可以不要那麼酸嗎?

目錄

摘要----------2

壹、研究動機----------2

貳、研究目的----------2

參、研究設備及器材----------3

肆、研究過程或方法----------3

伍、研究結果----------5

陸、結論----------15

柒、參考資料及其他----------16

摘要

本實驗探討在化學丙級技術士檢定試題「亞鐵含量測試」中，「過錳酸鉀溶液以草酸鈉標定」及「標定後用來測定試樣中亞鐵含量」，兩個反應進行時硫酸用量減量的探討。由實驗結果發現，可在不影響正確性下，將硫酸用量減量 93%以上，或將反應終了後含 Mn^{2+}的強酸性廢液當催化劑取代酸再次用於反應，可減少 92%以上硫酸用量，並減少 2/3 以上的反應時間，實驗的廢液均可再次用於標定或測定，可達到減量減廢減毒的綠色化學目標。

壹、研究動機

在高一下學期的，丙級檢定術科練習中，以草酸鈉進行過錳酸鉀溶液標定，或測定試樣中亞鐵含量時，需加入硫酸進行反應，雖然經計算硫酸用量都不到 2mL，但在實驗中卻分別加入 50mL 及 30mL，明顯硫酸過多，產生的廢棄物也將增加；另外，此反應屬於產物自催反應，我們也思考「含 Mn^{2+}的強酸性廢液」正好可以當催化劑，因此我們要試著將硫酸減量或用廢液取代酸，在不影響實驗結果，達到綠色化學的目標。

貳、實驗目的

一、減少以草酸鈉標定過錳酸鉀溶液時硫酸用量。

二、減少以過錳酸鉀測定含亞鐵試樣時硫酸用量。

三、嘗試以滴定後廢液當取代硫酸並當催化劑，以節省試劑浪費及減少廢液產生。

參、研究設備及材料

名稱	規格	名稱	規格
pH 計	SUNTEX	過錳酸鉀	0.02M
漏斗		七水合硫酸亞鐵	NIHON SHYAKU
玻璃棒		六水合硫酸亞鐵銨	NIHON SHYAKU
秤量瓶		草酸鈉	NIHON SHYAKU
燒杯		硫酸溶液	NIHON SHYAKU
安全吸球		錐形瓶	
球型吸量管		溫度計	
滴定管		藥勺	
分光度度計	DR-6000 型	加熱攪拌器	
碼錶			

肆、研究方法與過程

一、標定過錳酸鉀步驟

(一)標準標定步驟**(化學丙級技術士術科檢定試題第二站第四題題目)**

1.配製 0.05M 草酸鈉標準液：

以秤量瓶精稱 0.67g 草酸鈉，在燒杯中加水溶解後，以定量瓶定量至 100mL。

2.過錳酸鉀溶液標定:

(1)取 20mL 草酸鈉標準溶液，加入 1M 硫酸 30mL。

(2)加熱至 60˚C~70˚C，使用約 0.02M 過錳酸鉀溶液滴定至淺紅色，且搖晃 30 秒不褪色。

(3)重複實驗，以平均值計算過錳酸鉀濃度。

(二)硫酸減量的標定步驟

1.減量硫酸後補水的標定步驟：(以下簡稱減酸補水)

依標準標定步驟操作，但將步驟一之(一)之 2 中 30mL 硫酸分別減量至 20mL、10mL、5mL、 3mL、 2mL、1.6mL，並將減少體積以水替代，使總體積維持約 30mL。

2.減量硫酸但不補水的標定步驟：(以下簡稱減酸不補水)

依標準液標步驟操作，但將步驟一之(一)之 2 中 30mL 硫酸分別減量至 20mL、10mL、5mL、3mL、2mL、1.6mL。

3.以標定過錳酸鉀從之廢液取代硫酸步驟：

(1)收集步驟一之(一)，滴定終點之廢液(第一代廢液)。

(2)以 30mL 廢液取代原本的 30mL 硫酸，依步驟一之(一)進行標定步驟。

(3)以 30mL 廢液取代原本的 30mL 硫酸，但不加熱，進行步驟一之(一)標定步驟。

(4)加入 30mL 硫酸，進行步驟一之(一)標定步驟，但不加熱，與其他實驗之結果作比較。

(5)加入 20mL 廢液取代原本 30mL 硫酸，進行步驟一之(一)標定步驟，並收集終點之廢液(第二代廢液)

(6)加入 20mL 第二代廢液取代原本 30mL 硫酸，進行步驟一之(一)標定步驟

4.以測定亞鐵含量後廢液取代硫酸的標定：

(1)依二之(一)步驟產生的廢液。

(2)分別取 30mL、20mL、10mL 廢液取代硫酸，進行步驟一之(一)過錳酸鉀標定。

二、亞鐵試樣測定步驟

(一)亞鐵含量測定標準步驟**(化學丙級技術士術科檢定試題第二站第四題)**

1.以秤量瓶精稱 0.60g 含亞鐵樣品，並倒入錐形瓶中，加入 1M 的硫酸 50mL。

2.用標定後過錳酸鉀溶液滴定至淺紅色，且搖晃 30 秒不褪色。

(二)亞鐵含量測定修正步驟:

1.減酸補水的測定步驟：

上述步驟，但將硫酸用量分別減至 40mL、20mL、10mL、5mL、3mL、2mL，並補水至溶液總體積為 50mL。

2.廢液取代硫酸的測定步驟：

(1)以過錳酸鉀標定後廢液，取代硫酸的測定步驟：

收集依步驟一之(一)產生的廢液，分別取 50mL、40mL、30mL、20mL、10mL 硫酸進行亞鐵試樣測定。

(2)過錳酸鉀測定亞鐵試樣後廢液，取代硫酸的測定步驟：

收集步驟二之(一)產生的廢液，分別取 50mL、40mL、30mL、20mL 取代硫酸進行過錳酸鉀標定。

伍、實驗結果與討論

一、過錳酸鉀溶液標定實驗(減酸補水)：

由平衡方程式

$2MnO^{4-}_{(aq)} + 5C_2O_4{}^{2-}_{(aq)} + 16H^+_{(aq)} \longrightarrow 2Mn^{2+}_{(aq)} + 10CO_{2(g)} + 8H_2O_{(l)}$……方程式(一)

得$C_2O_4^{2-} : H^+ = 5:16$ ，$C_2O_4^{2-} : H_2SO_4 = 5:8$， 以 0.05M 的 20mL 草酸鈉來計算。

所以$0.05 \times 20 \times \frac{8}{5} = 1 \times X$，$X = 1.6$ 為 1M 硫酸所需體積，得知 0.05M 的 20mL 草酸鈉液，在與足量過錳酸鉀反應時，只需要 1M 的硫酸 1.6mL。

我們依步驟一之(一)及步驟一之(二)之 1，配製 0.05M 草酸鈉水溶液進行過錳酸鉀溶液濃度標定，並加入不同體積 1M 的硫酸，滴定至終點，並實測反應後 pH 值。結果如(表

一)所示。

(表一)以 0.05M 草酸鈉標定過錳酸鉀濃度結果(減酸補水)

硫酸體積(補水) / 實驗數據	30mL	20mL (10mL)	10mL (20mL)	5mL (25mL)	3mL (27mL)	2mL (28mL)	1.6mL (28.4m)
過錳酸鉀平均滴定體積(mL)	20.00	20.00	19.80	20.00	19.80	19.90	16*
過錳酸鉀平均濃度(M)	0.0200	0.0200	0.0202	0.0200	0.0202	0.0201	-----
終點時顏色	淺紅	淺紅	淺紅	橙	橙	橙	棕
偏差(%)	參考值	0.0	1.0	0.0	1.0	0.5	未達終點
反應後實測 pH 值	0.59	0.69	0.96	1.34	1.75	2.21	3.00

(註：我們另以 Fowler-Bright 法，步驟測定過錳酸鉀濃度，作為輔助，測得濃度為 0.02M)

由(表一)的結果發現，1M 硫酸體積由 30mL 降至 2mL，減量 90%以上，雖然顏色稍微不同，如(圖一)及(圖二)，但仍然不影響實驗數據，偏差都在 1%以下。滴定終點的溶液顏色，在 pH<0.96 下仍為淺紅色；在 pH>1.34，則終點顏色為橙色。但在硫酸用量減為 1.6mL 時，在滴定過程中偶爾會出現的黃色，如(圖三)，會持續出現且不易消失，當過錳酸鉀的滴定體積到 16mL 時，開始出現棕色沉澱，如(圖四)，儘管由計算得知 1.6mL 硫酸是足量，且由 pH=3 可得知〔H^+〕也有剩餘，但已生成深棕色溶液，因此無法判斷其終點，重複實驗仍有相同現象。



(圖一)未減量時終點顏色。



(圖二)硫酸減量後，滴定終點顏色。



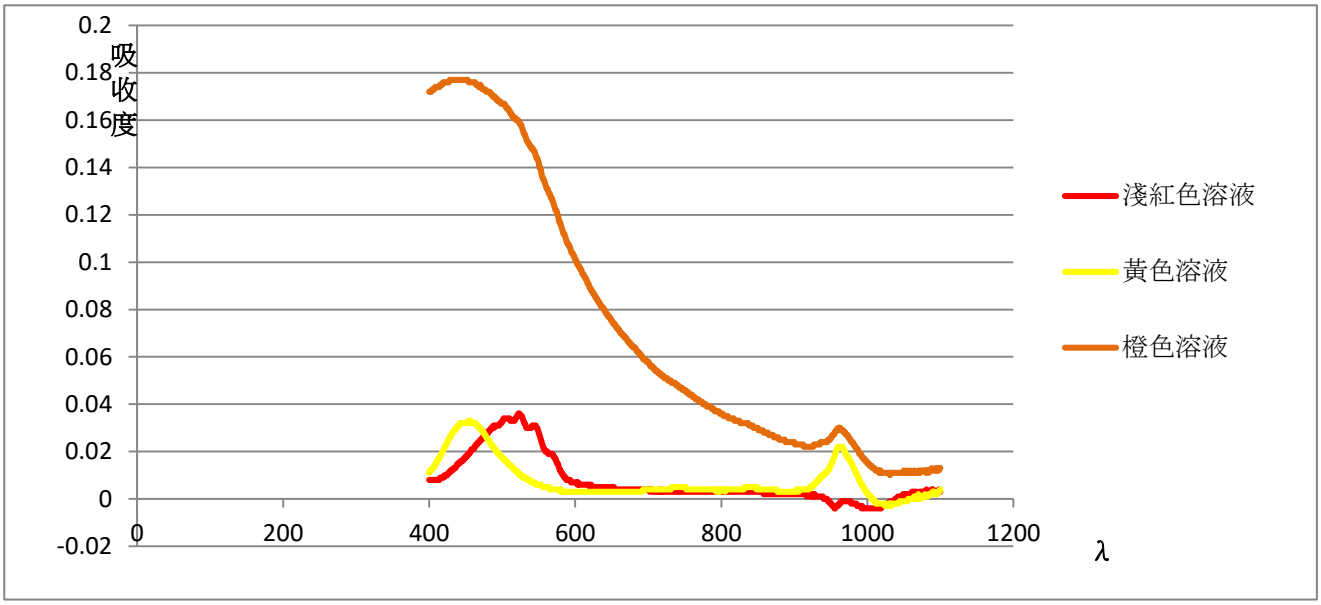
(圖三) 硫酸減量後，滴定過程反應顏色。



(圖四)生成二氧化錳沉澱物。

我們也觀察到在硫酸減量至 5mL 以下時，終點的顏色都呈現橙色，可能是微量的二氧化錳所致，因此也將滴定過程中，終點出現的微紅色、橙色、與偶然出現的黃色液體，

以分光度度計進行吸收波長分析，結果如(圖五)所示



(圖五)三種不同顏色液體的吸收曲線

由上圖我們發現，在 400~1100nm 的範圍內，滴定終點為橙色之溶液，其最大吸收波長(λ)為 447nm 及 966nm，其中 447nm 的位置正是由黃色，與微紅色溶液之最大吸收峰 λ=440nm 及 λ=510nm 所疊成;另一個 λ_{max}946nm 也恰與黃色溶液的最大吸收 λ=998nm 相近，顯示橙色溶液為黃色及微紅色溶液所混合形成。

我們也在文獻上找到「**此反應即使 pH=1，只有 90%Mn^{2+}，尚有 10%二氧化錳」(郭育銓等，2009)**，這點與實驗結果符合，pH<0.96 時，不易生成 MnO_2，即使生成，也很快被還原為 Mn^{2+}因為不會有黃色的干擾，終點為淺紅色；但 pH>0.96 時 MnO_2生成較多，且消耗速率較慢，因此終點顏色才略有二氧化錳的黃色干擾。雖然在化學課本中提到，中性下過錳酸鉀氧化後才生成二氧化錳，但顯然酸性下仍有可能，反應式如下。

$$2MnO_4^-{}_{(aq)} + 3C_2O_4^{2-}{}_{(aq)} + 8H^+{}_{(aq)} \longrightarrow 2MnO_2 + {}_{(aq)} + 6CO_{2(g)} + 4H_2O_{(l)}$$ 方程式(二)

$$MnO_2 + C_2O_4^{2-} + 4H^+ \longrightarrow Mn^{2+} + 2CO_2 + 2H_2O$$……方程式(三)

但微量的二氧化錳似乎不影響正確性，滴定後誤差仍在 1%以內。因此在此步驟，**1M 硫酸可由 30mL 減量至 3mL 甚至 2mL，減量 93%以上**。

二、過錳酸鉀標定實驗(減酸不補水)

我們依照步驟一之(一)及步驟一之(二)之 2.，配製 0.05M 草酸鈉水溶液，進行過錳酸鉀溶液標定，並加入不同體積 1M 硫酸，滴定至終點並測量反應後 pH 值。結果如(表二)所示。

(表二)以 0.05M 草酸鈉標定過錳酸鉀濃度結果(減酸不補水)

硫酸體積 / 實驗數據	30mL	20mL	10mL	5mL	3mL	2mL	1.6mL
過錳酸鉀平均滴定體積(mL)	20.00	19.70	19.70	19.70	19.70	19.75	15.9*
過錳酸鉀平均濃度(M)	0.0200	0.0203	0.0203	0.0203	0.0203	0.0204	-----
終點時顏色	淺紅	淺紅	淺紅	橙	橙	橙	棕
偏差(%)	參考值	1.5	1.5	1.5	1.5	1.25	------
反應後實測 pH 值	0.59	0.76	0.86	1.51	1.85	2.18	2.55

由(表二)可發現，儘管在硫酸減量不補水，使錐形瓶內有較低的 pH 值，但實驗結果仍和減量補水的標定結果相近。雖然不補水會和標準標定步驟的溶液總體積不同，但以終點判斷上完不影響，偏差值都在 1.5%內，在 pH>1.51(硫酸減量至 5mL)開始有二氧化錳出現的些微干擾，終點顏色為橙色。

我們也由計算預估其反應後 pH 值如下，以硫酸減量至 3mL 為例

$〔H^+〕 = 2 \times \left(\frac{3\times1-1.6}{20+3+20}\right) \div 0.065$，pH =1.19

實際測得為 pH=1.85。綜合(表一)及(表二)，得$pH \leq 0.96$，滴定終點顏色為淺紅色(無 MnO^2 干擾)；$2.55 > pH \geq 1.34$ 橙色(MnO_2)干擾。

因此我們確定，**在過錳酸鉀的標定實驗中，除了反應所需的硫酸劑量，尚需其他的硫酸用量來維持滴定時錐形瓶中 pH 值在 0.96 以下，以減少二化錳的生成，即使少量生成也會快速與 $C_2O_4^{2-}$反應而生成 Mn^{2+}，因此終點顏色才能呈現淺紅色**。在 2.25>pH>1.34，二氧化錳被還原的反應速率較慢，因此終點顯現橙色；但 pH>2.55(硫酸由 30mL，減至 1.6mL)，無過多的〔H^+〕維持酸性，使得二氧化錳大量生成，維持法判斷終點。

三、亞鐵含量測定

由方程式

$$8H^+_{(aq)}+MnO_4^-{}_{(aq)}+5Fe^{2+}_{(aq)} \longrightarrow 5Fe^{3+}_{(aq)}+Mn^{2+}_{(aq)}+4H_2O_{(l)}\cdots$$方程式(四)

mol 比 $Fe^{2+}:H^+ = 5:8$ 得 $Fe^{2+}:H_2SO_4 = 5:4$ 以 $FeSO_4\cdot 7H_2O$ 為例，計算 1M 硫酸用量 $\frac{0.6}{276}\times\frac{4}{5}\times 1000 = 1\times X$，$X = 1.7$ ...1M 硫酸用量

(一)我們取常見的、危險性較低的 $FeSO_4\cdot 7H_2O$ 為試樣與 0.0203M 的過錳酸鉀，依步驟二之(一)與步驟二之(二)進行試樣中亞鐵含量測定反應，結果如表(三)所示。

(表三)七水合硫酸亞鐵中亞鐵含量測定結果(減酸補水)

硫酸體積 / 實驗數據	50mL	40mL (10mL)	20mL (30mL)	10mL (40mL)	5mL (45mL)	3mL (47mL)	2mL (48mL)	1mL (49mL)
七水合硫酸(g)	0.6008	0.6046	0.6012	0.6011	0.6031	0.6034	0.6037	0.6032
	0.6015	0.6006	0.6015	0.6068	0.6007	0.6033	0.6033	---------
過錳酸鉀滴定體積(mL)	21.40	20.00	21.30	21.10	21.30	21.00	21.20	---------
	21.20	21.20	21.20	21.30	21.00	21.30	21.20	---------
亞鐵含量(%) (真值 20.24%)	20.17	18.74	20.07	19.80	20.00	19.81	19.80	---------
	19.96	19.99	19.89	19,80	19.72	19.82	19.82	---------
平均誤差%	0.90	2.00	1.30	2.10	1.80	2.00	2.10	未達終點
終點時顏色	淺紅	淺紅	淺紅	淺紅	橙	橙	橙	深棕
反應後 pH 值	0.51	0.60	0.83	1.11	1.42	1.77	2.31	2.55
	0.53	0.61	0.85	1.12	1.43	1.78	2.19	---------

由表(三)結果發現，將硫酸減量後，並不影響實驗正確性或反應時間，誤差都在 2.10%以下，符合國家檢定標準(誤差<5%，不扣分)，但在硫酸減量至 5m 時，滴定過程中會出現黃色，持續數秒再消失，而終點時顏色則是橙色(終點在$pH \leq 1.12$ 下呈淺紅色)，與減酸後標定結果似近，推測是減酸後產生些微 MnO_2 干擾顏色。

我們預估 1M 硫酸至少需要 1.7mL，於是特別將硫酸減量到不夠的情況下進行測試，在硫酸體積減至 1mL 下進行滴定，發現黃色逐漸加深，甚至出現棕色而無法判別是否到達終點，但未看見明顯沉澱，在刻意過滴至 40mL 後，發現溶液呈現深棕色，將溶液離心後，則明顯發現棕色沉 澱，結果如(圖六)，依文獻判斷，推測是二氧化錳。



(圖六)離心後結果

因為此步驟中硫酸除了提供酸性使反應進行，並且使試劑中鐵保持 Fe^{2+}狀態，另有當溶劑效果，也使得總體積和上一階段(標定)相近，以使判別顏色時變因一致。但因本實驗變色明顯，不會因體積不同而誤判，因此若減酸後必須補水，建議補較少的量，例如依我們研究結果，可將硫酸減至 2mL，那足夠反應及提供酸性環境，但只需補 10~20mL 的水，以減少滴定後廢液產生量。

(二)我們取常見的、危險性較低的$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 為試樣，以 0.0203M 的過錳酸鉀，依步驟二之(一)與二之(二)進行試樣中亞鐵含量反應，結果如表(四)所示。

(表四)硫酸亞鐵銨中亞鐵含量測定結果(減酸補水)

硫酸體積 / 實驗數據	50mL	40mL (10mL)	20mL (30mL)	10mL (40mL)	5mL (45mL)	3mL (47mL)	2mL (48mL)	1mL (49mL)
硫酸亞鐵銨(g)	0.6019	0.6014	0.6005	0.6039	0.6039	0.6008	0.6030	0.6032
	0.6028	0.6015	0.6059	0.6059	0.6004	0.6009	0.6020	----------
過錳酸鉀滴定體積(mL)	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	---------
	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	15.10	----------
亞鐵含量(%) (真值 14.24%)	14.01	14.22	14.24	14.16	14.16	14.23	14.18	---------
	14.18	14.22	14.11	14.22	14.38	14.23	14.20	---------
平均誤差%	0.7	0.9	0.6	0.6	0.7	0.9	0.7	未達終點
終點時顏色	淺紅	淺紅	淺紅	淺紅	橙	橙	橙	深棕
反應後 pH 值	0.49	0.58	0.72	1	1.37	1.63	1.98	2.25
	0.50	0.59	0.77	1.04	1.38	1.66	1.97	---------

由(表四)結果發現，硫酸從 50mL 減至 2mL 後，並不會影響反應時間及實驗結果，誤差值都在 1%以下，符合檢定標準(結果誤差允許值為小於 5%)。在硫酸降至 5mL 以下時，終點顏色由淺紅變為橙色，仍可明顯的判別。因此硫酸用量可減 96%。

綜合上述研究結果，由於**檢定試題本身不含試樣純化或前處理步驟，但檢定評分**標準要求滴定體積須達 15mL 以，因此在兼顧測定耗時與試樣特性下，上述兩種藥品**七水**

合硫酸亞鐵與六水合硫酸亞鐵銨為本題的含亞鐵試樣首選，我們也建議可以直接以分析級試藥為樣品進行測定，以減少中和鹼性或幫助溶解，的情形而造成硫酸用量必須大量過量，造成廢液酸性過高。

四、廢液取代硫酸的標定

我們收集步驟一之(一)，過錳酸鉀標定滴定終點的強酸性含 Mn^{2+}廢液，用以取代 1M 硫酸，依步驟一之(二)之 3 進行過錳酸鉀濃度標定步驟，結果如(表五)所示。

(表五)使用含 Mn^{2+}的酸性廢液取代硫酸之標定結果

反應 / 實驗	硫酸體積(mL)	加入廢液體積	加熱溫度	第 1 滴顏色消失時間	滴定至終點耗時	標定濃度	備註
A	30	X	60°C	60 秒	約 180 秒	0.02M	
B	X	30	60°C	瞬間	約 65 秒	0.02 M	
C	X	30	室溫	6 秒	約 468 秒	0.02 M	
D	30	X	室溫	245 秒	約 1060 秒	0.02 M	
E	5	5	60°C	6 秒	約 116 秒	0.02 M	終點為橙色
F	0	20	60°C	瞬間	約 94 秒	0.02 M	第一代廢液
G	0	20	60°C	2 秒	約 161 秒	0.02 M	第二代廢液

(註：以上數據為重複實驗之平均值)

由實驗 A 與實驗 D，我們發現溫度可促進此反應進行，以標準步驟操作，加熱與不加熱的結果，至滴定終點的時間差約 15 分鐘(6 倍時間)，顯然溫度是促進反應的主要因素，但是雖然以廢液反應可再不加熱反應以節省能源，但考量到檢定有其時間限制(1.5 小時)，因此，以廢液取代之實驗，仍需要加熱步驟。

根據實驗原理。這是一個自催化反應，因此一開始反應極慢，甚至需加熱，但一旦 Mn^{2+}生成，則反應會被催化而越來越快。所以滴定後含 Mn^{2+}的強酸廢液應該可以加速反應。在原標定時，要先加入一滴 $KMnO_4$ 溶液，需搖晃至無色才可以才可再繼續滴定，此過程耗時約 60 秒，但實驗 B 與實驗 A 比較，以 30mL 的廢液取代 30mL 的 1M 硫酸之標定結果，儘管酸性較低，但第一滴過錳酸鉀加入後的顏色消失，則瞬間完成，且滴定至

終點之耗時也減少 2/3，約快了 2 分鐘。即使是實驗 F 的 20mL 廢液取代硫酸之標定結果，證明是廢液中大量的 Mn^{2+} 催化了反應進行。

而以實驗 C 與實驗 A 比較，儘管初速率快了 10 倍，但溫度的效應顯然較為顯著，只以廢液取代硫酸而不加熱，反應時間並未減少，廢液催化劑並不足以取代加熱(ΔT=40 度，約 16 倍)的效益，但以實驗 C 和實驗 D 的比較，則可看出以廢液催化劑取代，確有其效果，若不加熱下，可減少約一半的反應時間(約 9 分鐘)。

由實驗 G，我們發現以第一代廢液再次反應產生的第二代廢液，再用進行標定時，儘管酸性較低，因此第一滴過錳酸鉀顏色消失較慢，終點顏色也為橙色，但仍可用來再次取代硫酸進行反應，雖然反應耗時已接近原步驟，終點顏色更深(為暗黃色接近淡棕色)，但滴定體積及換算後結果仍相當接近(偏差小於 1%)。

因此我們經計算，以標準標定步驟(各 30mL 硫酸)所產生的 140mL(強酸性，含 Mn^{2+})的第一代廢液，以 20mL 為單位取代原本步驟中的硫酸，將可重複利用於 30 次標定實驗，可減少 800mL 硫酸的使用並減少 800mL 以上的廢液，證實以**草酸鈉標定過錳酸鉀，反應完的廢液都可以充分利用其含催化劑及強酸性之特質，於草酸鈉標定過錳酸鉀反應時，再次回收利用**，不但可減少廢液產生及硫酸消耗，且可縮短反應時間，一舉數得。

五、以廢液取代硫酸的標定與測定

(一)以過錳酸鉀標定後廢液，取代硫酸進行亞鐵試樣測定：

我們收集步驟依一之(一)之 2 產生的廢液，分別取量 50mL、40mL、30mL、20mL、10mL 取代硫酸，進行步驟二之(一)試樣中亞鐵含量測定，並以七水合硫酸亞鐵銨為試樣，實驗結果如(表六)所示。

(表六)標定後廢液進行亞鐵含量測定之結果

廢液體積	亞鐵試樣(g)	滴定體積(mL)	亞鐵含量%	滴定耗時	終點 pH 值	終點顏色
50mL	0.6016	16.30	14.34	約 71 秒	0.70	淺紅
40mL	0.6049	16.40	14.35	約 72 秒	0.75	淺紅
30mL	0.6014	16.10	14.17	約 72 秒	0.78	淺紅
20mL	0.6073	16.40	14.29	約 73 秒	0.85	淺紅
10mL	0.6057	16.40	14.33	約 73 秒	1.19	澄色

我們發現在**標定過錳酸鉀後的酸性含 Mn^{2+}廢液，可以成功取代硫酸於亞鐵含量測定時使用，實驗誤差都在 1%以內，甚至也可以減量使用**，在體積由 50mL 降至 20mL，滴定，終點仍是淺紅色，滴定至終點的耗時也相似，即使減量至 10mL，終點顏色略為不同，但正確性仍很高，證明即使是**標定過程產生的廢液，也可在測定時再次使用。**

(二)以測定亞鐵試樣後廢液，取代硫酸進行過錳酸鉀標定：

我們取步驟二之(一)試樣中亞鐵含量測定時驗產生的廢液，分別取 30mL、20mL、10mL 取代硫酸進行過錳酸鉀標定，結果如(表七)所示。

(表七)測定亞鐵試樣後廢液用於標定過錳酸鉀

廢液體積	滴定體積(mL)	過錳酸鉀濃度(M)	滴定耗時(秒)	實測 pH 值	備註
30mL	21.1	0.1897	約 75 秒	0.81	
20mL	21.1	0.1897	約 73 秒	0.93	
10mL	21.1	0.1897	約 76 秒	1.82	橙色

由表(七)含得知測定亞鐵含量後的廢液，雖含大量的 Fe^{3+}，但似乎不影響標定的實驗結果，誤差值都在 1%以下。標定結果的正確性，並不會因廢液量減少而改變，即使廢液再減量至 10mL，終點的(pH 值=1.82)，顏色呈橙色，偏差也僅有 1%，廢液測定的過程產生的廢液，也可在標定時再次使用。

(三)過錳酸鉀測定亞鐵試樣後廢液，取代硫酸進行亞鐵試樣測定：

我們取步驟二之(一)亞鐵含量測定產生的廢液，分別取 50mL、40mL、30mL、20mL 取代硫酸，進行步驟二之(一)亞鐵含量測定，結果如(表八)所示。

(表八)測定亞鐵試樣之廢液用於測定亞鐵含量之結果

廢液體積	亞鐵試樣 (g)	滴定體積(mL)	亞鐵含量%	滴定時間	實測 pH 值
50mL	0.6062	16.3	14.24	71 秒	0.42
40mL	0.6024	16.4	14.42	72 秒	0.52
30mL	0.6035	16.1	14.13	72 秒	0.56
20mL	0.6006	16.4	14.46	73 秒	0.76
10mL	0.6023	16.3	14.32	73 秒	0.90

由(表八)的結果我們發現在亞鐵含量測定後廢液取代硫酸後，滴定體積相似，且時間也相近。再次用於亞鐵含量測定時，原本溶液中的 Fe^{3+}，並不會影響反應，其廢液減量 10mL(由廢液 pH 值計算，5mL 廢液的酸性不足)，誤差都只有 1%(終點為橙色)

綜合以上 3 個部分研究結果，我們證明了原本實驗中，**硫酸顯著過量而使得滴定終點的廢液仍具有強酸性，可以再次於不管是過錳酸鉀標定(Mn^{2+}可催化反應)或含亞鐵試樣的測定時，取代 1M 硫酸來使用(甚至進一步減量)**，可以充分利用廢液，同時使廢液酸性降低，利於後續回收處理，更大幅降低廢液產生量。另外也可以減少硫酸用量，可謂一舉數得。

陸、結論

由我們的研究發現，在化學丙級技術士術科試題「亞鐵含量測定」實驗中

一、以草酸鈉標定過錳酸鉀溶液濃度，在不影響結果下，依我們設計的減酸步驟

(一)硫酸每次用量可由 30mL 減至 2mL，減少 93%的用量。

(二)硫酸減量後，無論不補水與補水，標定結果都與標準步驟之結果相近。(但建議不補水以減少廢液量。

(三)以一學期課程估算。減酸的替代步驟(全班 30 人)可少用 1.5 公斤純硫酸及減少 9 公斤

含強酸廢液。

(四)亦可重複使用滴定後之廢液取代硫酸重複進行反應，則 60mL(原本 2 次用量)硫酸可用於 30 次標定。

二、在亞鐵試樣測定實驗中，因為試題本身不含純化及前處理步驟，在不影響結果下

(一)以分析級 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 或 $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 為試樣，配合我們減酸代替步驟，硫酸每次用量可由 50mL 減至 2mL，可減少 96%的用量。

(二)以一學期估計，減酸替代步驟，全班(以 30 人來計算)可少用 1.5 公斤純硫酸及減少 23 公斤含強酸溶液。

(三)反應後廢液，可利用其強酸性，於再次於測定亞鐵試樣中取代酸使用。

三、依上述減酸或以廢液取代酸之替代步驟的實驗結果，以一個班 30 人為例，一學期可以少用 3 公斤以上純硫酸，減少 30 公斤以上廢液，達到減毒減量減廢的綠色化學目標。

四、利用標定(過錳酸鉀)或測定(亞鐵含量)之廢液，均可以取代 1M 硫酸，不論在標定或測定時再次使用，不會造成誤差或偏差而影響檢定結果。

五、過錳酸鉀的標定或滴定反應，再 pH<1.12 下終點是淺紅色，pH>1.34 則終點為橙色

柒、參考資料及其他

一、技能檢定策劃中心 (2018)。**丙級化學學術通關寶典**。台科大圖書股份有限公司。新北市

二、蔡永昌(2018)。**普通化學Ⅱ**。台科大圖書股份有限公司。新北市。

三、劉馨鎂等(2017)。突飛錳進。中華民國第 57 屆中小學科展作品說明書。

四、江孟玲、蔡永昌(2012)。分析化學實驗 II。台科大圖書股份有限公司。新北市。

五、施建輝(2017)。**有關氧化還原滴定—過錳酸鉀滴定法的幾個問題**。**台灣化學教育** 21 期。

六、國立台灣大學出版中心(民 95 年)。**過錳酸鉀的氧化還原滴定大學化學實驗一暨實驗二**。第二版。台北市。

七、嘉義大學化學系。(2008)。 Fowler-Bright 法。分析化學實驗教育。

八、郭晉銓。(2009)。看看誰最猛。中華民國第 49 屆科展。國中組，化學科作品。

九、蕭詠澤。(2015)。不要太酸也很猛。小論文第 1040331 梯次作品。中學生網站。

十、張修維等(2012)。$KMnO_4$ 還原反應之定性分析，小論文第 1010331 梯次。中學生網站。