH)_4]^{2-}$  錯離子。

用玻璃漏斗與大張濾紙趁熱過濾，濾液直接收於 250 mL 之乾淨錐形瓶，**由此處開始要注意所使用的液體體積，因為最終要將過濾液配成體積為 100 mL 的標準溶液**。在過濾的同時，請於 250 mL 燒杯中準備大約 50 mL 的加溫蒸餾水，取用少量(約 5 mL)的溫蒸餾水多次沖洗濾紙上的沉澱物(至少 5 次)，讓過濾液冷卻並且用玻璃漏斗全部倒入 100 mL 定量瓶，加蒸餾水至 100 mL 標線，此溶液稱為溶液 D。

吸取 10.00 mL 溶液 D 置入 250 mL 錐形瓶，加入約 10 mL 氨緩衝溶液(buffer solution pH = 9- 10)，並以玻璃刮匙取少量 ETOO 指示劑加入此溶液，將溶液混合均勻後得到紫色溶液，以  $2.00 \times 10^{-3}$  M EDTA 標準溶液滴定之，將滴定管讀值記錄於下表，達到滴定終點時溶液呈藍色，可視需要重複此滴定數次，記錄可接受的 EDTA 溶液用量( $V_2$  mL)。

**問題 3.4：記錄 EDTA 溶液用量**

(你無需填滿此表)

	Titration No 滴定次數			
	1	2	3	4
Initial reading of the burette of EDTA, mL EDTA 滴定管滴定起始讀值, mL				
Final reading of the burette of EDTA, mL EDTA 滴定管滴定終點讀值, mL				
Consumed volume of EDTA, mL EDTA 使用體積, mL				

可接受的體積(Accepted volume)

 $V_2 = \text{_____ mL}$ **【測定 Z 的實驗式】**

問題 3.5：請計算在 100 mL 溶液 C 所含有的  $Zn^{2+}$  莫耳數( $n_{zn^{2+}}$ )

$n_{Zn^{2+}}$  (mol):.....

問題 3.6：寫出在  $KMnO_4$  滴定過程中的所有氧化還原反應之離子平衡方程式。

問題 3.7：請計算在 100 mL 溶液 C 所含有的  $Fe^{2+}$  莫耳數 ( $n_{Fe^{2+}}$ )

[你需要用到實驗室牆上所公告的  $KMnO_4$  濃度]

$V_1$ , mL =.....

$n_{Fe^{2+}}$  (mol):.....

問題 3.8：請計算在 100 mL 溶液 C 所含有的  $C_2O_4^{2-}$  陰離子莫耳數  $n_{C_2O_4^{2-}}$ 。

$n_{C_2O_4^{2-}} =$ .....

問題 3.9：計算在原始樣品 Z 中的水分子莫耳數， $n_{H_2O}$ 。

