

高教深耕計畫教學活動記錄表

1.授課教師姓名：張玉珍 職稱：教授 單位：化學系

2.課程名稱：分析化學實驗 開課年級：大二 必修 選修

3.任教學期：111 學年度第二學期 112 學年度第一學期

4.課程類別：問題導向的教學 探究導向的教學 開發新的教學方法及評量工具

5.修課人數：41 人

6.活動概述及成效

(1) 本活動探究的問題如下：

問題一	自來水的硬度為何
問題二	如何測得碘的重量百分比
問題三	漂白水的有效成分為何
問題四	不同批次藥物的品質保證
問題五	吸收光譜與比爾定律

(2) 活動內容說明：

本實驗課程橫跨分析、統計學與光譜三大領域。

探究問題一至三中是分析的範疇，學生需要學會配置溶液（如 EDTA 溶液、碳酸鈣溶液與硫氰酸鉀溶液），其中包括天平的操作與定量瓶的使用，另外也需要學會滴定管的操作與清洗，最後必須根據課內所學，計算出該實驗的結果值，並繳交一份完整的實驗報告。此活動設計是根據探究導向設計的，必須引導學生進行探究與問題解決，從實驗結果中主動地積極探索，使創新能力根植於扎實的跨域知識和思考。

探究問題四是統計學的範圍，學生須先學習如何操作 EXCEL，將所獲得的實驗數據經過 EXCEL 計算分析後，判斷此實驗數據的精密度與準確度為何。在此實驗中不僅培養學生的天平操作能力，更訓練學生的 EXCEL 分析能力。

在探究問題五中，學生需要操作分光光度計，從校正空白溶液的吸收值，到測量待測物的吸收值，最後使用 EXCEL 做出一條迴歸直線。計算出迴歸直線方程式與相關係數的平方 (R^2) 之值，同時學生需要上課所學的知識結合，思考此實驗結果是否符合比爾定律，以培養學生具有批判性思考的能力。

(3) 總結：

本學期的分析化學實驗課程內容相當扎實，是將分析化學課堂中所學到的理論實際應用在探

究的問題上。本活動訓練學生能夠對於分析設備進行正確的操作與操作完實驗後需要針對實驗數據進行整理與分析，是一套相當完整的訓練。在此活動中，不僅使化學系的學生具備化學專業能力更培養出學生具有獨立操作實驗的能力。

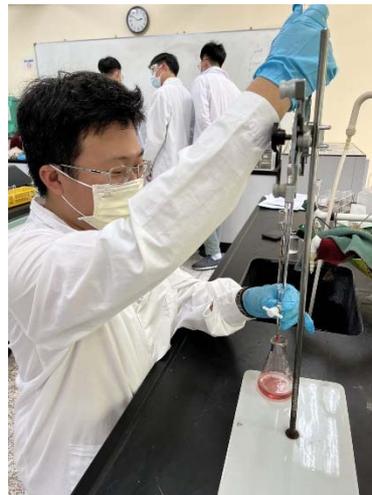
7.教學反思和評估

本學期的實驗課程讓學生收穫滿滿，能夠從分析化學課堂中所學到的知識，實際應用到分析化學實驗課堂中，以課程進度搭配實驗的操作，使學生能夠徹底了解實驗的原理。另外，本課程不僅培養學生實驗操作的能力，更要求學生將實驗所獲得的數據輸入 EXCEL 中進行分析，更訓練學生具備數據分析的能力。

8.教學照片



▲ 圖一、操作滴定實驗 (一)



▲ 圖二、操作滴定實驗 (二)



▲ 圖三、操作分光光度計 (一)



▲ 圖四、操作分光光度計 (二)



▲ 圖五、操作分光光度計 (三)



▲ 圖六、配置溶液

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化學系碩三	學號	610932007	姓名	吳詳駿
	物理系碩三		M10961112		陳 磊
	化學系二		411032036		楊承穎

題目

碘試法滴定

研究動機及目的

利用碘試法來標定硫代硫酸鈉溶液確認該溶液之濃度，並使用標定好的硫代硫酸鈉標準液，來測定市售漂白水次氯酸鈉的濃度。

器材

一、實驗器材

項目	器材名稱	個數
1	250 mL 燒杯	1 個
2	250 mL 定量瓶	2 個
3	滴定管架(滴定管夾、鐵架)	1 個
4	125 mL 錐形瓶	4 個
5	10 mL 吸量管	1 個
6	1 mL 吸量管	1 個
7	50 mL 滴定管	1 個
8	玻璃漏斗	1 個

9	50 mL 量筒	1 個
10	有蓋塑膠瓶	1 個

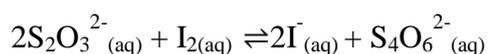
二、實驗藥品

項目	藥品名稱與化學式	備註
1	硫代硫酸鈉 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$M_w=158.10\text{g/mol}$
2	碳酸鈉 Na_2CO_3	
3	碘酸鉀 KIO_3	$M_w=214.00\text{g/mol}$
4	碘化鉀 KI	$M_w=166.00\text{g/mol}$
5	濃鹽酸 HCl	6M
6	澱粉指示劑	
7	漂白水	

研究原理及設計

本實驗是利用氧化還原滴定來測定溶液中未知氧化劑含量，當達當量點時氧化劑的當量數與還原劑的當量數，即可求出溶液中未知氧化劑的含量，常用的方法為碘試法。

碘試法是以硫代硫酸鈉滴定碘分子，其反應式為



此滴定通常使用澱粉為指示劑，利用澱粉與碘分子形成藍色錯合物。溶液中若

有微量的碘分子存在，則加入澱粉溶液後，該碘溶液即成藍色，當到達滴定終點

時，容易呈現無色。但使用時，澱粉須在大部分碘分子消耗後，溶液從紅棕色變成黃色時，才可加入。

碘試法常用來分析氧化性物質，如 IO_3^- 、 Cu^{2+} 及 OCl^- 等的分析。以 IO_3^- 及 OCl^- 的分析為例，

在其酸性溶液中，加入過量的碘化鉀，將會產生下列反應：



反應所生成的碘分子，可用標定過的硫代硫酸鈉溶液滴定，由硫代硫酸鈉的用量，可以直接推算樣品溶液中分析物的含量。

本次實驗分為兩個步驟：

(1)標定硫代硫酸鈉 (2)測定漂白水中的氧化性物質

標定硫代硫酸鈉:以濃度約為 0.01M 的硫代硫酸鈉滴定 25mL 的 KIO_3 與 I^- 在酸性溶液下形成的碘分子，當硫代硫酸鈉滴定至淡黃色時，再加澱粉，使其呈現藍色並滴定至無色。

並利用氧化劑當量數=還原劑當量數，計算硫代硫酸鈉濃度。

(2)測定漂白水中的氧化性物質(NaOCl 的百分比含量)

利用漂白水先將，碘離子氧化成碘分子，再利用硫代硫酸鈉滴定生成的碘分子。

並利用氧化劑當量數=還原劑當量數，計算 NaOCl 百分比。

研究步驟

I、標定硫代硫酸鈉溶液

- ① 取25mL $\text{KIO}_3(\text{s})$ 與0.200克 $\text{KI}(\text{s})$ 置於250 mL錐形瓶中。
- ② 於抽氣櫃中加入1 mL 6M 的鹽酸，並均勻搖晃後置於暗處3 min
- ③ 以硫代硫酸鈉滴定該瓶顏色呈淡黃時加入2 mL 澱粉指示劑，此時溶液呈藍色，再滴定至無色，重複操作一次(做兩重複)。



II、測定漂白水次氯酸含量

- ① 取1mL 漂白水於100mL容量瓶中並加水稀釋至刻度線。
- ② 取 20 mL 的稀釋後之漂白水置入125 mL 錐形瓶，
- ③ 慢慢加入0.200 g 碘化鉀，搖晃均勻。
- ④ 於抽氣櫃中加入1 mL 6M 的鹽酸，並均勻搖晃後置於暗處3 min。

⑤ 以硫代硫酸鈉滴定該瓶顏色呈淡黃時加入2 mL 澱粉指示劑，此時溶液呈藍色，再滴定至無色，重複操作一次(做兩重複)。

實驗結果與討論

一、實驗數據

I、標定硫代硫酸鈉溶液

紀錄項目		數據與觀察項目				
實驗項目		第一次		第二次		
稱量之 KI 重(克)		0.203		0.204		
稱量之 KIO ₃ 重(克)		0.054		0.054		
25.00 mL KIO ₃ 溶液的莫耳數(莫耳數)		2.52×10 ⁻⁵				
計算過程		$\frac{W_{\text{KIO}_3}}{n_{\text{KIO}_3}} \times \frac{25}{250} = \frac{0.054}{214} \times \frac{25}{250} = 2.52 \times 10^{-5}$				
滴定管讀數 (mL)	初	末	0.00	13.70	8.00	21.40
			13.70	16.40	21.50	25.40
$\Delta V = V_{\text{末}} - V_{\text{初}}$						
滴定 KIO ₃ 溶液所需 Na ₂ S ₂ O ₃ 的體積 (mL)		16.40		17.30		

Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液的體積莫耳濃度 (M)	0.009	0.009
計算過程	$6 \times 2.25 \times 10^{-5} = C_M \times 16.4 \times 10^{-3}$ $6 \times 2.25 \times 10^{-5} = C_M \times 17.3 \times 10^{-3}$	
$\text{IO}_3^- (\text{aq}) + 5\text{I}^- (\text{aq}) + 6\text{H}^+ (\text{aq}) \rightleftharpoons 3\text{I}_2 (\text{aq}) + 3\text{H}_2\text{O} (\text{l})$ $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} (\text{aq}) + \text{I}_2 (\text{aq}) \rightleftharpoons 2\text{I}^- (\text{aq}) + \text{S}_4\text{O}_6^{2-} (\text{aq})$ <p>故 $n_{\text{IO}_3^-} : n_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = 1:6$</p>		
平均 Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液的體積莫耳濃度 (M)	0.01	
計算過程	$\frac{0.009 + 0.009}{2}$	

II、測定未知濃度漂白水次氯酸鈉含量

紀錄項目			數據與觀察項目			
實驗項目			第一次		第二次	
滴定管讀數 (mL)	初	末	0.00	5.40	0.00	5.00
			5.40	7.50	5.00	7.50
滴定漂白水所需 Na ₂ S ₂ O ₃ 的體積 (mL)			7.50		7.50	
平均滴定漂白水需 Na ₂ S ₂ O ₂ 的體積 (mL)			7.50			
計算過程			$\frac{7.50 + 7.50}{2} = 7.50$			
漂白水中次氯酸鈉的含量百分率 (%)			1.26%			
計算過程 NaOCl : MW = 74.45 g/mol ; D = 1.105g/cm ³			$n_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \frac{1}{2} = n_{\text{NaOCl}}$ $n_{\text{NaOCl}} \times 74.45 = W_{\text{NaCl}}$ $P\% = \frac{W_{\text{NaCl}}}{\text{樣品}} \times 100\%$ $P\% = \frac{W_{\text{NaCl}}}{\text{樣品}} \times 100\% = \frac{1.395 \times 10^{-2}}{1 \times 1.105} \times 100\% = 1.26\%$			

滴定的顏色變化

1. 滴定前



2. 滴入硫代硫酸鈉至淡黃



3. 加入澱粉成藍色



4. 滴定至無色



二、問題與討論

1. 滴定時，澱粉須在大多數碘分子消耗後，溶液從紅棕色變成黃色時，才可加入？
若過早加入澱粉，起初碘分子濃度太高，部分的碘會與澱粉結合產生藍色錯合物，甚至沉澱，此物不易與硫代硫酸鈉反應，會使硫代硫酸鈉滴定的量增多，造成實驗誤差，同時澱粉過早加入在酸性溶液會水解，以上都會影響滴定終點之判定，故須等溶液呈淡黃色時，再加指示劑，可達準確之終點。

2. 滴定漂白水時，為什麼要先加入碘化鉀再加入鹽酸，可以先加鹽酸再加碘化鉀嗎？
由於漂白水中的次氯酸根在酸性溶液中會與氯離子形成氯分子(黃綠色有毒氣體)，

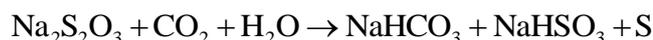
$\text{OCl}^- + \text{Cl}^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ 會造成危險，故先加入碘化鉀，再加入鹽酸，使

$\text{OCl}^-_{(\text{aq})} + 2\text{I}^-_{(\text{aq})} + 2\text{H}^+_{(\text{aq})} \rightleftharpoons \text{Cl}^-_{(\text{aq})} + \text{I}_{2(\text{aq})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$ ，根據勒沙特略使反應向右，生成碘分子。

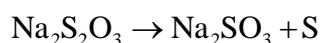
3. 配製硫代硫酸鈉溶液時，為何要加入碳酸鈉？

硫代硫酸鈉在水中易與二氧化碳，微生物作用而分解，故非一級標準品，無法直接配製成標準溶液，故配置時所需煮沸一段時間以去除二氧化碳與殺菌，配置時為了防止其酸性分解和去除水中的微量元素，加入少量碳酸鈉使水溶液呈鹼性，在此條件下微生物活動力低，使溶液穩定，但溶液仍不宜長時間保存。

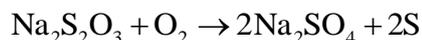
在水中二氧化碳:



在水中與微生物:



在空氣中與氧氣:



結論

本實驗結果漂白水中次氯酸的含量為 1.26%，耗去硫代硫酸鈉的體積為 7.5mL，此次實驗多數組別均為 7.多毫升，故實驗具有再現性，符合結果且文獻結果約為 1.8%，故可推測漂白水可能久置與環境中的物質反應使次氯酸根的含量下降，故符合理論情形。

反思

本次實驗中漂白水因放置與環境中的物質反應，使次氯酸根的含量下降，本次實驗和其他組別進行比較後發現，其他組別所消耗的體積差不多，透過本次實驗可以學習到，除了自己組別實驗步驟操作正確以外，也要會跟其他組別進行數據的比較，因為樣品的實際狀況可能會跟理論值會有些許的誤差。所以透過先檢視自己實驗出來的數據和理論值進行比較，若出現誤差在和其他組進行比較，來判斷是否是操作上的失誤。

此外，在本次實驗中，我們可以得知標定的重要性，當我們在以硫代硫酸鈉滴定至瓶內呈淡黃色時，因達當量點時顏色與一開始的橘黃色極度相近，肉眼容易產生混淆，所以我們做兩次實驗，標定出的顏色可作對比，盡量讓兩瓶顏色符合一致，確認硫代硫酸鈉之濃度後，我們做測定漂白水中次氯酸鈉含量時，在滴定至淡黃色時，一樣要讓顏色與一開始標定所呈現淡黃色越相近越好，以減小誤差。實驗操作的正確性很重要，如果發現自己的操作沒有問題，但是卻和理論值不符合時，需要和其他組別進行比較，可以知道因為樣品本身和理論值有些許的誤差。所以除了和自己組員合作完成實驗外，也要和其他組別一起討論，彼此互相學習，增進自己的能力。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化學二	學號	411032009 411032023 411032027	姓名	林卉妤 鄭雅予 何啟文
題目					
碘試法滴定					
研究動機及目的					
利用碘試法來標定硫代硫酸鈉溶液，並使用標定好的硫代硫酸鈉標準液，來測定漂白水 中次氯酸鈉的濃度。					
器材					
1. 250 mL 燒杯 *1 2. 250 mL 定量瓶 *2 3. 滴定管架（滴定管夾、鐵架） 4. 125 mL 錐形瓶 *4 5. 10 mL 吸量管 6. 1 mL 吸量管 7. 有蓋塑膠瓶 *1 8. 50 mL 滴定管 9. 玻璃漏斗 10. 50 mL 量筒					
研究原理及設計					
測定未知濃度漂白水中次氯酸鈉的含量					
反應式： $I_{2(aq)} + 2Na_2S_2O_3(aq) \rightarrow 2NaI(aq) + Na_2S_4O_6(aq)$ $OCl^-(aq) + 2I^-(aq) + 2H^+(aq) \rightarrow 2I_2(aq) + Cl^-(aq) + H_2O(aq)$					
透過次氯酸鈉和碘離子反應產生的碘分子，會與澱粉形成藍色錯合物，用標定過的硫 代硫酸鈉溶液滴定，當達滴定終點時，溶液由藍色轉成無色，並由硫代硫酸鈉的用 量，推算樣品溶液次氯酸鈉的含量。					

研究步驟

I. 製備藥品

A. 0.01 M 250 mL 硫代硫酸鈉溶液：

取約 0.625 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 與 0.025 g Na_2CO_3 ，攪拌至溶解。將溶液移至有瓶蓋的塑膠瓶中，並置於陰暗處

B. 0.01 M 250 mL 碘酸鉀溶液：

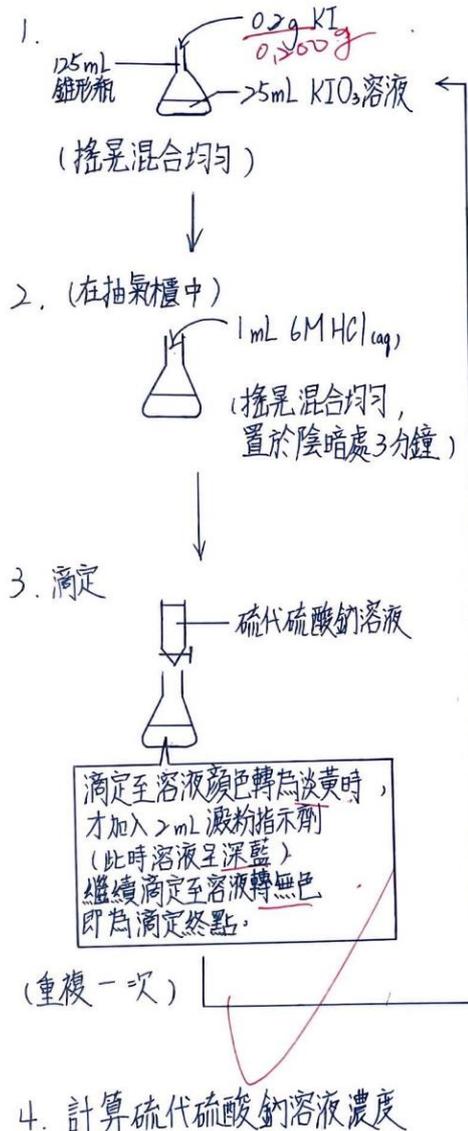
1. 碘酸鉀放入烘箱中以 110°C 烘乾 1 小時
2. 秤 0.054 g 乾燥碘酸鉀（紀錄實重），並置於燒杯中以少量水溶解。再移至 250 mL 定容瓶中加水至標線，並搖晃瓶身使溶液混和均勻。

C. 6 M 100 mL HCl 溶液：（助教準備）

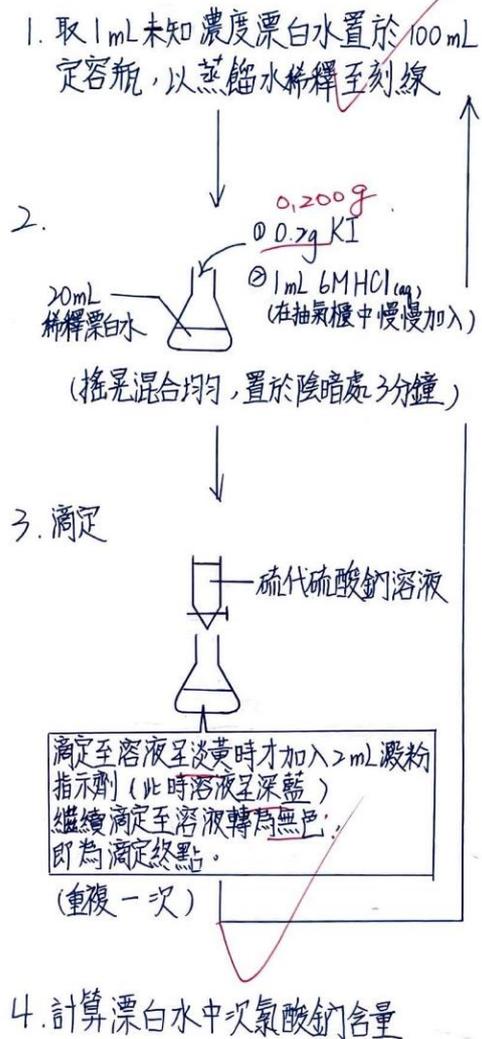
D. 未知濃度漂白水：（助教準備）

E. 澱粉指示劑：（助教準備）

II. 硫代硫酸鈉溶液的標定



III. 測定未知濃度漂白水次氯酸鈉含量



實驗結果與討論

I. 標定硫代硫酸鈉溶液

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之 KIO_3 重 (g)			0.056		0.056	
25.00 mL KIO_3 溶液的莫耳數 (mol)			2.62×10^{-5}			
滴定管讀數 (mL)	初	末	14.35	28.80	9.45	24.11
滴定 KIO_3 溶液 所需 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的體積 (mL)			14.45		14.56	
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01		0.01	
平均 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01			

實驗照片：



II. 測定未知濃度漂白水次氯酸鈉的含量

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
滴定管讀數 (mL)	初	末	2.80	13.89	4.48	15.43
滴定漂白水所需 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的體積 (mL)			11.09		10.95	
平均滴定漂白水所需 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的體積 (mL)			11.02			
漂白水次氯酸鈉的含量百分率			1.86%			

實驗照片：



結論

實驗結果與理論值的比較

I. 標定硫代硫酸鈉溶液：

實驗測得濃度為 0.01M，與理論值 0.01M 相符。

II. 測定漂白水次氯酸鈉含量：

實驗測得漂白水樣品中 NaCl 含量為 1.86%，與一般市售 3~5% 的比例有落差。推測最可能原因為漂白水樣品存放過久導致變質。

反思

此實驗不僅學習了滴定的技巧也運用了之前所學的氧化還原反應，若某物質能讓碘離子氧化變成碘分子，那就可以由這個實驗的延伸進行濃度的推算，例如測定銅離子、氯酸鹽、過氧化氫和水中溶解氧的含量，還有測定鐵氰化鉀。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化二	學號	411032021/411032040	姓名	林品妤/郭家妤
題目					
實驗十、分析數據的統計處理					
研究動機及目的					
<p>1. 實驗的目的為何？</p> <p>使用統計分析的 Q test、T_n test、F test 和 T test 等方法，來處理實驗數據及其計算，以判斷實驗數據和實驗方法是否合理。</p>					
器材					
<p>列出所需用到的器材、工具</p> <p>鑷子 1 支、250 毫升燒杯 1 個、電子天秤 1 台、市售彩虹糖 4 包</p>					
研究原理及設計					
<p>1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)</p> <p>① Q test :</p> <p>實驗中常會發現某個數據可能有問題，這時可將有問題的數據挑出，使用 Q test 決定其去留。若 $Q_{exp} < Q_{crit}$ 則將其保留，反之則捨去。</p> $Q = \frac{ x_q - x_n }{w}$ <p>x_q : 可能有問題的數據</p> <p>x_n : 最靠近 x_q 的數據</p> <p>w : 最大值-最小值</p>					

② F test :

F test 提供一個統計方法，來判斷兩個不同分析方法在精確度上的差異，也就是判斷兩個方法個別所得之實驗數據的標準差值是否有重大的差異。

$$F = S_1^2 / S_2^2$$

若 $F_{\text{exp}} < F_{\text{crit}}$ ，則代表兩組數據精確度之間無重大差異，反之則有。

③ t test :

t test 提供一種統計方法，用來比較兩種不同實驗方法之結果，或兩組實驗數據是否相同。

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S_{\text{pooled}} \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 N_2}}}$$

若 $t_{\text{exp}} < t_{\text{crit}}$ ，則代表兩實驗方法的數據無重大差異，反之則有。

④ ANOVA :

當有兩組以上的數據需進行差異比較時，就可使用 ANOVA 比較組間及組內的差異。

$$\bar{\bar{x}} = \left(\frac{N_1}{N}\right)\bar{x}_1 + \left(\frac{N_2}{N}\right)\bar{x}_2 + \left(\frac{N_3}{N}\right)\bar{x}_3 + \cdots + \left(\frac{N_I}{N}\right)\bar{x}_I$$

$$\text{SSF} = N_1(\bar{x}_1 - \bar{\bar{x}})^2 + N_2(\bar{x}_2 - \bar{\bar{x}})^2 + N_3(\bar{x}_3 - \bar{\bar{x}})^2 + \cdots + N_I(\bar{x}_I - \bar{\bar{x}})^2$$

$$\text{SSE} = \sum_{j=1}^{N_1} (x_{1j} - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{N_2} (x_{2j} - \bar{x}_2)^2 + \sum_{j=1}^{N_3} (x_{3j} - \bar{x}_3)^2 + \cdots + \sum_{j=1}^{N_I} (x_{ij} - \bar{x}_I)^2$$

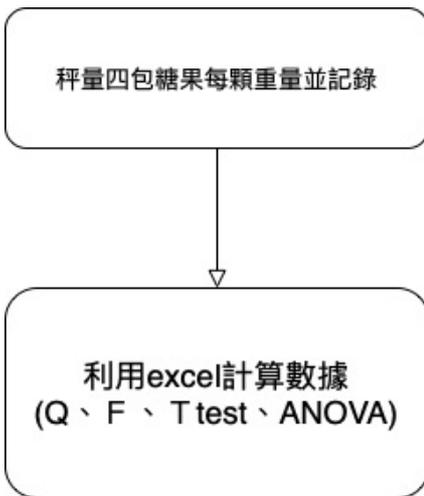
$$\text{Mean square due to factor levels} = \text{MSF} = \frac{\text{SSF}}{I - 1}$$

$$\text{Mean square error} = \text{MSE} = \frac{\text{SSE}}{N - I}$$

$$F = \frac{\text{MSF}}{\text{MSE}}$$

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)



實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

第一袋	1.128	1.110	1.119	1.129	1.079	1.143	1.118	1.129	1.109
第二袋	1.079	1.109	1.110	1.118	1.119	1.128	1.129	1.129	1.143
第三袋	1.100	1.114	1.083	1.140	1.113	1.091	1.117	1.140	1.161
第四袋	1.139	1.092	1.109	1.112	1.122	1.126	1.132	1.139	1.140

(單位：克)

①比較第一袋藥品的 outlier 是否存在：

95%信賴水準 $Q_{crit} : 0.493$

最大值 $Q_{exp} : (1.143-1.129)/(1.143-1.079)=0.219 < Q_{crit}$

最小值 $Q_{exp} : (1.079-1.109)/(1.079-1.143)=0.469 < Q_{crit}$

\therefore 兩者均小於 $Q_{crit} \therefore$ 兩數據均保留

② F test & t test(第一袋 & 第二袋) :

Assume $H_0 : S_1 = S_2$

95%信賴水準 $F_{crit} : 3.44$

$S_1 = 0.018$, $S_2 = 0.019$

$\rightarrow F = (0.018)^2 / (0.019)^2 = 1.148 < F_{crit}$

\therefore Accept $H_0 \rightarrow$ no difference

$x_1 = 1.118$, $x_2 = 1.103$

$S_{pooled} = 0.019$

95%信賴水準 $t_{crit} : 2.12$

$t = (1.118 - 1.103) / 0.019 \sqrt{2/9} = 0.372 < t_{crit}$

\therefore 兩數據無重大差異

③ ANOVA(四袋藥品) :

Assume $H_0 : x_1 = x_2 = x_3 = x_4$

ANOVA

變源	SS	自由度	MS	F	P-值	臨界值
組間	0.00019922	3	6.6407E-05	0.16903832	0.91649268	2.90111958
組內	0.01257133	32	0.00039285			
總和	0.01277056	35				

由上方 excel 計算的表可得知， F_{exp} 為 0.169 遠小於 $F_{crit} = 3.44$ 。

\therefore Accept $H_0 \rightarrow$ 四組數據組間並無重大差異

結論

藉由測量彩虹糖之重量，以四種不同統計方式，分別推得實驗方法及結果的準確性和一致性，可以運用在其他實驗中的數據處理，將零散的數據整理成易懂有用的資訊，有助於實驗的改善及結果的判斷。

而最終我們以四種方法計算出的結果無論在精確度或組間、組內均無明顯差異，由此可見，市售的彩虹糖每包重量品質均維持在一定的標準。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

經由本次的實驗我學到了各個不同 test 檢測的目的差別在哪，比起硬生生地看著課本，實際操作、用自己測量的數據做運算讓我印象更深刻。(411032021 林品妤)

透過學習以計算機和 excel 兩種不同方式，把一堆數據變成判斷實驗手法的根據，讓我對於自己做出的結果更有想法，對於接下來的實驗數據處理更有效率。(411032040 郭家好)

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	410934022 411032006 411032017	姓名	張建緯 黃睿穎 陳科呈
題目					
實驗十 分析數據的統計處理					
研究動機及目的					
使用統計分析的 QTEST、Tn TEST、F TEST、T TEST 等方法來處理實驗數據及計算，以判斷實驗數據和實驗方法是否合理。					
器材					
鑷子一隻 250 毫升燒杯一個					
研究原理及設計					
<p>我們在實驗中得到一大堆數據時，如何將這些數據做正確處理，以得到具有統計意義的結果，對分析實驗而言，是相當重要的。本實驗利用統的 Q test 與 T test 處理實驗數據，以判定某個或某些數據是否可靠並利用 Ftest 和 Ttest 來了解不同實驗方法的結果。</p> <p>1. Q test 實驗中，常會發現某些數據可能會有問題。可用 Q test 將最有問題的大數據挑出 在選定的信心程度下對可能有問題的數據計算其 Q 值，並從 Q test 統計表裡面找到 Q 臨界值，若 Q 值大於 Q 臨界值，則這個數據理應被刪除；若 Q 值小於 Q 臨界值，則這個數據理應被保留</p> <p>2. F test F test 提供一個統計方法，來判斷兩個不同分析方法，在精確度上就是判斷兩個方法各別所得之實驗數據的標準偏差值是否有意義重大的差異 S1 及 S2 分別為兩種分析方法所得數據的標準偏差值。使用此式時，分母為標準偏差值較小者，即 S2 大於 S1 在選定的顯著水準下，若依兩種分析方法之實驗數據的標準偏差值所計算而得的 F 值，大於 F test 統計表中各組實驗數據之自由度所對應的列表值，則代表這兩組數據的精準度之間，有重大的差異。反之，則無。</p> <p>3. t test t test 亦提供一種統計方法，用來比較兩種不同實驗方法之結果(例如：平均值)或兩組實驗數據是否相同</p>					

研究步驟

① 拆開藥品代



② 校正電子秤後

0000
0000



秤量各藥品
並紀錄

③ 合併他組 data 後



利用 excel 分別做
1. Q test 2. F test
3. t test 4. ANOVA

實驗結果與討論

I. Q test (5%)

第一袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量 (g)	1.107	1.087	1.112	1.093	1.097	1.063	1.140	1.124	1.101	
由重量小至大依序將數據謄抄於下表										
編號	6	2	4	5	9	1	3	8	7	
重量 (g)	1.063	1.087	1.093	1.097	1.101	1.107	1.112	1.124	1.140	

Q test				
紀錄項目	編號	最大重量 (g)	編號	最小重量 (g)
原始數據	17	1.140	6	1.063
95 %信賴水準 Q_{crit} 臨界值	0.493		0.493	
Q exp	0.208		0.311	
計算過程	$\frac{1.140 - 1.124}{1.140 - 1.063}$		$\frac{1.063 - 1.087}{1.140 - 1.063}$	
保留打勾	✓		✓	
整組數據	平均值	標準偏差	1.102	0.0221
	計算過程		$\frac{\sum_{i=1}^9 X_i}{9}$	$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^9 (X_i - 1.102)^2}{9-1}}$

II. F test 和 t test (5 %)

第一袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量 (g)	1.107	1.087	1.112	1.093	1.097	1.063	1.140	1.124	1.101	
第二袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量 (g)	1.107	1.139	1.100	1.124	1.089	1.135	1.063	1.088	1.083	
F test										
第一袋數據	平均值	標準偏差 S_1	1.102				0.0221			
第二袋數據	平均值	標準偏差 S_2	1.103				0.0255			
	計算過程		$\frac{\sum_{i=1}^9 X_i}{9}$				$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^9 (X_i - \bar{X})^2}{9-1}}$			
95 %信賴水準 F_{crit} 臨界值										
<u>3.438</u>										
F test 值 $\frac{S_2^2}{S_1^2}$										
1.334										

數據是否有重大差異			是	否	✓
t test					
第一袋數據	平均值	標準偏差 S ₁	1.102	0.022	
第二袋數據	平均值	標準偏差 S ₂	1.103	0.0255	
95%信賴水準 t 臨界值			> 1.120		
S _{pooled}			0.024		
計算過程			$\sqrt{\frac{(0.022)^2 \times (9-1) + (0.0255)^2 \times (9-1)}{9+9-2}}$		
t			= 0.0395		
計算過程			$\frac{ 1.102-1.103 }{0.0395} \sqrt{\frac{9 \times 9}{9+9}}$		
數據是否有重大差異			是	否	✓

III. ANOVA (10%) → 數學式要寫!

第三袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量 (g)	1.120	1.115	1.110	1.122	1.137	1.123	1.054	1.125	1.089	

第四袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量 (g)	1.110	1.110	1.097	1.119	1.108	1.113	1.101	1.132	1.079	

Source of variation	Sum of Squares(SS)	Degrees of Freedom	Mean Square(MS)	Mean Square Estimate	F
Between groups	0.000387	3	0.000129	$\sigma_E^2 + \sigma_F^2$	0.261
Within groups	0.01585	32	0.000494	σ_E^2	
Total	0.0162	35			

數據是否有組間重大差異			是	否	✓
-------------	--	--	---	---	---

結論

Q test: 第一袋樣品經秤量並排序後測得最大值的 Q value 為 0.207，最小值的 Q value 為 0.311，皆小於 $Q_{crit}=0.493$ ，因此兩數值皆保留。

F test: 第一袋和第二代樣品的數據經計算後得 $F=1.334$ 小於 $F_{crit}=3.390$ ，因此兩者的精密度無明顯差異。

T test: 第一袋和第二代樣品的數據經計算後得 $t=0.039$ 小於 $t_{crit}=2.110$ ，因此兩者的樣品無明顯差異。

ANOVA: 將四組數據統計求出 SSF、SSE 並分別除以 $I-1$ 、 $N-1$ 可得 MSF、MSE，相除後得 $F=3.829$ 小於 $F_{crit}=8.53$ ，因此數據間無重大差異。

反思

透過本次實驗，了解到不論何種樣品，只要進入實驗室，便要將其認真當成藥品來看待，不可因樣品是糖果而輕忽地處理樣品，如此可能會養成壞習慣。

本次實驗也教會我們如何利用已知的數據以及 excel 做出簡單的樣品及樣品間的檢測，利用 excel 內涵蓋的公式，便能更簡易地完成各種 test 且精確度也較手算的高，算是得到了一個十分實用的技能。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032001 411032011	姓名	郭庭安 林智翔
----	---	----	------------------------	----	------------

題目

實驗八 硝酸銀的沉澱滴定法

研究動機及目的

1. 實驗的目的為何？

利用硝酸銀之沉澱滴定法，來分析樣品溶液中的鹵素離子濃度。

器材

列出所需用到的器材、工具

1. 250mL 棕色定量瓶 1 個
2. 250mL 定量瓶 1 個
3. 滴定管架(滴定管夾、鐵架) 1 組
4. 125mL 錐形瓶 4 個
5. 50mL 量筒 1 個
6. 100mL 量筒 1 個
7. 玻璃漏斗 1 個
8. 50mL 滴定管 1 個
9. 5mL 吸量管 1 個
10. 10mL 吸量管 1 個

研究原理及設計

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

銀的鹵化物在水溶液中的溶解度積(K_{sp})均很小，故可以利用在滴定過程中沉澱反應的產生，來測定樣品中鹵素離子的含量。此類方法又可因滴定終點之識別法的不同，而分成下列數個沉澱滴定法

1. 莫耳法(Mohr Method)

鉻酸根與銀離子反應，可以形成磚紅色的鉻酸銀沉澱，故莫耳法可在含氯離子或溴離子的樣品溶液中，加入鉻酸根做為指示劑，並以硝酸銀標準溶液滴定之。以氯離子為例，滴定時，樣品溶液將先出現白色的氯化銀沉澱物，並在到達當量點時，開始產生磚紅色的鉻酸銀沉澱物。

2. 斐恩法 (Fajans Method)

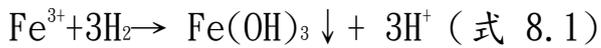
利用某些染料在沉澱物的表面具有吸附性，來判定滴定終點。二氯螢光黃(2', 7' - Dichlorofluorescein; $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$)便是這類染料中的一個例子。在水溶液中，螢光黃指示劑會部分解離成為氫離子和帶負電之黃綠色的螢光黃離子。以硝酸銀溶液滴定氯離子的過程中，滴定終點前的氯化銀沉澱物表面，會吸附大量的氯離子。由於電荷相斥，造成帶負電的螢光黃離子無法吸附到沉澱物表面，故溶液仍維持黃綠色。超過滴定當量點後，沉澱物表面因吸附著過量的銀離子而帶正電，使指示劑吸附至沉澱物表面，使沉澱物呈粉紅色。

3. 服哈法(Volhard Method)

這是一個間接滴定法。實驗時，先在樣品中添加過量的銀離子，而產生白色的氯化銀沉澱。過濾除去氯化銀沉澱物後(其他鹵素離子不需要過濾)，在濾液中添加鐵離子指示劑，並以硫氰酸鉀溶液滴定之。到達滴定終點時，硫氰酸根會和鐵離子形成血紅色的離子。

[將所添加銀離子之莫耳數-所使用的硫氰酸鉀莫耳數]=原樣品溶液中之氯離子莫耳

數。利用服哈法進行沉澱滴定时，需注意鐵離子在鹼性環境下會形成氫氧化鐵沉澱：

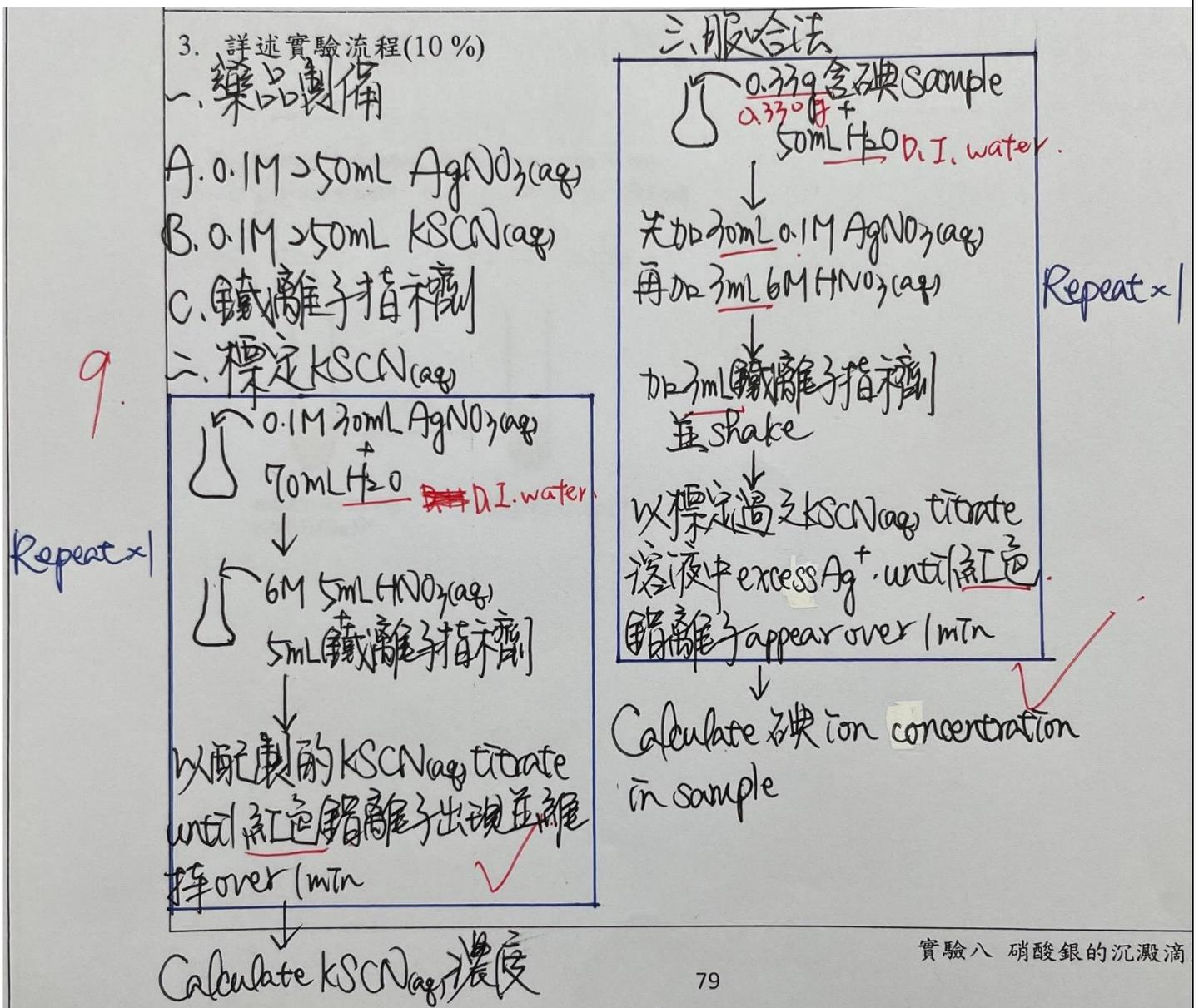


故反應需在酸性溶液中進行。

本實驗就是利用服哈法測定樣品中碘離子的重量百分比。

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)



實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. 標定硫氰酸鉀溶液(5%)

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之 AgNO_3 重 (克)			4.245			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0.00	27.50	21.00	48.45
滴定 AgNO_3 溶液 所需 KSCN 的體積 (毫升)			27.50		27.45	
KSCN 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.109		0.109	
計算過程			$\frac{4.245}{169.87} \times \frac{70}{1000} \times \frac{1}{50 \times 10^{-3}} = [\text{KSCN}] \times \frac{27.50}{1000}$		$\frac{4.245}{169.87} \times \frac{70}{1000} \times \frac{1}{50 \times 10^{-3}} = [\text{KSCN}] \times \frac{27.45}{1000}$	
平均 KSCN 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.109			
計算過程			$\frac{0.109 + 0.109}{2} = 0.109$			

II. 測定樣品中碘離子濃度(15%)

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之碘樣品重 (克)			0.333		0.331	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0	8.75	0	8.25
	滴定碘樣品溶液 所需 KSCN 的體積 (毫升)		8.75		8.25	
樣品中所含碘離子莫耳數 (莫耳)			2.05×10^{-3}		2.10×10^{-3}	
計算過程			$\frac{4.235 \times 30}{169.87 \times 250} - 0.109 \times \frac{8.75}{1000}$ $= 2.045 \times 10^{-3}$		$\frac{4.235 \times 30}{169.87 \times 250} - 0.109 \times \frac{8.25}{1000}$ $= 2.099 \times 10^{-3}$	
樣品中含碘的重量百分比 (百分率)			78.12%		80.51%	
計算過程			$\frac{2.045 \times 10^{-3} \times 127}{0.333} \times 100\%$ $= 78.12\%$		$\frac{2.099 \times 10^{-3} \times 127}{0.331} \times 100\%$ $= 80.51\%$	

結論

一、 標定 KSCN 溶液

本組數據為 0.109 M (KSCN 體積莫耳濃度)

欲秤量配置的 0.1 M KSCN_(aq) 近乎一致，誤差甚小

二、 測定樣品中碘離子濃度

本次實驗未知樣品為 100% KI_(aq)

計算後得碘的重量百分比 = $127/166 \times 100\% = 76.5\%$

計算數據

第一組: $(4.235 \times 30) / (169.87 \times 250) - (0.109 \times 8.75 / 1000) = 2.045 \times 10^{-3}$

第二組： $(4.235 \times 30) / (169.87 \times 250) - (0.109 \times 8.25 / 1000) = 2.099 \times 10^{-3}$

第一組誤差： $|78.121 - 76.445| / 76.445 \times 100\% = 2.192\%$

第二組誤差： $|80.510 - 76.445| / 76.445 \times 100\% = 5.317\%$

總體而言誤差不算大，實驗主要的障礙出現在「鐵離子指示劑變血紅色」的問題

(Personal Error 肉眼觀察極限)，判斷不當可能會造成添加過量 $\text{KSCN}_{(aq)}$ 致數據較理論高。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

在這次的實驗中，真正體驗到分析化學中人員誤差的重要性，在實驗進行中，組員之間在判定「鐵離子指示劑變血紅色」上，兩人就有不一樣的想法，上課學完再碰到這樣的問題感受就相當深刻，在預報中有學到裴恩法與服哈法兩種方法，下面做一個簡單比較

一、服哈法

優點：

1. 適用性廣：能測定氯、溴、碘離子
2. 靈敏度高：能測定微量氯離子
3. 操作簡單：不須特殊裝備
4. 可靠性高：結果準確

缺點：

1. 無法分別氯離子和其他鹵素離子
2. 滴定需要在酸性條件下進行，可能會引起其他酸性敏感化合物干擾

3. 滴定結果易受其他離子干擾

二、裴恩法

優點：

1. 適用定量分析氯離子
2. 可以使用舖需要特殊試劑的指示劑
3. 滴定過程可以確定終點

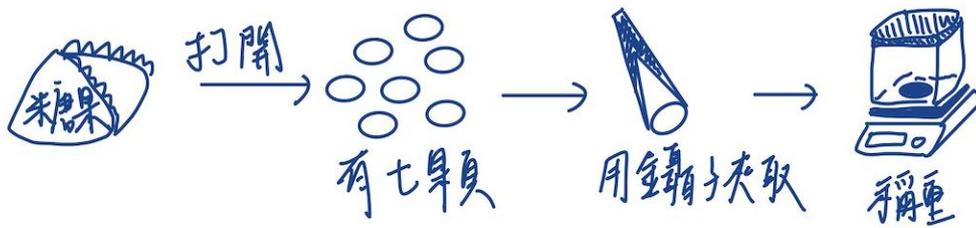
缺點：

1. 當有其他鹵素離子存在時，可能會出現干擾，滴定不準確
2. 當有多種陽離子存在時，會出現相互干擾
3. 需要進行沉澱反應較複雜

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二年級	學號	411032022 411032013 411032008	姓名	周園佑 陳霈 陳香縈
題目					
實驗十-分析數據的統計處理					
研究動機及目的					
實驗的目的為何? 使用統計分析的 Q test、 T_n test、F test 和 T test 等方法，來處理實驗數據及其計算，以判斷實驗數據和實驗方法是否合理。					
器材					
列出所需用到的器材、工具 1. 鑷子 1 支 2. 250 毫升燒杯 1 個 3. 秤量紙數張					
研究原理及設計					
研究原理與設計:(需包含控制變因法要項) 1. 研究目的和背景： 使用統計分析的 Q test、test、F test 和 T test 等方法，來處理實驗數據及其計算，以判斷實驗數據和實驗方法是否合理。 2. 研究問題和假設： 每包彩虹糖的重量是否相同? 3. 實驗設計： 大量購買彩虹糖，各組隨機分發 2 包彩虹糖進行秤重(每包彩虹糖內有 9 顆彩虹糖) 實驗組:各組秤重之數值 對照組:彩虹糖公司官網公布之數據 4. 數據收集： 各組之數據測量值 5. 數據分析： 使用 Q test、F test 和 ANOVA 檢每包彩虹糖之間的差異值，再與 95% CI 值進行比較，若比 CI 值小，則表示每包彩虹間無明顯差異；反之，表示每包彩虹糖間有明顯差異。 6. 預期結果： 期望每包彩虹糖的重量無太大的差異。					
研究步驟					

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)



*有兩包, 14果都要稱重, 並記錄

實驗結果與討論

記錄結果的數據, 再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

A. Q test

第一袋樣品 (照重量大至小排序)

編號	4	3	2	5	1	8	6	7	9
重量	1.055	1.061	1.081	1.096	1.111	1.114	1.133	1.134	1.161

記錄項目	編號	最大重量	編號	最小重量
原始數據	9	1.161	4	1.055
95%信賴水準 Q_{crit} 臨界值	0.493		0.493	
Q 測量值	0.255		0.057	
是否保留數據	是		是	
整組數據	平均值	1.105	標準差	0.035

B. F test & t test

第一袋樣品（照重量大至小排序）

編號	4	3	2	5	1	8	6	7	9
重量	1.055	1.061	1.081	1.096	1.111	1.114	1.133	1.134	1.161

第二袋樣品

編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9
重量	1.127	1.084	1.086	1.115	1.110	1.103	1.128	1.070	1.123

F test

	平均值	標準偏差
第一袋數據	1.105	0.035
第二袋數據	1.105	0.021

95%信賴水準 F_{crit} 臨界值	3.44
F 測量值	2.778
數據間是否有重大差異	否

t test

	平均值	標準偏差
第一袋數據	1.105	0.035
第二袋數據	1.105	0.021

95%信賴水準 F_{crit} 臨界值	2.120
S_{pooled}	0.029
t	0.000
數據間是否有重大差異	否

C. ANOVA

第三袋樣品

編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9
重量	1.093	1.123	1.118	1.109	1.145	1.099	1.137	1.100	1.138

第四袋樣品

編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9
重量	1.100	1.114	1.083	1.140	1.113	1.091	1.117	1.140	1.161

ANOVA

單因子變異數分析						
摘要						
組	個數	總和	平均	變異數		
欄 1	9	9.946000	1.105111	0.001246		
欄 2	9	9.946000	1.105111	0.000437		
欄 3	9	10.062000	1.118000	0.000363		
欄 4	9	10.059000	1.117667	0.000642		
ANOVA						
變源	SS	自由度	MS	F	P-值	臨界值
組間	0.001457	3	0.000486	0.722755	0.545838	2.901120
組內	0.021506	32	0.000672			
總和	0.022963	35				

F_{crit}	2.901
F 值	0.765
數據間是否有重大差異	否

使用公式

Population standard deviation, σ

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}{N}}$$

Sample standard deviation, s

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N d_i^2}{N - 1}}$$

Pooled standard deviation, s_{pooled}

$$s_{pooled} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N_1} (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{N_2} (x_j - \bar{x}_2)^2 + \sum_{k=1}^{N_3} (x_k - \bar{x}_3)^2 + \dots}{N_1 + N_2 + N_3 + \dots - N_t}}$$

$$\bar{\bar{x}} = \left(\frac{N_1}{N}\right)\bar{x}_1 + \left(\frac{N_2}{N}\right)\bar{x}_2 + \left(\frac{N_3}{N}\right)\bar{x}_3 + \dots + \left(\frac{N_I}{N}\right)\bar{x}_I$$

$$SSF = N_1(\bar{x}_1 - \bar{\bar{x}})^2 + N_2(\bar{x}_2 - \bar{\bar{x}})^2 + N_3(\bar{x}_3 - \bar{\bar{x}})^2 + \dots + N_I(\bar{x}_I - \bar{\bar{x}})^2$$

$$SSE = \sum_{j=1}^{N_1} (x_{1j} - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{N_2} (x_{2j} - \bar{x}_2)^2 + \sum_{j=1}^{N_3} (x_{3j} - \bar{x}_3)^2 + \dots + \sum_{j=1}^{N_I} (x_{Ij} - \bar{x}_I)^2$$

$$SST = SSF + SSE$$

$$F = \frac{MSF}{MSE}$$

$$Q = \frac{|x_q - x_n|}{w}$$

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_{\text{pooled}} \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 N_2}}}$$

$$F = s_1^2 / s_2^2$$

結論

本次實驗測試 Q test, F test, T test 和 ANOVA

1. Q test: 所有數據皆保留
2. F test: 數據無重大差異, $F < F_{\text{crit}}$
3. T test: 數據無重大差異, $t < t_{\text{crit}}$
4. ANOVA: 數據無重大差異, $F < F_{\text{crit}}$

藉由 Q test, F test, T test 和 ANOVA 可了解, 糖果之製造過程經嚴格把關, 不需去除任何數據, 也無數據之重大差異

注意事項: 不可用手直接拿取糖果, 需使用鑷子夾取。

反思

由本實驗我學到了什麼? 我有什麼心得、感想、建議等

在分析課的時候已經有接觸到各種 test 的計算方式, 但那時候只知道如何計算, 卻不知是什麼意義。然而, 經過這次實驗, 讓我們了解在什麼時候該選擇哪種計算方法, 受益良多。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化二	學號	411032018 411032031	姓名	葉芊華 黃翊芸
題目					
水的硬度測定					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何？ 以 EDTA 溶液滴定水中鈣離子及鎂離子含量，以測定水的硬度					
器材					
列出所需用到的器材、工具 100mL 燒杯 1 個、250mL 定量瓶 1 個、100mL 定量瓶 1 個、50mL 滴定管 1 支、滴定管架 1 組、漏斗 1 支、錐形瓶 125mL 4 個、25mL 量筒 1 支、玻璃滴管 2 支、錶玻璃 1 片、加熱板、2mL 吸量管 1 支、10mL 吸量管 1 支、廣用試紙數小張					
研究原理及設計					
1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項) 研究原理：EDTA 有四個可解離的氫，故當其解離出四個氫離子時，以 Y^{4-} 表示，會有六對孤電子對（氮上有兩對，氧上有四對）， Y^{4-} 可與金屬陽離子形成高至六配位的錯合物。 實驗設計：以 EDTA 直接滴定分析物，通常分析物會先溶在緩衝溶液中，以控制 EDTA 的解離而加入的指示劑會與待測金屬離子錯合，呈現錯合物的顏色。當達到滴定終點時，EDTA 會與金屬離子形成錯合物，而使指示劑恢復未與金屬離子錯合時的顏色，由					

顏色明顯變化判斷當亮點。而控制變音包含水樣品體積、指示劑體積、滴定物。

研究步驟

研究流程，與步驟：(以流程圖呈現)

II. 標定 EDTA 溶液：

- ①  25 mL 標準 $\text{Ca}^{2+}(\text{aq})$
2 mL pH10 buffer
2 滴 EBT

- ②  EDTA
 接近終點：紅色 → 藍色
滴定終點：紅色消失 → 天藍色

(保留 滴定液 做參考)

③ 空白滴定：

-  EDTA
 25 mL H_2O *燕全留水*
2 mL pH10 buffer
2 滴 EBT

④ 重複操作並計算 濃度

接續

④ $[② \text{的體積} - ③ \text{的體積}] = \text{滴定體積}$ ✓

III. 自來水硬度的測定：

- ①  EDTA
 25 mL 自來水
2 mL pH10 buffer
2 滴 EBT

- ②  EDTA
 25 mL H_2O *燕全留水*
2 mL pH10 buffer
2 滴 EBT

③ $V_① - V_② = \text{滴定體積}$ ✓

④ 重複操作並計算水的硬度

實驗結果與討論

● 標定 EDTA 溶液

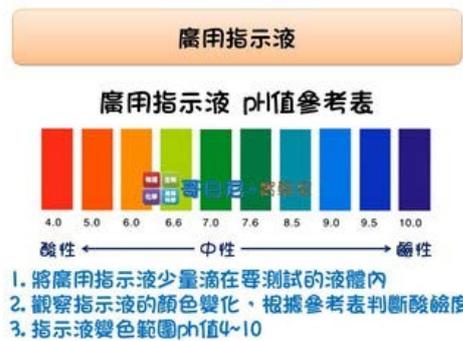
紀錄項目			數據與觀察記錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之 CaCO ₃ 重(克)			0.101			
滴定管讀數(毫升)	初	末	0.00	22.10	10.8	35.50
滴定 Ca ²⁺ 溶液所需 EDTA 體積(毫升)			22.10		24.70	
滴定管讀數(毫升)	初	末	44.60	45.60	0.00	0.70
空白滴定所 EDTA 體積(毫升)			1.00		0.70	
實際滴定 Ca ²⁺ 所需 EDTA 的體積(毫升)			21.10		24.00	
EDTA 溶液的體積莫耳濃度(M)			0.01		0.01	
計算過程			$(1/1) \times (0.101/100.09) \times (25/100)$ $= M \times 21.10 \times 0.001$ $M = 0.01$		$(1/1) \times (0.101/100.09) \times (25/100)$ $= M \times 24.00 \times 0.001$ $M = 0.01$	
平均 EDTA 溶液的體積莫耳濃度(M)			0.01			
計算過程			$(0.01 + 0.01) / 2 = 0.01$			

● 水的硬度測定

紀錄項目			數據與觀察記錄			
實驗項目			實驗室水龍頭		廁所水龍頭	
水樣品體積(毫升)			25.00			
滴定管讀數(毫升)	初	末	13.1	21.5	35.50	42.80
滴定水樣品所需 EDTA 體積(毫升)			8.40		7.30	
滴定管讀數(毫升)	初	末	21.5	23.3	1.20	1.70
空白滴定所需 EDTA 體積(毫升)			1.80		0.50	
實際滴定未知水樣品所需的 EDTA 體積(毫升)			6.60		6.80	
平均滴定 1L 未知水樣品所需 EDTA 的體積(毫升)			264		272	
計算過程			$6.60 \times (1000/25) = 264$		$6.80 \times (1000/25) = 272$	
每公升的未知水樣品所需 EDTA 的莫耳數(莫耳)			2.64*0.001		2.72*0.001	
計算過程			$0.01 \times 264 \times 0.001 = 2.64 \times 0.001$		$0.01 \times 272 \times 0.001 = 2.72 \times 0.001$	
每公升的未知水樣品所含碳酸鈣的毫克數			264		272	
計算過程			$2.64 \times 0.001 \times 100.09 \times 1000 = 264$		$2.72 \times 0.001 \times 100.09 \times 1000 = 272$	

未知水樣品的硬度(ppm)	264	272
計算過程	$264\text{mg}/1\text{L}=264\text{ppm}$	$272\text{mg}/1\text{L}=272\text{ppm}$

- 配置的標準鈣離子溶液，最終須為中性(廣用試劑呈綠色)



- 顏色變化(EBT)

標定 EDTA：紅→紫→藍

水的硬度：紅→紫→藍



結論

標定 EDTA：

0.931 克的 EDTA 溶進 250mL 水裡，可得 0.01M 的 EDTA。經過滴樣品，空白滴定，得實際滴定(利用實際滴定鈣離子溶液的體積，回推 EDTA 的體積莫耳濃度)，最後也得到 0.01M 的 EDTA，因此結果理論一致。(滴水樣品-空白滴定=實際滴定)

水的硬度測定：

由實驗結果發現實驗室的水和廁所的水分別為 264ppm 和 272ppm，理論上又因廁所水較少被使用，而水的硬度較大，以上可知結果與理論一致。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

411032031 黃翊芸：由於使用指示劑 EBT，滴定鈣離子會造成滴定終點不再當量點附近，因此需要加入 Mg-EDTA^{2-} ，使鈣離子先和 EDTA^{4-} 結合，釋出鎂離子和指示劑結合成紅色的錯合物，以達到滴定終點在當量點附近，得到合理的變色範圍。

配製標準鈣離子溶液時，理論上，加熱、冷卻後，加入氫氧化鈉至中性即可，但實驗過程中，來回幾次滴都超過，以變成鹼性，又須加鹽酸中和，再滴氫氧化鈉，以致呈中性的量比預估來的多，不過最後還需加蒸餾水至 100mL 刻線上，幸好中和的量離 100mL 刻線上還有些距離，並沒有超過，因此配置還是成功的。改善方法：判別變色，最佳以色卡在旁參考，避免不小心過量。

411032018 葉芊華：在滴定過程中，加入微量的指示劑，一開始 EDTA 與鈣鎂離子形成錯鹽，皆形成錯鹽之後，EDTA 濃度上升並將溶液中的 Mg^{2+} 置換出來，形成藍色的滴定終點。為使實驗結果勿誤差過大，可將標定後的結果保存下來以比較滴定後的溶液顏色是否相同。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二年級	學號	411032028 411032020	姓名	廖子嫣 張若筠
題目					
硝酸銀的沉澱滴定法					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何？ 利用硝酸銀之沉澱分析法，來分析樣品溶液中鹵素離子的濃度。					
器材					
列出所需用到的器材、工具 1. 250mL 棕色定量瓶 2. 250 mL 定量瓶 1 個 3. 滴定管架(滴定管夾、鐵架) 4. 125mL 錐形瓶 4 個 5. 50mL 量筒 6. 100mL 量筒 7. 玻璃漏斗 8. 50mL 滴定管 9. 5mL 吸量管 10. 10mL 吸量管					
研究原理及設計					

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

第一部分先以未知濃度的硫氰化鉀滴定已知量的硝酸銀，計算出硫氰化鉀的濃度。第二部分藉由服哈法先以過量硝酸銀使碘樣品中的碘離子沈澱，形成碘化銀，再以已知濃度的硫氰化鉀滴定尚未沈澱的碘離子，最後加以計算樣品中的含碘的重量百分比。

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

2. 詳述實驗流程 (10%)

I. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (aq) 標定

1. 以 0.01 M KI (aq) 滴定至淡黃時，加入 2 mL 澱粉指示劑 (為深藍)，直至由 blue \rightarrow 無色，即為終點。
2. 在抽氣櫃中加入 $1 \text{ mL } 6 \text{ M HCl}$ ，搖勻，置陰暗處 3 min 。

II. 未知濃度漂白水次氯酸鈉含量

1. 取 1 mL 未知濃度漂白水置於 100 mL 容量瓶，加水稀釋至標線。
2. 20 mL 稀釋後漂白水，加入 0.2 g KI (aq) 。

3. 在抽氣櫃中加入 $1 \text{ mL } 6 \text{ M HCl}$ ，搖勻，置陰暗處 3 min 。

4. 以 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (aq) 滴定至淡黃，加入 2 mL 澱粉指示劑 (為深藍)，至 blue \rightarrow 無，即為 end-point。

4. 重複一次

5. 計算 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的莫耳濃度

5. 重複一次

6. 計算 NaClO 含量

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. 標定硫氰酸鉀溶液 (5%)

紀錄項目	數據與觀察紀錄			
	第一次		第二次	
實驗項目				
稱量之 AgNO_3 重 (克)	4.252		6.111	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	初	末
	4.30	29.30	1.10	29.30
滴定 AgNO_3 溶液				
所需 KSCN 的體積 (毫升)	5.00		6.20	
KSCN 溶液的體積莫耳濃度 (M)	0.12		0.12	
計算過程	$1 \times (0.1 \times 30) = 1 \times M_1 \times 25 \Rightarrow M_1 = 0.12 \text{ (M)}$		$1 \times (0.1 \times 30) = 1 \times M_2 \times 26.20 \Rightarrow M_2 = 0.12 \text{ (M)}$	
平均 KSCN 溶液的體積莫耳濃度 (M)	0.12			
計算過程	$\frac{0.12 + 0.12}{2} = 0.12$			

II. 測定樣品中碘離子濃度 (15%)

紀錄項目	數據與觀察紀錄			
	第一次		第二次	
實驗項目				
稱量之碘樣品重 (克)	0.334		0.336	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	初	末
	29.30	40.00	25.20	35.80
滴定碘樣品溶液				
所需 KSCN 的體積 (毫升)	10.70		10.60	
樣品中所含碘離子莫耳數 (莫耳)	1.7×10^{-3}		1.7×10^{-3}	
計算過程	$(0.1 \times 30) - (0.12 \times 10.7) = 1.7 \text{ mmol} = 1.7 \times 10^{-3} \text{ mol}$		$(0.1 \times 30) - (0.12 \times 10.60) = 1.7 \text{ mmol} = 1.7 \times 10^{-3} \text{ mol}$	
樣品中含碘的重量百分比 (百分率)	65%		64%	
計算過程	$\frac{(1.7 \times 10^{-3}) \times 126.90}{0.334} = 65\%$		$\frac{(1.7 \times 10^{-3}) \times 126.90}{0.336} = 64\%$	

結論

理論值：KI 中 %I=76%

實驗值：KI 中 %I=65%

相對誤差：-14%

推測可能原因

1、人為誤差：在滴定過程中，溶液顏色從原本 AgI 沈澱的混濁白色變成橘色再變為紅色，因每人判斷滴定終點的顏色不同，可能造成正負的誤差。

2、方法誤差：在實驗過程中並無過濾 AgI 沈澱即直接以 KSCN 滴定，又因 AgSCN 真溶解度積為 1.03×10^{-12} ，而 AgI 溶解度積為 8.3×10^{-7} ，故在競爭之下，AgI 可能會被置換為 KSCN，進而消耗更多 AgSCN，是負誤差的主要原因。

3、改善方法：過濾 AgI 之後再以 AgSCN 滴定、將 Ag⁺替換為碘沈澱物溶解度積小於硫氰沈澱物溶解度積的陽離子、加入硝基苯等試劑，保護 AgI 沉澱物。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

張若筠：藉由實際操作服哈法，了解其原理與步驟，藉由實驗結果學習到以不同角度分析誤差來源並加以改進，獲益良多。

廖子媽：硝酸銀的溶液需用棕色定量瓶保存，避免照光，但在進行滴定操作時，錐形瓶無可避免地會被陽光照到，故必須精準熟練的快速完成滴定，避免硝酸銀因照光而分解造成滴定誤差。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411031135 411032037	姓名	廖宇羲 鄭承豪
題目					
實驗八 硝酸銀的沉澱滴定法					
研究動機及目的					
1.實驗的目的為何? 利用硝酸銀之沉澱滴定法，來分析樣品溶液中的鹵素離子濃度。					
器材					
列出所需用到的器材、工具 1. 250mL 棕色定量瓶 1 個 2. 250mL 定量瓶 1 個 3. 滴定管架(滴定管夾、鐵架) 1 組 4. 125mL 錐形瓶 4 個 5. 50mL 量筒 1 個 6. 100mL 量筒 1 個 7. 玻璃漏斗 1 個 8. 50mL 滴定管 1 個 9. 5mL 吸量管 1 個 10. 10mL 吸量管 1 個					

研究原理及設計

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

銀的鹵化物在水溶液中的溶解度積(Ksp)均很小，故可以利用在滴定過程中沉澱反應的產生，來測定樣品中鹵素離子的含量。此類方法又可因滴定終點之識別法的不同，而分成下列數個沉澱滴定法：

1. 莫耳法(Mohr Method)

鉻酸根與銀離子反應，可以形成磚紅色的鉻酸銀沉澱，故莫耳法可在含氯離子或溴離子的樣品溶液中，加入鉻酸根做為指示劑，並以硝酸銀標準溶液滴定之。以氯離子為例，滴定時，樣品溶液將先出現白色的氯化銀沉澱物，並在到達當量點時，開始產生磚紅色的鉻酸銀沉澱物。

2. 斐恩法 (Fajans Method)

利用某些染料在沉澱物的表面具有吸附性，來判定滴定終點。二氯螢光黃(2',7' - Dichlorofluorescein; $C_{20}H_{10}Cl_2O_5$)便是這類染料中的一個例子。在水溶液中，螢光黃指示劑會部分解離成為氫離子和帶負電之黃綠色的螢光黃離子。以硝酸銀溶液滴定氯離子的過程中，滴定終點前的氯化銀沉澱物表面，會吸附大量的氯離子。由於電荷相斥，造成帶負電的螢光黃離子無法吸附到沉澱物表面，故溶液仍維持黃綠色。超過滴定當量點後，沉澱物表面因吸附著過量的銀離子而帶正電，使指示劑吸附至沉澱物表面，使沉澱物呈粉紅色。

3. 服哈法(Volhard Method)

這是一個間接滴定法。實驗時，先在樣品中添加過量的銀離子，而產生白色的氯化銀沉澱。過

濾除去氟化銀沉澱物後(其他鹵素離子不需要過濾)，在濾液中添加鐵離子指示劑，並以硫氰酸鉀溶液滴定之。到達滴定終點時，硫氰酸根會和鐵離子形成血紅色的離子。[將所添加銀離子之莫耳數-所使用的硫氰酸鉀莫耳數]=原樣品溶液中之氯離子莫耳數。利用服哈法進行沉澱滴定时，需注意鐵離子在鹼性環境下會形成氫氧化鐵沉澱： $Fe^{3+} + 3H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 \downarrow + 3H^+$

故反應需在酸性溶液中進行。

本實驗就是利用服哈法測定樣品中碘離子的重量百分比。

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

I. 藥品配置

A.0.1M 250mL $AgNO_3$ 溶液(用棕色定量瓶)。

B.0.1M 250mL KSCN 溶液。

C.鐵離子指示劑。

II. 標定硫氰酸鉀溶液

在錐形瓶中放入 30mL 0.1M $AgNO_3$ 溶液 & 70mL D.I water。

↓

加入 5mL 6M 硝酸 & 5mL 鐵離子指示劑並搖晃均勻

↓

以配置的硫氰酸鉀溶液滴定，直到血紅色錯離子出現並維持一分鐘以上

↓

重複上述步驟 1 次。



計算硫氰酸鉀溶液濃度。

III. 服哈法

精秤 0.330g 之含碘樣品，將該樣品置入 125mL 錐形瓶中，加入 50mL D.I. water 溶解。



加入 30mL 0.1M 硝酸銀溶液，再加入 3mL 6M 的硝酸。



加入 3mL 鐵離子指示劑並搖晃均勻。



以標定過之硫氰酸鉀溶液滴定此溶液中過量的銀離子，

直到血紅色錯離子出現並維持一分鐘以上。



重複上述步驟 1 次。



計算樣品中碘離子濃度。

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之 AgNO ₃ 重(克)			4.247			
滴定管讀數(毫升)	初	末	1.10	28.80	0.70	27.80
滴定 AgNO ₃ 溶液 所需 KSCN 的體積(毫升)			27.70		27.10	
KSCN 溶液的體積莫爾濃度(M)			0.10		0.11	
計算過程			$0.1 \times \frac{30}{1000} \times 1 = x \times \frac{27.70}{1000} \times 1$ $x = 0.10(M)$		$0.1 \times \frac{30}{1000} \times 1 = x \times \frac{27.10}{1000} \times 1$ $x = 0.11(M)$	
平均 KSCN 溶液的 體積莫爾濃度(M)			0.105			
計算過程			$\frac{0.10 + 0.11}{2} = 0.105(M)$			

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之碘樣品重(克)			0.329		0.331	
滴定管讀數(毫升)	初	末	28.80	38.50	27.80	37.60
滴定碘樣品溶液 所需 KSCN 的體積(毫升)			9.70		9.80	
樣品中所含碘離子莫爾數(莫爾)			1.982×10^{-3}		1.971×10^{-3}	

計算過程	$\frac{4.247}{169.87} \times \frac{30}{250} - 0.105 \times \frac{9.70}{1000}$ $= 1.982 \times 10^{-3}$	$\frac{4.247}{169.87} \times \frac{30}{250} - 0.105 \times \frac{9.80}{1000}$ $= 1.971 \times 10^{-3}$
樣品中含碘的重量百分比(%)	76.449	75.565
計算過程	$\frac{1.982 \times 10^{-3} \times 126.9}{0.329} \times 100\%$ $= 76.449\%$	$\frac{1.971 \times 10^{-3} \times 126.9}{0.329} \times 100\%$ $= 76.565\%$

結論

標定 KSCN 溶液的理論體積為 30mL，顏色變化為滴定前的無色→滴定過程中產生白色混濁 (AgCl 沉澱)→滴定終點時 SCN⁻過量，與 Fe³⁺結合生成 Fe(SCN)²⁺，呈血紅色。

實驗結果顯示，標定 KSCN 溶液所用的體積平均為 27.40mL，經計算得到的 KSCN 體積莫爾濃度為 0.10(M)，顏色變化和理論相同。

以服哈法測定樣品中 I⁻的含量，樣品為純的 KI，I 占 KI 重量的 $\frac{126.9}{166.0028} \times 100\% = 76.444\%$ 經由實驗測定樣品中的碘含量為 76.449%和 75.565%，計算所得到的誤差為 0.00654%~-1.15%，非常接近理論。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

這個實驗讓我深刻體會到分析化學方法的重要性和應用價值。服哈法作為一種經典的滴定分析方法，能夠在化學分析中發揮重要作用。它提供了一種準確且可靠的方法來測定溶液中碘離子的濃度，並且可以應用於各種實際場景中，例如水質檢測、藥品分析等。

服哈法的優點之一是操作簡單，所需的試劑和設備也相對容易取得。這使得實驗的進行相對容易。在實驗中，我們首先準備了未知濃度的碘離子溶液，並根據服哈法的原理，在溶液中添加過量

的銀離子，產生白色的氯化銀沉澱，在濾液中添加鐵離子指示劑，使用已知濃度的 KSCN 溶液進行滴定。到達滴定終點時，硫氰酸根會與鐵離子形成血紅色的離子。服哈法通常具有較快的反應速度，可以在短時間內獲得測量結果。

這項實驗也提醒我們在化學分析中確保嚴謹性和重複性。在進行滴定时，重複進行多次試驗，以獲得更準確的平均值和測定結果。這可以幫助我們確定實驗的可靠性和結果的準確性。

服哈法也容易受到一些因素影響，而使測定結果產生偏差，服哈法的缺點如下：

1. 依賴指示劑：服哈法在滴定過程中需要使用指示劑來標記反應終點。選擇合適的指示劑對於確定終點的準確性至關重要，並且某些特定條件下指示劑的選擇可能受到限制。
2. 受干擾物影響：某些干擾物質可能會對服哈法的準確性產生影響。這些干擾物質可能干擾反應的進行或與指示劑產生競爭反應，導致測定結果的偏差。
3. 服哈法對於某些特殊的化學物質或離子可能無法適用，例如那些在滴定過程中不產生明顯顏色變化的物質。

儘管服哈法存在一些缺點，但它仍然是一種重要的化學分析方法，提供了快速、經濟且相對簡單的方法來測定溶液中特定離子或物質的含量。在實際應用中，我們可以根據具體情況選擇合適的方法和技術，以確保測定結果的準確性和可靠性。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032039 411032042	姓名	廖玟婷 黃琬茜
題目					
實驗十 分析數據的統計處理					
研究動機及目的					
1.實驗的目的為何？ 利用各種 test 去找出各組數據間有無極大差異					
器材					
列出所需用到的器材、工具 彩虹糖、秤量紙、天平、鑷子、excel、工程用計算機					
研究原理及設計					
1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項) 當我們得到一大堆數據利用 Q-test、t-test、F-test、ANOVA 來判定數據的可靠性和不同實驗方法的結果 控制變因:天平、實驗人員 操縱變因:彩虹糖的品牌 應變變因:所秤得的彩虹糖重量					
研究步驟					

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

一. Q-test :

- ①  *切勿用手
- ② 秤量並記錄各樣品重
- ③ 找出最大和最小數據
- ④ 利用 Q-test 計算 Q_{exp} 和 Q_{crit} 比較 決定是否保留數據
- ⑤ 算出 average 和 standard deviation

二. F-test

- ①  *切勿用手
- 秤量並記錄各 sample 重
- ② 算出 average 和 standard deviation
- ③ 利用 F-test 計算 兩組 sample 的精密度 是否有顯著差異。

三. t-test

- ① 利用 t-test 判斷 兩包 sample 重量 是否有顯著差異

四. ANOVA

- ① 秤量並記錄 3rd 和 4th sample 重量
- ② 利用 ANOVA 判斷 四包 sample 是否有顯著差異

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. Q test (5 %)

第一袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量	1.093	1.123	1.118	1.109	1.145	1.099	1.137	1.100	1.138	
由重量小至大依序將數據謄抄於下表										
編號	1	6	8	4	3	2	7	9	5	
重量	1.093	1.099	1.100	1.109	1.118	1.123	1.137	1.138	1.145	

Q test				
紀錄項目	編號	最大重量	編號	最小重量
原始數據	5	1.145	1	1.093
95%信賴水準 Q_{crit} 臨界值	0.493		0.493	
Q exp	0.135		0.115	
計算過程	$Q = \frac{ X_5 - X_1 }{X_5 - X_1} = 0.135$		$Q = \frac{ X_1 - X_0 }{X_5 - X_1} = 0.115$	
保留打勾	✓		✓	
整組數據	平均值	標準偏差	1.118	0.019
	計算過程		$\frac{\sum_{i=1}^9 X_i}{9} = 1.118$	$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^9 (X_i - 1.118)^2}{9-1}} = 0.019$

II. F test 和 t test (5%)

第一袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量	1.093	1.123	1.118	1.109	1.145	1.099	1.137	1.100	1.138	
第二袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量	1.100	1.114	1.083	1.140	1.113	1.091	1.117	1.140	1.161	
F test										
第一袋數據	平均值	標準偏差 S_1	1.118				0.019			
第二袋數據	平均值	標準偏差 S_2	1.118				0.025			
	計算過程		$\frac{\sum_{i=1}^9 X_i}{9} = 1.118$				$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^9 (X_i - 1.118)^2}{9-1}} = 0.025$			
95%信賴水準 F_{crit} 臨界值			3.44							
F test 值			1.731							

數據是否有重大差異			是		否	✓
t test						
第一袋數據	平均值	標準偏差 S ₁	1.118		0.019	
第二袋數據	平均值	標準偏差 S ₂	1.118		0.025	
95%信賴水準 t 臨界值			2.120			
S _{pooled}			0.022			
計算過程			$\sqrt{\frac{8 \cdot (0.019)^2 + 8 \cdot (0.025)^2}{9+9-2}} = 0.022$			
t			0			
計算過程			$t = \frac{1.118 - 1.118}{0.022 \sqrt{\frac{1}{9} + \frac{1}{9}}} = 0$			
數據是否有重大差異			是		否	✓

III. ANOVA (10%)

第三袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量	1.127	1.084	1.086	1.115	1.110	1.103	1.128	1.070	1.123	
第四袋樣品										
編號	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量	1.111	1.081	1.061	1.055	1.096	1.133	1.134	1.114	1.161	
Source of variation	Sum of Squares(SS)		Degrees of Freedom		Mean Square(MS)		Mean Square Estimate		F	
Between groups	1.53 × 10 ⁻³		3		5.1 × 10 ⁻⁴		/		0.977	
Within groups	0.021		32		6.56 × 10 ⁻⁴					
Total	0.023		35							
數據是否有組間重大差異			是		否	✓				

結論

我們利用 Excel 和統計公式得知一袋樣品中的各個樣本數據沒有顯著差異
各組樣品間的數據皆無重大差異。

反思

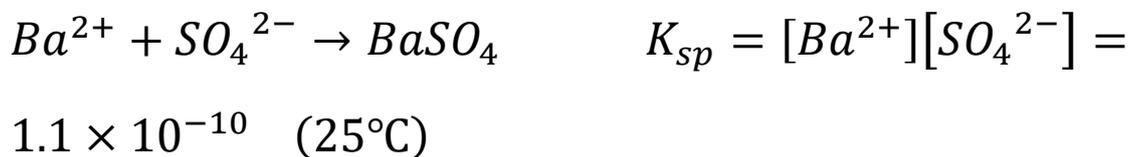
由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

廠商沒有偷工減料，每包之間的差異沒有很大

Excel 是個很方便的工具

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032005 411032025	姓名	鄭凱云 吳逸楠
題目					
重量分析法					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何？ 利用重量分析法，測定溶液中硫酸根離子的含量。					
器材					
列出所需用到的器材、工具 500 mL 燒杯兩個、100 mL 量筒、側管錐形瓶、抽氣過濾裝置、玻璃棒、溫度計和夾子、錶玻璃兩個 250 mL、燒杯一個、安全吸球、布氏漏斗、濾紙數個、加熱攪拌器棉質手套、玻璃滴管及乳帽一組。					
研究原理及設計					
1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項) 重量分析法是將溶液中的分析物轉變為一已知組成之固體，秤其重量，來推算溶液中此分析物的含量。常用的方法為沉澱法，乃將分析物與沉澱劑混和，形成難溶性的化合物，來反推分析物的量。以本實驗為例，若分析物為硫酸根離子，可用鉍離子作為沉澱劑，與硫酸根離子產生硫酸鉍沉澱，其反應和溶解度積如下：					



硫酸鋇屬於晶狀沉澱，但因其顆粒小，不易過濾，所以可使用浸煮(digestion)使結晶顆粒變大，此外，由於硫酸鋇沉澱易受其他離子影響形成共沉澱，需在稀薄溶液中進行反應，並用溫水洗滌沉澱物。一般來說，大的沉澱物不易吸附雜質且較易過濾及洗滌，在實驗上可以用一些方法來獲得較大或較純的沉澱物：

A. 在較稀薄的溶液中形成沉澱，較不易吸附雜質 B. 在溫液中形成沉澱，對某些沉澱物可降低雜質的影響 C. 沉澱發生後，持續加熱靜置一段時間，稱為浸煮 D. 緩慢地加入沉澱劑，並加以攪拌，避免沉澱劑產生局部飽和 E. 除了溶解度較大的沉澱物外，一般沉澱物須用溫水洗滌；但若沉澱物為凝乳狀，則應以電解質溶液洗滌。

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

A. 配置藥品

秤 3.812g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}(\text{S})$ 倒入容量瓶 (250ml) 加入蒸餾水至標線處再上下搖晃均勻即得 1.3% 氯化鋇溶液。

B. SO_4^{2-} 定量

1. 秤 0.5~0.7g 未知 Na_2SO_4 樣品，加入 6M 4mL $\text{HCl}(\text{aq})$ 、200mL 蒸餾水。[設為甲溶液]。
2. 100mL, 1.3% $\text{BaCl}_2(\text{aq})$ (加熱至近乎沸騰)[設為乙溶液]。
3. 將乙倒入甲(邊攪拌)。
4. 產出 $\text{BaSO}_4(\text{s})$ 沉澱→浸煮 30 分鐘。
5. 以抽氣過濾出 $\text{BaSO}_4(\text{s})$ ，後進烘箱 (90°C、1hr)→冷卻→秤重。

C. 計算

計算出樣品中硫酸鹽的重量百分率。

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

紀錄項目	數據與觀察記錄	
反應物紀錄	第一次	第二次
取用硫酸鈉的重量(g)	0.600	0.620

硫酸鈉	莫耳數(mole)	0.004	0.004
硫酸鈉中硫酸根離子含量	莫耳數(mole)	0.004	0.004
	重量(g)	0.384	0.384
理論硫酸根離子含量百分比(%)		64.0	61.9
(錶玻璃+濾紙)重(g)		45.689	66.333
(錶玻璃+濾紙)及沉澱物的重量(g)		46.926	67.610
沉澱物的重量(g)		1.237	1.277
硫酸鋇	莫耳數(mole)	0.005	0.005
硫酸鈉中硫酸根離子含量	莫耳數(mole)	0.005	0.005
	重量(g)	0.480	0.480
	含量百分率(%)	38.804	37.588
	平均含量百分率(%)	38.196	
硫酸根離子	硫酸鈉中重量(g)	0.384	0.384
	平均重量(g)	0.384	
	硫酸鋇中重量(g)	0.480	0.480
	平均重量(g)	0.480	
	未知硫酸鈉樣品的純度(以重量百分率表示)	116.393	

結論

實驗中可能會因 1. 在抽氣過濾時也過濾出非欲測之物(雜質)。2. 硫酸鋇易受到其他離子影響而形成共沉澱，與陰離子共沉澱(anion 重量比 SO_4^{2-} 大)or 與其他陽離子共沉澱(例: Pb^{2+} 比 Ba^{2+} 重)。3. 將過濾完之濾紙送進烘箱後未完全烘乾，因此水之重量加在濾紙上。這三點造成正偏差；也可能會因 1. 樣品要倒入側管錐形瓶抽氣過濾，但樣品仍殘留於原錐形瓶瓶底和杯壁。2. 與其他陰離子形成共沉澱(例: PO_4^{3-} 重量小於 SO_4^{2-}) 3. 與其他陽離子形成共沉澱(例: Ca^{2+} 重量小於 Ba^{2+})4. 結晶狀沉澱變回膠體顆粒 \Rightarrow 直徑小、不易過濾 \rightarrow 殘留於母液內。這四點造成負偏差。

理論上，當 Na_2SO_4 能完全溶解，之後在於 BaCl_2 反應的 SO_4^{2-} 和 Ba^{2+} 就會完全沉澱，But!!! BaSO_4 K_{sp} 為 1.1×10^{-10} ((不完全沉澱)雖難溶仍會溶解出極少視為可逆反應 $\Rightarrow \text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4$) 我組實驗結果 SO_4^{2-} 離子莫耳數=0.005 mole 及 0.005 mole(第二次實驗)而理論莫耳數為 0.004 mole 和 0.004 mole 而根據前提論述結果之莫耳數應少於理論值(方程式向左導致過濾少了些微 $\text{BaSO}_4(\text{s})$)。

※補充

在過濾沖洗沉澱物時為何是用濾液而蒸餾水?

清洗之目的是除去過濾過程中析出在沉澱物表面上的可溶物質以及使殘留於錐形瓶瓶底和而瓶壁掉落。而使用與殘液可以完全互溶、

但對沉澱物溶解度相對低的溶劑進行清洗⇒可以確保沈澱物能以最純、最大量被過濾出來。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

在這個實驗我學到了如何利用重量分析法測定溶液硫酸根離子的含量。這個實驗的目的是通過測量和計算樣品的重量來分析其成分或含量。以下是我從這個實驗中獲得的一些體會：

首先，重量分析法是一種非常常用且基本的實驗方法。透過使用精確的天平和稱量器材，我們可以準確地測量物質的質量，並據此推算出其他重要參數，例如樣品的濃度或純度。這種方法不僅廣泛應用於化學領域，而且在其他許多科學和工程領域也是必不可少的。

其次，實施重量分析法需要謹慎和精確。在實驗過程中，我發現任何微小的誤差或操作上的疏忽都可能導致結果的偏差，進而影響對樣品的正確分析。因此，在進行實驗之前，我必須確保儀器校準和準備工作的準確性，並在操作過程中保持高度專注和細心。

另外，重量分析法的結果受到外界環境條件的影響。例如，溫度和濕度的變化可以導致物質的重量變化，從而對分析結果產生干擾。因此，在進行實驗時，我需要盡量控制這些環境因素，或者對其進

行校正和補償，以確保結果的準確性和可靠性。

最後，重量分析法需要對結果進行有效的解讀和分析。僅僅測量樣品的重量是不夠的，還需要進行一系列的計算和比對，才能得出有意義的結論。在這個過程中，我必須對所使用的計算方法和相關理論有深入的了解，以確保分析的準確性和可靠性。

總而言之，重量分析法是一個重要的實驗方法，它可以幫助我們了解樣品的成分和性質。並培養耐心和細心。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化學二	學號	411032019	姓名	王致捷
			411032043		蕭郁昕
題目					
實驗七、水的硬度測試					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何？ 以 EDTA 溶液滴定水中鈣離子及鎂離子含量，藉以測定水的硬度。					
器材					
列出所需用到的器材、工具					
1. 100mL 燒杯*1		8. 25mL 量筒*1			
2. 250mL 定量瓶*1		9. 玻璃滴管*2			
3. 100mL 定量瓶*1		10. 錶玻璃			
4. 50mL 滴定管		11. 加熱板			
5. 滴定管架*1		12. 2mL 吸量管			
6. 漏斗*1		13. 10mL 吸量管			
7. 錐形瓶 125mL*4		14. 廣用試紙數小張			

研究原理及設計

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

原理：因為 EDTA 有四個可解離的氫，故當其解離出四個氫離子時，以 Y^{4-} 表示，會有六對孤電子對(氮上兩對，氧上四對)， Y^{4-} 可與金屬陽離子形成高至六配位的錯合物。此錯合物穩定，且 Y^{4-} 與金屬陽離子形成錯合物的莫耳數比 1:1。

設計：直接滴定法

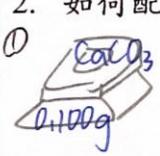
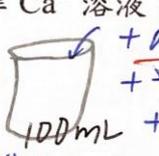
以 EDTA 直接滴定分析物，通常分析物會先溶在緩衝溶液中，以控制 EDTA 的解離而加入的指示劑會與待測金屬離子錯合，呈現錯合物的顏色。當達到滴定終點時，EDTA 會與金屬離子形成錯合物，而使指示劑恢復未與金屬離子錯合時的顏色，由顏色明顯變化判斷當量點。適用在 EDTA 與被滴定溶液中的金屬離子有快速的化學反應。

控制變因：水樣品體積、滴定液 (EDTA)

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

2. 如何配製標準 Ca^{2+} 溶液。(5%)

①  ② 

+ 0.1100g $CaCl_2$
+ 5 ml 蒸餾水
+ 8 滴 6M HCl

③  ④ 若尚有 $CaCO_3$ 未溶，可加 1 6M HCl 至溶解，用少許蒸餾水程洗杯壁，加熱至沸騰

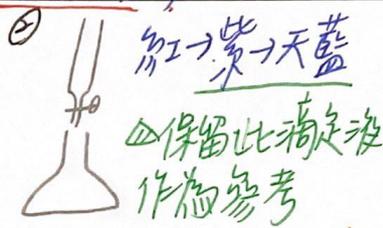
⑤  + 20 ml 蒸餾水
攪拌冷卻，加 1M NaOH，使其呈中性(用廣用試紙)

⑥ 溶液倒入 100ml 容量瓶，加水至刻度線

3. 詳述實驗流程。(10%)

(I) 標定 EDTA

- ① +25 ml Ca^{2+}
+2 ml pH10 緩衝液
50 ml +2 滴 EBT (紅)

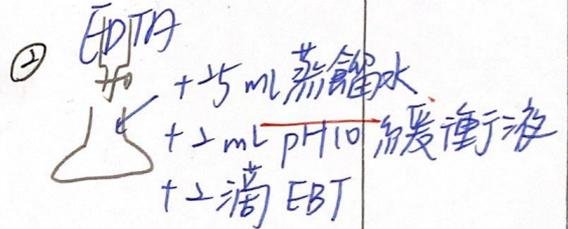


- ② EDTA
+2 ml pH10 緩衝液
+2 滴 EBT

④ [滴定體積 - 空白滴定] = 實際滴定體積 ⑤ 重複一次 ⑥ 計算 EDTA 濃度

(II) 自來水硬度測試

- ① +25 ml 自來水
+2 ml pH10 緩衝液 以 EDTA 標定之
+2 滴 EBT (紅)



④ [滴定體積 - 空白滴定] = 實際滴定體積 ⑤ 重複一次

⑥ 計算水的硬度



實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. 標定 EDTA 溶液

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
秤量之 CaCO ₃			0.100			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0.45	27.30	1.40	27.70
滴定 Ca ²⁺ 所需 EDTA 體積 (毫升)			26.85		26.30	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	27.30	28.30	27.70	28.60
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			1.00		0.90	
實際滴定 Ca ²⁺ 溶液所需 EDTA 體積 (毫升)			26.85-1.00=25.85		26.30-0.90=25.40	
EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01		0.01	
計算過程			$\left(\frac{0.100}{100.087}\right) * \left(\frac{25}{100}\right) * 1$ $= CM * 25.85 * 10^{-3} * 1$		$\left(\frac{0.100}{100.087}\right) * \left(\frac{25}{100}\right) * 1$ $= CM * 25.40 * 10^{-3} * 1$	
平均 EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01			
計算過程			$\frac{0.01 + 0.01}{2}$			

II. 水的硬度測試

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
助教提供問之水樣品			水槽自來水			
實驗項目			第一次		第二次	
未知水樣品體積 (毫升)			25.00			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	29.00	38.50	29.00	37.30
滴定水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			9.50		8.30	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	38.50	39.40	37.30	38.30
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			0.90		1.00	
實際滴定未知水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			9.50-0.90=8.60		8.30-1.00=7.30	
平均滴定 1L 未知水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			344.00		292.00	
計算過程			$\frac{8.60 * 1000}{25}$		$\frac{7.30 * 1000}{25}$	
每公升未知水樣品 EDTA 溶液的莫耳 (mol)			0.00344		0.00292	
計算過程			$0.01 * 344.00 * 10^{-3}$		$0.01 * 292.00 * 10^{-3}$	
每公升未知水樣品所含 CaCO ₃ 毫克數			344.310		292.263	

(毫克)		
計算過程	$0.00344 \times 100.09 \times 10^{-3}$	$0.00292 \times 100.09 \times 10^{-3}$
未知水樣品硬度(ppm)	344.310	292.263
計算過程	$0.00344 \times 100.09 \times 10^{-3}$	$0.00292 \times 100.09 \times 10^{-3}$

結論

經查詢，高屏地區自來水硬度約為 150~300ppm，而我們的數據分別為：

實驗室水槽：344.10ppm

廁所：292.263ppm

由於水的流動性亦會影響自來水取樣檢測時的數據，因此可推斷，實驗室水槽的水造少被使用所以硬度較大，這也讓我們知道在清洗器材候用蒸餾水潤洗的重要性，以避免水垢產生。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

411032019 王致捷：添加 Mg-EDTA^{2-} 到 $\text{NH}_3\text{-NH}_4^+$ 緩衝液中的目的是提供一個穩定的 pH 環境，同時去除或掩蔽可能存在的金屬離子干擾，以確保水硬度試劑能夠正確地測量水中的鈣和鎂離子含量。

411032043 蕭郁昕：應水中含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的水，可分為永久、暫時性

永久：當水中的碳酸鈣和碳酸鎂溶解時，它們會釋放出鈣和鎂離子，使水變得硬。永久硬水的硬度通常無法通過加熱水或讓水靜置而去除。

暫時：當水中的碳酸氫鹽暴露於空氣中或加熱時，它們會分解為二氧化碳氣體、水和

相應的碳酸鹽離子。這樣，水的暫時硬度可以通過加熱或讓水靜置一段時間來去除，因為碳酸氫鹽會分解而沉澱下來。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032012 411032003	姓名	黃 蕭
----	---	----	------------------------	----	--------

題目

水的硬度測定

研究動機及目的

1. 實驗的目的為何？

以 EDTA 溶液滴定水中鈣離子及鎂離子含量，藉以測定水的硬度

器材

列出所需用到的器材、工具

燒杯 定量瓶 滴定管 滴定管架 漏斗 錐形瓶 量筒 玻璃滴管 錶玻璃 加熱板 吸量管 廣用試

研究原理及設計

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

配位反應為基礎的整合滴定法，利用乙二胺四乙酸二鈉鹽為滴定劑，測定水試樣中鈣離子含量，並將結果表的毫克數，稱為水硬度。

在 pH 10 的緩衝溶液下，EDTA 以 HY^{3-} 和 Y^{4-} 的形式存在為主。當加入 EDTA 到酒紅色的待測液中， MIn^- 走，然後生成較穩定的 MY^{2-} 的錯化合物，由於 CaY^{2-} 比 MgY^{2-} 穩定，因此 HY^{3-} 優先與 Ca^{2+} 錯合，再與 Mg^{2+} 取代在 MgIn^- 的 Mg^{2+} ，而增加沒有配位的 HIn^{2-} 濃度。當 HIn^{2-} 幾乎沒有金屬離子結合時，呈現純藍色

由於 HIn^{2-} 與鈣離子的反應速率很慢，而與鎂離子的反應速率卻很快，因此在滴定液中加入鎂離子，使滴定

$$\text{HIn}^{2-} (\text{blue}) + \text{M}^{2+} \rightarrow \text{MIn}^- (\text{wine red}) + \text{H}^+$$
$$\text{M}^{2+} + \text{HY}^{3-} \rightarrow \text{MY}^{2-} + \text{H}^+$$
$$\text{M}^{2+} + \text{Y}^{4-} \rightarrow \text{MY}^{2-}$$
$$\text{HY}^{3-} + \text{MgIn}^- (\text{wine red}) \rightarrow \text{MgY}^{2-} + \text{HIn}^{2-} (\text{blue})$$

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

0.1g CaCO_3
→ 25mL H_2O
8滴 HCl → 玻璃瓶 → 20mL H_2O and NaOH (至中性) → 錐形瓶

3. 詳述實驗流程。(10%)

I. EDTA 標定

1. 取 25mL 標準 Ca^{2+}
2mL pH 10 緩衝液
x 2 EBT 指示劑
turn red

2. EDTA
red → purple → blue
滴定終點
滴定體積 - 空白滴定 = 實際體積

3. 空白滴定
change Ca^{2+} in 蒸餾水

10

II 自來水硬度

1. 取 25mL 自來水
2mL pH 10 緩衝液
x 2 EBT 指示劑

2. repeat step 2 ~ 3 in part I

錐形瓶 → 25mL

錐形瓶 → 25mL

72 實驗七 水的硬度測定

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. 標定 EDTA 溶液 (5%)

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
稱量之 CaCO ₃ 重 (克)			<u>0.105</u>			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0.00	14.20	0.00	15.00
滴定 Ca ²⁺ 溶液所需 EDTA 體積 (毫升)			14.20		15.00	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	14.20	14.70	15.00	15.50
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			0.50		0.50	
實際滴定 Ca ²⁺ 溶液 所需 EDTA 的體積 (毫升)			13.70		14.50	
EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.019		0.018	
計算過程			$1 \times \frac{0.105}{100.09} \times \frac{25}{100} = 1 \times (m \times 0.0131) \times \frac{0.102}{100.09} \times \frac{25}{100}$ $C_m = 0.019$			

實驗七 水的硬度測定

74

平均 EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)	0.019
計算過程	$\frac{0.019 + 0.018}{2} =$

II. 水的硬度測定 (15%)

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
助教提供未知水樣品			水槽自來水			
實驗項目			第一次		第二次	
未知水樣品體積 (毫升)			25.00			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0.00	7.70	0.00	7.60
滴定水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			7.70		7.60	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	7.70	8.20	7.60	8.10
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			0.60		0.60	
實際滴定未知水樣品 所需的 EDTA 體積 (毫升)			7.10		7.00	
平均滴定 25.00 mL 未知水樣品 所需的 EDTA 體積 (毫升)			7.05			
計算過程			$\frac{7.20 + 7.10}{2} = 7.15$			
平均滴定 1L 未知水樣品 所需 EDTA 的體積 (毫升)			282.00			
計算過程			$0.025 = 7.05 = 1 \times \frac{x}{100}$ $x = \frac{7.05 \times 100}{0.025}$			
每公升的未知水樣品 所需 EDTA 的莫耳數 (莫耳)			282.00			

75

10 4 實驗結果與理論是否一致? (15%)

在標定 EDTA 時加入 2 滴 EBT 指示劑
 顏色由紅色慢慢變成紫色，實驗
 結果也是到這紫色時在滴 1-2 滴
 即便成天藍色，自來水硬度測定
 時亦是如此。

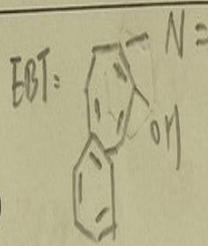
所測的未知樣品的硬度為 282 ppm
 根據資料顯示高雄地區水質為
 150-300 ppm，也符合理論之值。

CaCO₃ 形成水垢
 原因為
 形成硬
 工業：硬
 → 水垢

計算過程	0.282×1000
每公升的未知水樣品所含 CaCO ₃ 的毫克數 (CaCO ₃ 分子量 = 100.09 g/mol)	282
計算過程	0.00282×100.09 0.282×1000
未知水樣品的硬度 (ppm)	282
計算過程	$\frac{282}{1} = 282$

二、問題

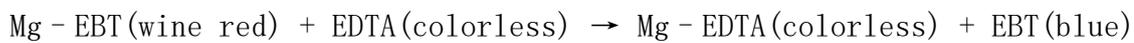
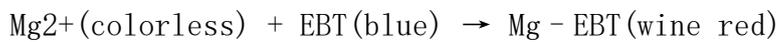
1 (1) 本實驗的指示劑為何? (5%)



指示劑 (5%)

結論

在測定水的總硬度時，通常使用 EBT 當作金屬指示劑，其與水中的 Mg^{2+} 錯合，其反應及顏色變化。當 EDTA 合完畢後，立即與 EBT 的金屬離子錯合，變回藍色達到滴定終點。



反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

這次實驗讓我學習到如何測定水硬度，以及實驗中需要注意但又容易漏掉的小步驟，雖然日常生活中比較少有一天會派上用場的。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032016 411032044	姓名	謝瑜翔 張育瑋
題目					
吸收光譜與比爾定律					
研究動機及目的					
了解吸收光譜與比爾定律，利用分光光度計測量鈷溶液光譜並做出檢量線。					
器材					
1. 單光束分光光度計 2. 樣品槽 5 個 3. 試管 5 支 4. 試管架 1 個 5. 10 毫升量筒 2 支 6. 滴管數支					
研究原理及設計					
本實驗利用光通過待測樣品，觀察光被吸收的程度與波長(或頻率)的關係，此方法稱為吸收光譜法。本實驗是利用相同濃度的鈷離子溶液進行測試，藉由改變光的波長，測試在相同濃度的溶液下，吸收值有何變化。本實驗的控制變因為:鈷離子溶液的濃度；操作變因為:光的觀測波長；應變變因為:溶液吸收值。之後利用不同的鈷離子濃度和最大吸收所對應的波長進行實驗並作圖，找出此實驗之校正曲線。					

研究步驟

1. 如何配製 0.200 M 25 mL $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶液。(10%)

$$0.200 \text{ M} \times 0.025 = 0.005 \text{ mole} \quad 0.005 \times 291.05 = 1.455$$

weight 1.455 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



2. 描述實驗流程。(10%)

開啟分光光度計, 暖機 ^{至少} 30 min → 7分滿 蒸餾水 (空白 solution) → 將分光光度計之入調至 390 nm

→ 校正儀器 = 將空白 solution 放入光度計之 sample 槽中, notice 樣品槽維持同一面放入 & 關上儀器蓋, 按下 "Blank" 鍵 until 讀數顯現 0.000 A.

→ 潤洗 ^{少許} 0.2 M Co^{2+} solution → 7分滿 0.2 M Co^{2+} solution → 將 0.2 M Co^{2+} solution 放入儀器內, until 顯現數值

→ 依次 change λ (390 ~ 600 nm) 每次增加 10 nm → repeat step 4 ~ 7, when change λ →

以吸收值 (A) 對 observe λ (nm) 作圖

II.

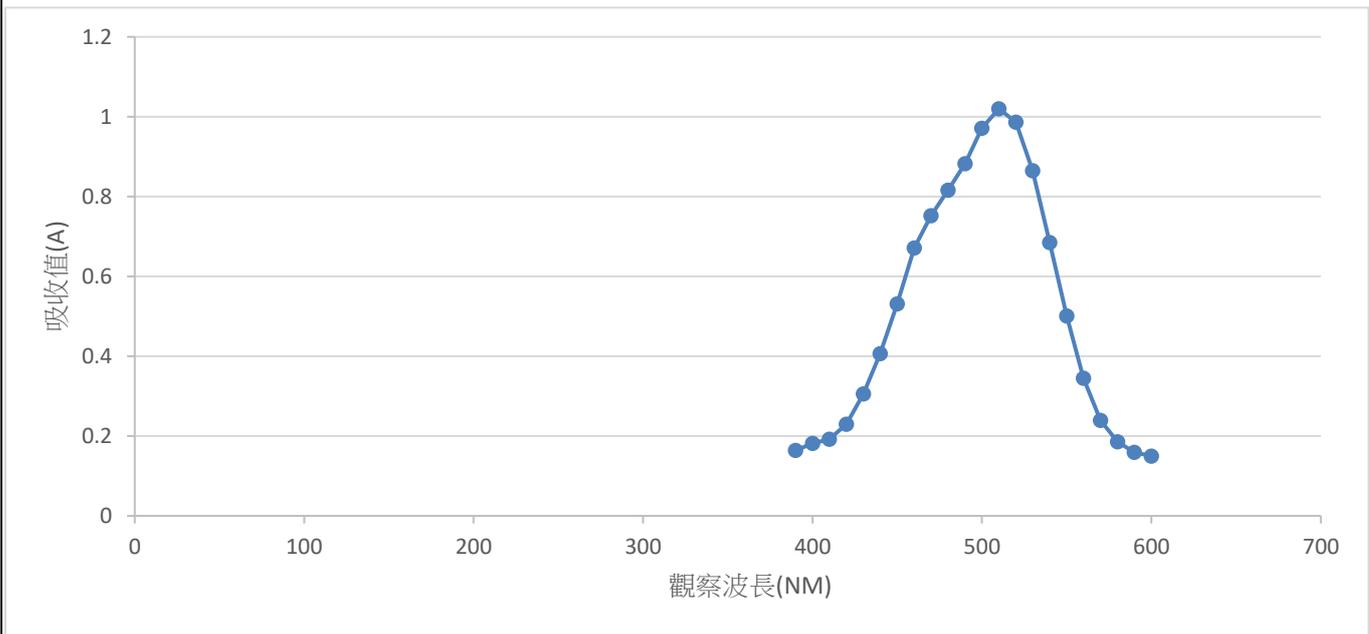
:
 ① 7 ml H_2O + 1 ml 0.2 M Co^{2+} solution
 ② 6 ml H_2O + 2 ml 0.2 M Co^{2+} solution
 ③ 4 ml H_2O + 2 ml 0.2 M Co^{2+} solution
 ④ 2 ml H_2O + 6 ml 0.2 M Co^{2+} solution
 } 混合均勻 → calculate 試管 concentration

→ 將儀器波長調至 maximum 觀測值, repeat 上述 exp. step 4 →

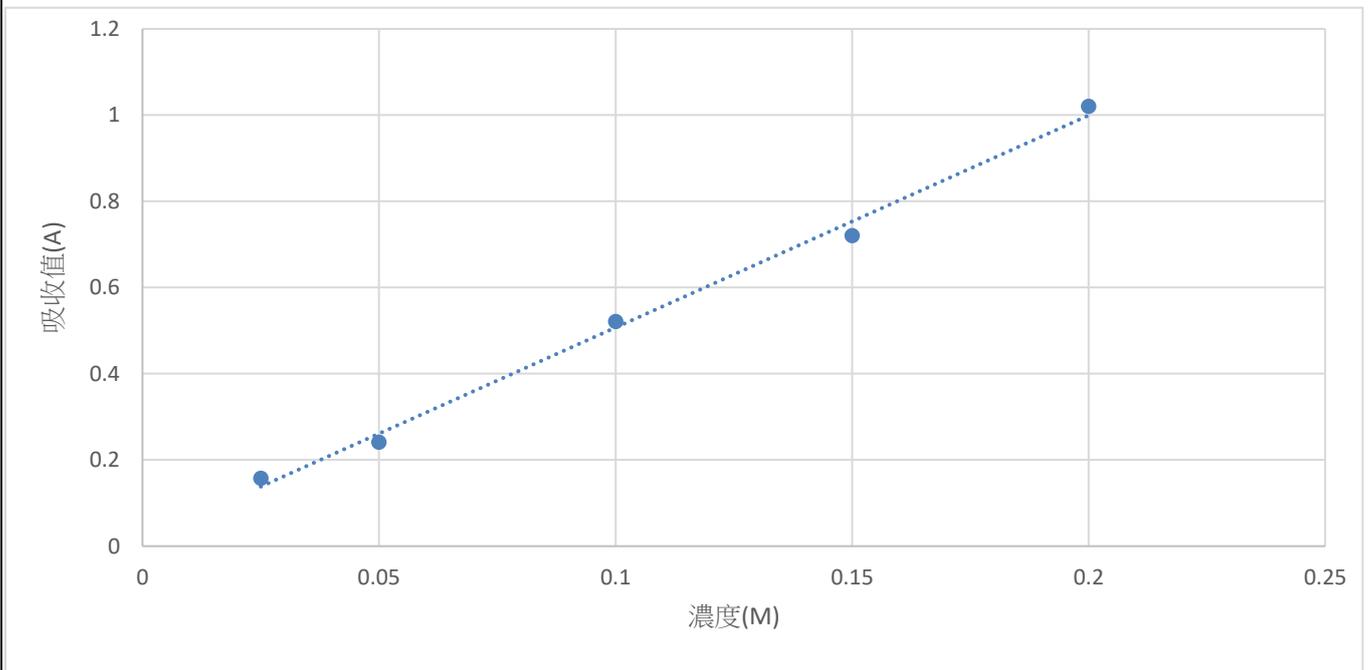
測量前用 H_2O 潤洗 _{空白 solution}, 後用 1 號試管 solution 潤洗後再開始 test → repeat _{開始測量}

上述 step, 但潤洗的 solution 要改用 test 的試管 solution → 用 solution 吸收值對 solution concentration 作圖。

實驗結果與討論



* 溶液吸收光譜



* 矯正曲線

結論

在本實驗可以看出其與原先預測的相同，在預測中我們認為其應在 510nm 處擁有最大吸收值 (A) 而在經過實驗之後也的確得出了這個結果

而在第二個實驗中，我們也得到了與原先預期一致的結果，在預期中，我們希望其 R^2 值至少為 0.995，而在經過實驗及計算機演算後，我們也的確得出了 R^2 值為 0.995 的結論，因此兩者皆一致

反思

在本實驗中，我學到了如何利用分光光度計測定一個溶液的吸收率，並借此判斷其溶液的濃度。

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	二	學號	411032002 411032030 411032046	姓名	魏嘉葳 陳冠穎 張好安
題目					
硝酸銀的沉澱滴定法					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何? 利用硝酸銀之沉澱滴定法，來分析樣品溶液中的鹵素離子濃度。					
器材					
列出所需用到的器材、工具 1. 250mL 棕色定量瓶 1 個 2. 250mL 定量瓶 1 個 3. 滴定管架(滴定管夾、鐵架) 4. 125mL 錐形瓶 4 個 5. 50mL 量筒			6. 100mL 量筒 7. 玻璃漏斗 8. 50mL 滴定管 9. 5mL 吸量管 10. 10mL 吸量管		
研究原理及設計					
1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項) 銀的鹵化物在水溶液中的溶解度積(K_{SP})很小，故可以利用在滴定過程中沉澱反應的產生，來測定樣品中鹵素離子的含量。此類方法又可因滴定終點之識別法的不同，而分成下列數個沉澱滴定法： (1) 莫耳法(Mohr Method) (2) 斐思法(Fajans Method) (3) 服哈法(Volhard Method) (本次實驗所使用的方法是服哈法測定樣品中碘離子的重量百分比) 服哈法是一種間接滴定法。實驗時，先在樣品中添加過量的銀離子，而產生白色的氯化銀沉澱。過濾除去氯化銀沉澱物之後(其他鹵素離子不需要過濾)，在濾液中添加鐵離子指示劑，並以硫氰酸鉀溶液滴定之。到達滴定終點時，硫氰酸根會和鐵離子形成血紅色的離子。 (利用服哈法進行沉澱滴定时，需注意鐵離子在鹼性環境下會形成氫氧化鐵沉澱，反應式如下： $Fe^{3+} + 3H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 \downarrow + 3H^+$ ，所以本實驗要在酸性溶液中進行。)					
研究步驟					
研究流程與步驟:(以流程圖呈現)					

1. 如何配製 0.1 M 250 mL AgNO_3 溶液。(5%)

$$C_M = \frac{\text{mol}}{L} = \frac{\frac{x}{169.87}}{0.25} = 0.1M \quad x = 0.1 \times 0.25 \times 169.87 \div 4.247g$$

→ 稱取 4.247g 的 AgNO_3 , 先在燒杯中用少量水溶解, 後倒入 250 mL 容量瓶
加入蒸餾水至刻度線, 均勻搖晃後完成。
用棕色容量瓶 ✓

2. 如何配製 0.1 M 250 mL KSCN 溶液。(5%)

$$C_M = \frac{\text{mol}}{L} = \frac{\frac{x}{97.18}}{0.25} = 0.1M \quad x = 0.1 \times 0.25 \times 97.18 \div 2.430g$$

→ 稱取 2.430g 的 KSCN , 先在燒杯中用少量水溶解, 後倒入 250 mL 容量瓶
加入蒸餾水至刻度線, 均勻搖晃後完成。 ✓

3. 詳述實驗流程(10%)

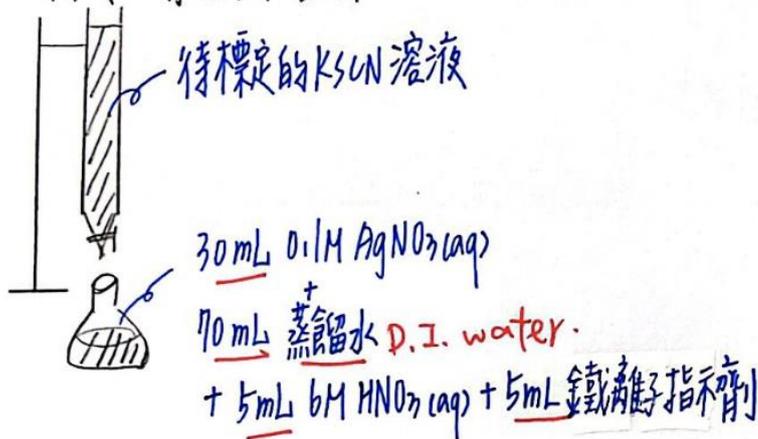
I. 藥品配製:

vA. 配製 0.1 M 250 mL AgNO_3 溶液 (用棕色容量瓶) [兩組共用]

vB. 配製 0.1 M 250 mL KSCN 溶液

vC. 配製鐵離子指示劑: 將 10.000 g 硫酸銨鐵溶於 6M 100 mL 硝酸中。

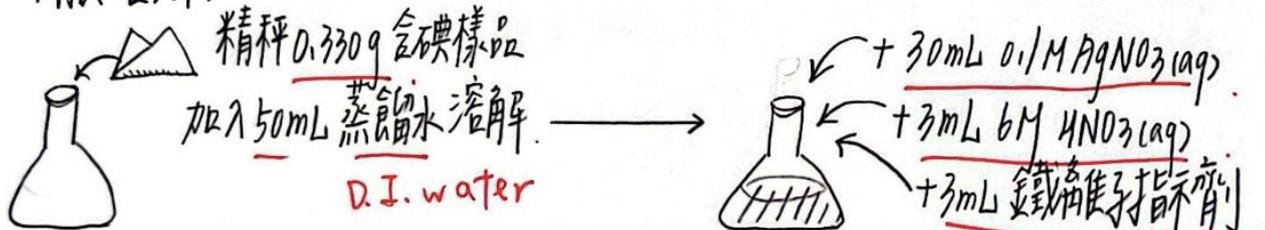
II 標定硫酸銨鐵溶液:

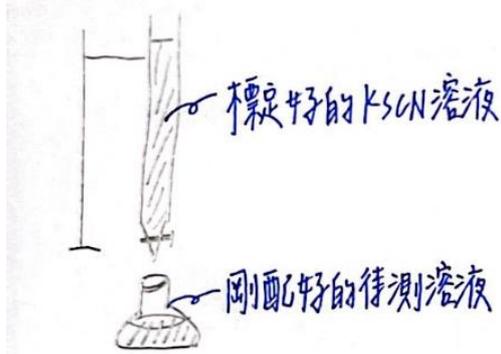


$\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$
直到血紅色鐵離子出現並且維持 1 分鐘以上, 計算 KSCN 溶液的濃度。 ✓

(重複步驟一次)

III. 服法:





用標定好的KSCN溶液滴定溶液中過量的 I_2^- 直到血紅色銻離子出現並維持1分鐘以上
重複步驟一次，計算樣品中碘離子濃度。

實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

實驗結果的數據(表格)：

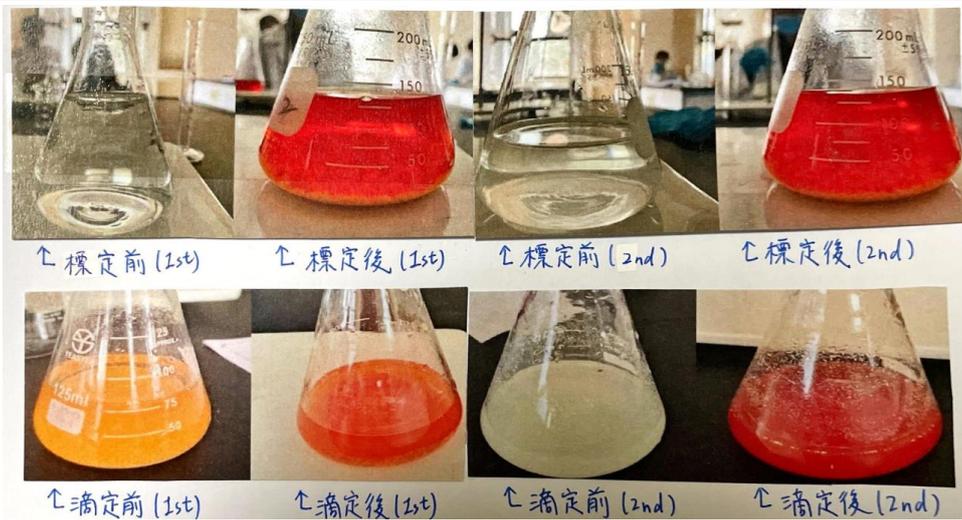
1. 標定硫氰酸鉀溶液

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
秤量之硝酸銀重(克)			4.246			
滴定管讀數(毫升)	初	末	8.00	31.90	19.00	42.80
滴定硝酸銀所需要的 KSCN 的體積(毫升)			23.90		23.80	
KSCN 溶液的體積莫耳濃度(M)			0.13		0.13	
平均 KSCN 溶液的體積莫耳濃度(M)			0.13			

2. 判定樣品終碘離子濃度

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
秤量之碘樣品重(克)			0.330		0.334	
滴定管讀數(毫升)	初	末	0.0	0.8	0.8	8.5
滴定點樣品所需要的 KSCN 的體積(毫升)			0.8		7.7	
樣品中所含的碘離子莫耳數(莫耳)			3×10^{-3}		2×10^{-3}	
樣品中含碘的重量百分率(%)			114.54		76.36	

整體來說，實驗結果與理論一致，唯在測定含碘樣品時，首次測定時，分析物遭受污染，導致測定值與實際值之間產生極大的偏差，(此處與理論值相違背)。



結論

在服哈法的實驗中，因為氯化銀比硫氰酸銀更容易溶解，

$\text{AgCl}_{(s)} + \text{SCN}^{-}_{(aq)} \rightarrow \text{AgSCN}_{(s)} + \text{Cl}^{-}_{(aq)}$ ，上述反應式會在接近滴定結束時發生，導致滴定終點褪色使 SCN^{-} 過度消耗，如此氯離子結果會偏低。所以以硫氰酸鉀滴定氯離子時，須先過濾氯化銀沉澱。

服哈法的優缺點：

優點：1. 可直接分析銀和間接鹵化物顏色變化清晰 2. 選擇性高 3. 不受弱酸根離子的干擾

缺點：會受其他因素影響-酸度和沉澱吸附能力

1. 一般酸度在 $0.1 \sim 1 \text{ mol/L}$ 之間，酸度過低影響紅色 $\text{Fe}(\text{SCN})$ 的生成，因為鐵離子水解。

2. AgCl 對晶體離子有吸附作用。 AgCl 易吸附 Cl^{-} ，使溶液中的氯離子濃度下降，導致滴定終點提前，若要改善此情況，滴定時必須劇烈搖晃。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

411032002 魏嘉葳：根據本次實驗，我從實驗操作上，更了解上課時所教的理論。對於服哈法的優缺點更了解。實驗過程中，有很多需要注意的小細節，像是需要使用去離子水而非蒸餾水。在滴定前須先確定溶液顏色是否符合理論標準，若不符合，則需重新配製分析溶液。像我們操作過程有發現此現象，卻沒有立即重新配製，仍持續進行操作，導致最後數據顯示誤差極大，此時解決方法應立即重做一次實驗，得到第三組實驗數據，利用 Q test 將誤差較大的數值刪除，以利後續對於實驗的探討。

411032030 陳冠穎：這次的實驗剛好有對應到之前交過的章節，能用學過服哈法的原理來對應這次的實驗步驟，但由於在兩次滴定實驗過程中，其中有一次滴定產生了極大的誤差，可能是實驗中有些小細節沒注意到，導致藥品污染，無法準確透過實驗結果去推斷實驗原理的正確性。若要改善此情況，再下次做同樣實驗時，若兩次實驗所做出的數據有極大的誤差，那麼則需再做第三次實驗來輔助判斷哪個數值是可以使用，哪個是誤差值可捨棄不用。

411032046 張好安：藉由本次實驗，讓我了解到，若要檢測是否為理論值與此測定值相同或相異，**必須再做一次試驗**，以評估兩次測定相差甚遠的分析物，**確認究竟是哪一次操作產生誤差**。

● 分工表：

魏嘉葳：題目、研究動機及目的、器材、實驗結果與討論附圖

陳冠穎：研究原理及設計、研究步驟、結論

張好安：實驗結果與討論表格

分析化學實驗-探究導向學習單

年級	化學二	學號	411032019	姓名	王致捷
			411032043		蕭郁昕
題目					
實驗七、水的硬度測試					
研究動機及目的					
1. 實驗的目的為何？					
以 EDTA 溶液滴定水中鈣離子及鎂離子含量，藉以測定水的硬度。					
器材					
列出所需用到的器材、工具					
1. 100mL 燒杯*1		8. 25mL 量筒*1			
2. 250mL 定量瓶*1		9. 玻璃滴管*2			
3. 100mL 定量瓶*1		10. 錶玻璃			
4. 50mL 滴定管		11. 加熱板			
5. 滴定管架*1		12. 2mL 吸量管			
6. 漏斗*1		13. 10mL 吸量管			
7. 錐形瓶 125mL*4		14. 廣用試紙數小張			

研究原理及設計

1. 研究原理與設計:(需包含控制變因法要項)

原理：因為 EDTA 有四個可解離的氫，故當其解離出四個氫離子時，以 Y^{4-} 表示，會有六對孤電子對(氮上兩對，氧上四對)， Y^{4-} 可與金屬陽離子形成高至六配位的錯合物。此錯合物穩定，且 Y^{4-} 與金屬陽離子形成錯合物的莫耳數比 1:1。

設計：直接滴定法

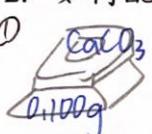
以 EDTA 直接滴定分析物，通常分析物會先溶在緩衝溶液中，以控制 EDTA 的解離而加入的指示劑會與待測金屬離子錯合，呈現錯合物的顏色。當達到滴定終點時，EDTA 會與金屬離子形成錯合物，而使指示劑恢復未與金屬離子錯合時的顏色，由顏色明顯變化判斷當量點。適用在 EDTA 與被滴定溶液中的金屬離子有快速的化學反應。

控制變因：水樣品體積、滴定液 (EDTA)

研究步驟

研究流程與步驟:(以流程圖呈現)

2. 如何配製標準 Ca^{2+} 溶液。(5%)

①  0.1100g $CaCO_3$

②  100ml
+ 0.1100g $CaCO_3$
+ 5 ml 蒸餾水
+ 8 ml 6M HCl

③  錶玻璃

④ 若尚有 $CaCO_3$ 未溶，可加 6M HCl 至溶解，用少許蒸餾水潤洗杯壁，加熱至沸騰

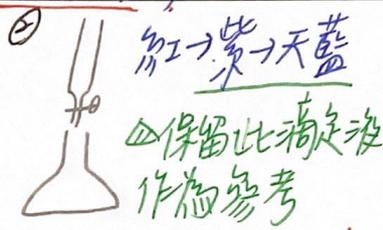
⑤  + 20ml 蒸餾水
攪拌冷卻，加 1M NaOH，使其呈中性(用廣用試紙)

⑥ 溶液倒入 100ml 容量瓶，加水至刻度線

3. 詳述實驗流程。(10%)

(I) 標定 EDTA

- ① +25 ml Ca^{2+}
+2 ml pH10 緩衝液
50 ml +2 滴 EBT (紅)

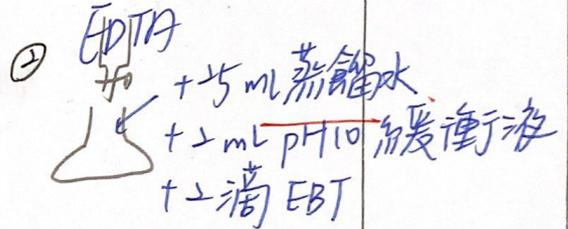


- ② EDTA
+2 ml pH10 緩衝液
+2 滴 EBT

④ [滴定體積 - 空白滴定] = 實際滴定體積 ⑤ 重複一次 ⑥ 計算 EDTA 濃度

(II) 自來水硬度測試

- ① +25 ml 自來水
+2 ml pH10 緩衝液 以 EDTA 標定之
+2 滴 EBT (紅)



④ [滴定體積 - 空白滴定] = 實際滴定體積 ⑤ 重複一次

⑥ 計算水的硬度



實驗結果與討論

記錄結果的數據，再將數據加以組織成表格、圖形等格式。

I. 標定 EDTA 溶液

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
實驗項目			第一次		第二次	
秤量之 CaCO ₃			0.100			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	0.45	27.30	1.40	27.70
滴定 Ca ²⁺ 所需 EDTA 體積 (毫升)			26.85		26.30	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	27.30	28.30	27.70	28.60
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			1.00		0.90	
實際滴定 Ca ²⁺ 溶液所需 EDTA 體積 (毫升)			26.85-1.00=25.85		26.30-0.90=25.40	
EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01		0.01	
計算過程			$\left(\frac{0.100}{100.087}\right) * \left(\frac{25}{100}\right) * 1$ $= CM * 25.85 * 10^{-3} * 1$		$\left(\frac{0.100}{100.087}\right) * \left(\frac{25}{100}\right) * 1$ $= CM * 25.40 * 10^{-3} * 1$	
平均 EDTA 溶液的體積莫耳濃度 (M)			0.01			
計算過程			$\frac{0.01 + 0.01}{2}$			

II. 水的硬度測試

紀錄項目			數據與觀察紀錄			
助教提供問之水樣品			水槽自來水			
實驗項目			第一次		第二次	
未知水樣品體積 (毫升)			25.00			
滴定管讀數 (毫升)	初	末	29.00	38.50	29.00	37.30
滴定水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			9.50		8.30	
滴定管讀數 (毫升)	初	末	38.50	39.40	37.30	38.30
空白滴定所需 EDTA 體積 (毫升)			0.90		1.00	
實際滴定未知水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			9.50-0.90=8.60		8.30-1.00=7.30	
平均滴定 1L 未知水樣品所需 EDTA 體積 (毫升)			344.00		292.00	
計算過程			$\frac{8.60 * 1000}{25}$		$\frac{7.30 * 1000}{25}$	
每公升未知水樣品 EDTA 溶液的莫耳 (mol)			0.00344		0.00292	
計算過程			$0.01 * 344.00 * 10^{-3}$		$0.01 * 292.00 * 10^{-3}$	
每公升未知水樣品所含 CaCO ₃ 毫克數			344.310		292.263	

(毫克)		
計算過程	$0.00344 \times 100.09 \times 10^{-3}$	$0.00292 \times 100.09 \times 10^{-3}$
未知水樣品硬度(ppm)	344.310	292.263
計算過程	$0.00344 \times 100.09 \times 10^{-3}$	$0.00292 \times 100.09 \times 10^{-3}$

結論

經查詢，高屏地區自來水硬度約為 150~300ppm，而我們的數據分別為：

實驗室水槽：344.10ppm

廁所：292.263ppm

由於水的流動性亦會影響自來水取樣檢測時的數據，因此可推斷，實驗室水槽的水造少被使用所以硬度較大，這也讓我們知道在清洗器材候用蒸餾水潤洗的重要性，以避免水垢產生。

反思

由本實驗我學到了什麼？我有什麼心得、感想、建議等

411032019 王致捷：添加 Mg-EDTA^{2-} 到 $\text{NH}_3\text{-NH}_4^+$ 緩衝液中的目的是提供一個穩定的 pH 環境，同時去除或掩蔽可能存在的金屬離子干擾，以確保水硬度試劑能夠正確地測量水中的鈣和鎂離子含量。

411032043 蕭郁昕：應水中含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的水，可分為永久、暫時性

永久：當水中的碳酸鈣和碳酸鎂溶解時，它們會釋放出鈣和鎂離子，使水變得硬。永久硬水的硬度通常無法通過加熱水或讓水靜置而去除。

暫時：當水中的碳酸氫鹽暴露於空氣中或加熱時，它們會分解為二氧化碳氣體、水和

相應的碳酸鹽離子。這樣，水的暫時硬度可以通過加熱或讓水靜置一段時間來去除，因為碳酸氫鹽會分解而沉澱下來。