

實驗三 氯鹽的重量分析

一、目的：

利用重量分析法(gravimetric method)定量未知物中氯鹽的含量，並且學習標準差的表示。



圖 3-1 使用攪拌子加速樣品溶解

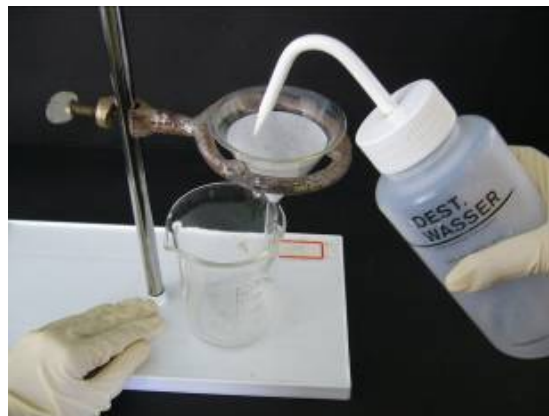


圖 3-2 沖洗沉澱物



圖 3-3 將樣品放入烘箱烘乾

二、原理：

A. 定量分析方法分為四類：

1. 重量分析法(gravimetric method)：將待分析物轉變成相關的沉澱化合物，秤量此物質重量再推算待分析物在樣品中的含量。
2. 體積分析法(volumetric method)：滴定劑(titrant)滴定待分析物(analyte)，作用完全時，由所使用滴定劑的體積推算待分析物的濃度或含量。
3. 電分析法(electroanalytical method)：關於測量電位(electrical potential)、電流(electrical current)、電阻(electrical resistance)或電量(quantity of electrical charge)等性質推算出待分析物的濃度或含量。
4. 光譜分析法(spectroscopic method)：測量質荷比(mass to charge ratio)、放射蛻變速率(rate of radioactive decay)、反應速率(reaction rate)、電導度(conductivity)、光學活性(optical activity)、或吸收度(absorbance)等以推測待分析物的濃度或量。

本實驗利用重量分析法測得未知物中氯離子的含量。重量法的基本步驟需先將待分析物乾燥、準確秤重、溶解、加入沉澱試劑(precipitating agent)形成沉澱物(precipitate)、過濾(filtration)、清洗(washing)沉澱物、烘乾(drying)，秤重(weighing)和計算(calculating)。

樣品秤重後配成含氯離子的待分析水溶液，與足夠量的硝酸銀(silver nitrate)作用，使樣品中的氯離子完全形成氯化銀沉澱 $\text{Ag}^+_{(\text{aq})} + \text{Cl}^-_{(\text{aq})} \rightarrow \text{AgCl}_{(\text{s})}$ 。氯化銀易光解形成灰色銀 $2\text{AgCl}_{(\text{s})} \xrightarrow{h\nu} 2\text{Ag}_{(\text{s})} + \text{Cl}_{2(\text{g})}$ ，避免照光。

經由一連串的過程得到烘乾後 $\text{AgCl}_{(\text{s})}$ 的重量，由下列計算式可得樣品中氯離子的含量百分比，並推測樣品的種類。

$$\text{Cl}\%(\text{w/w}) = \frac{\text{AgCl重量}(\text{g})}{143.4(\text{g/mol})_{(\text{AgCl式量重})}} \times \frac{1\text{ mol Cl}}{1\text{ mol AgCl}} \times \frac{35.5\text{ g}}{1\text{ mol Cl}} \times 100\% \\ \text{樣品重}(\text{g})$$

B. 誤差討論：

任何測量(measurement)必定存有不準度(uncertainty)，不準度來自於實驗的誤差(error)。實驗誤差分成未定誤差(indeterminate error)和可定誤差(determinate error)。未定誤差來自於無法得知且難以避免的誤差因素，需藉由統計學來做歸納與判斷。

可定誤差的來源分成：

1. 儀器誤差(instrument error)：儀器未校正、歸零等所導致。
2. 方法誤差(method error)：反應不完全或有副反應等。
3. 人為誤差(personal error)：人為疏失、重量、刻度、顏色等的誤判。

C. 測量結果的評估分為準確度(accuracy)和精密度(precision)：

1. 準確度乃是將測量結果與理論值比較。

準確度(accuracy)的評估分為：

- (1) 絕對誤差(absolute error)：

$$E = \text{測量平均值}(X_i \text{ 或 } M) - \text{理論值}(X_{\text{theoretical}})$$

- (2) 相對誤差(relative error)：

$$E_R = \frac{\text{測量平均值}(X_i \text{ 或 } M) - \text{理論值}(X_{\text{theoretical value}})}{\text{理論值}(X_{\text{theoretical value}})} \times 100\%$$

2. 精密度則是多次重複測量結果互相間的比較。

精密度(precision)的評估分為：

- (1) 平均值(mean, M, average)：

$$M = \frac{\sum_{i=1}^N \text{測量值}(X_i)}{N \text{ (測量次數)}}$$

(2) 平均偏差(average deviation from the mean) :

$$X_{AD} = \frac{\sum_{i=1}^N |\text{測量值}(X_i) - \text{平均值}(M)|}{N}$$

(3) 相對平均值(relative average deviation) : $X_{RAD} = \frac{\text{平均偏差}(X_{AD})}{\text{平均值}(M)} \times 100\%$

(4) 標準差(standard deviation) : $S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\text{測量值}(X_i) - \text{平均值}(M))^2}{N - 1}}$

三、藥品(藥品皆已配製，直接取藥即可)

1. 氯鹽未知物：精秤 0.1~0.2 g/每次 × 3。

氯化鈉(Sodium chloride, NaCl)，氯化鈣(Calcium chloride, CaCl₂)，氯化鉀(Potassium chloride, KCl)，氯化鎂(Magnesium chloride, MgCl₂)

2. 6 M 硝酸(Nitric acid, HNO_{3(aq)}):取 41 mL 濃硝酸加入水中稀釋至 100 mL 體積量瓶標線，取 1 mL/每次 × 3。

3. 0.5 M 硝酸銀(Silver nitrate, AgNO_{3(aq)}):8.5 克溶於少量水，稀釋至 100 mL 體積量瓶標線，取 10 mL/每次 × 3。

四、器材

A. 抽屜拿出：

1. 燒杯：100 mL × 2
2. 量筒：10 mL，100 mL
3. 玻璃漏斗
4. 洗瓶
5. 錶玻璃

B. 助教發配，實驗後歸還：

1. 磁攪拌子
2. 鑷子
3. 錶玻璃：2 片

C. 其他器材：

1. 加熱攪拌器
2. 濾紙
3. 烘箱
4. 拭手紙

五、步驟

1. 用秤量紙精秤已乾燥過之氯鹽未知樣品 0.1~0.2 g，記錄至 0.0001 g。
2. 將樣品倒入 100 mL 燒杯中，分別加入 50 mL 去離子水及，6.0 M $\text{HNO}_3(\text{aq})$ 1.0 mL，用攪拌子攪拌至樣品完全溶解。
3. 加入 0.5 M $\text{AgNO}_3(\text{aq})$ 10 mL，燒杯蓋上錶玻璃，微溫加熱攪拌 5~10 分鐘。(注意！切勿使溶液沸騰)。
4. 濾紙對折將一邊截角後秤重，記錄至 0.0001 g。
5. 濾紙置於玻璃漏斗內，以去離子水潤濕。
6. 待溶液冷卻，過濾含沉澱物之溶液，將濾液倒至 D 類重金屬廢液桶。
7. 以 5 mL 去離子水(用洗瓶盛裝)沖洗沉澱物(重複三次)，此時之濾液倒至水槽即可。
8. 移出濾紙，將盛裝有沉澱物之濾紙置於拭手紙上以吸乾濾紙上之水份。
9. 將濾紙(連同沉澱物)移至標有組別之錶玻璃上，放入烘箱(溫度已設定為 60°C ，勿調動)烘乾 20~30 分鐘。
10. 濾紙(連同沉澱物)烘乾冷卻後秤重，記錄至 0.0001 g。
11. 重複步驟 1~9 二次，即每個樣品做三次實驗。

六、數據與結果：

Part A.

記錄項目	第一次	第二次	第三次	
樣品秤重 (g)				
截角濾紙重 (g)				
濾紙+AgCl 重 (g)				
AgCl 重量 (g)				
樣品中 Cl 重 (g)				
樣品中含氯百分比 Cl % (w/w) $= \frac{\text{AgCl 重}}{143.4} \times 35.5 \times 100\%$ $= \frac{\text{樣品重}}{\text{樣品重}} \times 100\%$	(算式) = _____ = _____	(算式) = _____ = _____	(算式) = _____ = _____	
樣品平均含氯百分比 Cl % (Ave.)				
可能之化合物	KCl	MgCl ₂	NaCl	CaCl ₂
可能之化合物中 Cl 所佔百分率(%)	%	%	%	%
推測樣品為何種化合物？				

Part B. 數據評估(data evaluation)

項 目	算 式 與 結 果
平均值(M)	(算式) = _____ = _____
平均偏差(X_{AD})	(算式) = _____ = _____
相對平均偏差(X_{RAD})	(算式) = _____ = _____
標準差(S)	(算式) = _____ = _____
絕對誤差(E)	(算式) = _____ = _____ = _____
相對誤差(E_R)	(算式) = _____ = _____

七、問題與討論：

1.

(a) 說明 $\text{AgCl}_{(s)}$ 的光解反應。

(b) 如何避免光解反應？

(c) 光解反應對本實驗結果的影響？

2. 舉出四個未定誤差(indeterminate error)的來源。

3.

(a) 計算下列實驗數據的標準差(standard deviation)。

2.3124 , 2.1786 , 2.3342 , 2.2215 , 2.2749

2.1673 , 2.3970 , 2.3636 , 2.2483 , 2.1128

(b) 使用工程計算機(calculator)由計算機算出 3 (a)的標準差，寫出按鍵(key in)過程及結果(不做任何紙面計算)。

4. 僅含 NaCl (58.44 g/mol)和 BaCl₂ (208.23 g/mol)的樣品 0.2356 g，以 AgNO_{3(aq)} 滴定，經沉澱、過濾、清洗、烘乾後得 AgCl (143.32 g/mol) 0.4637 g。計算樣品中此二化合物的重量百分比(weight percent)。

5. 你的實驗結果比理論值高還是低？討論形成此結果的可能原因。

八、實驗心得與討論：

誤差討論：

心得：